

**N° d'ordre : 1980**

## **Thèse**

**présentée à**

**l'Université Lille I**

**pour obtenir le grade de Docteur en Mécanique**

**Comportement mécanique et stabilité microstructurale  
d'un acier inoxydable austénitique type AISI 316LN sous  
forte plasticité monotone et cyclique à 77K et 300K**

**par**

**Mohsen BOTSHEKAN**

**Soutenue le 24 Mars devant le jury :**

Jaroslav POLAK, Professeur invité à l'ECLille - République Tchèque :	Président
Jean-Paul BRICOUT, Professeur à l'UVHC :	Rapporteur
Claude PRIOUL, Professeur à l'Ecole Centrale de Paris :	Rapporteur
Suzanne DEGALLAIX, Directeur de Thèse, Professeur à l'ECLille :	Examineur
Yannick DESPLANQUES, Maître de Conférence à l'ECLille :	Examineur
Jean-Bernard VOGT, Professeur à l'Université Lille I :	Examineur

**Obtenu avec la mention : très honorable**

**ECOLE CENTRALE DE LILLE  
LABORATOIRE DE MECANIQUE DE LILLE  
(URA CNRS 1441)**

## REMERCIEMENTS

Le travail qui a abouti à la rédaction de cette thèse a été mené au Laboratoire de Mécanique de Lille, dans l'équipe "Mécanique et Matériaux" de l'Ecole Centrale de Lille, sous la direction de Mme S. DEGALLAIX, professeur, directrice de cette équipe, et de Mr Y. DESPLANQUES, Maître de conférence.

J'exprime ma profonde gratitude à Mme S. DEGALLAIX pour m'avoir accueilli au sein de son équipe pour la réalisation de ce travail, pour sa compétence, sa disponibilité et sa gentillesse, ainsi que pour son aide à la rédaction de ce mémoire.

Je tiens à remercier Mr Y. DESPLANQUES, pour son aide à la conception et à la réalisation du dispositif expérimental et le suivi du travail

Je tiens à remercier Mr J. Y. DAUPHIN, Maître de Conférence, pour sa disponibilité, sa gentillesse et sa consultation sur les problèmes métallurgiques et magnétiques rencontrés dans cette étude.

Je remercie très chaleureusement Mr G. GAVOILLE, Maître de Conférence au Laboratoire de Cristallographie et Modélisation des Matériaux Minéraux et Biologiques de l'Université Henri Poincaré, Nancy-I, pour sa gentillesse, son accueil et son aide aux mesures magnétiques.

Je remercie vivement Mr J. HUBSCH, Maître de Conférence et Responsable du Service Commun de Magnétisme de l'Université Henri Poincaré, Nancy-I, pour sa gentillesse, et pour avoir accepté de réaliser une partie des mesures magnétiques.

Je remercie très sincèrement Monsieur C. PRIOUL, Professeur à l'Ecole Centrale de Paris, et Monsieur J. P. BRICOUT, Professeur à l'Université de Valenciennes d'avoir bien voulu examiner ce travail, et en être rapporteurs.

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

Je remercie Mr J. POLAK, Professeur à l'Institut de Physique des Matériaux de l'Académie des Sciences Tchèque, à Brno (République Tchèque), pour sa gentillesse et sa collaboration pour réaliser des observations au Microscope Electronique en Transmission, et pour avoir accepté de faire partie de ce jury.

J'adresse mes remerciements au Ministère de l'énergie et de la culture de l'Iran et en particulier à Mr M. TAVAKOLY GARGARY, ancien responsable du service des études complémentaires au Ministère de l'énergie, pour avoir bien voulu financer ma bourse d'étude ce qui m'a permis de mener à terme cette thèse.

J'adresse mes remerciements à tous les membres du Laboratoire pour leur sympathie.

Je tiens à remercier également Mme F. BOTSHEKAN pour le soutien moral qu'elle m'a apporté tout au long de ce travail, sans oublier de saluer mes enfants, ma fille Maryam (4,5 ans) et mon fils Mechkate (2,5 ans).

# SOMMAIRE

<i>Introduction générale</i> .....	4
<b>CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE</b> .....	8
<b>I.1 INSTABILITE DE L'AUSTENITE PAR FORMATION DE MARTENSITE</b> .....	9
I.1.1 Transformation martensitique des aciers austénitiques.....	10
I.1.1.1 Effet de la composition chimique.....	12
I.1.1.2 Effet de la température.....	14
I.1.1.3 Effet de l'énergie de faute d'empilement.....	18
I.1.2 Plasticité induite par transformation martensitique.....	19
I.1.2.1 Première approche de la plasticité de transformation.....	19
I.1.2.2 Deuxième approche de la plasticité de transformation.....	23
I.1.2.3 Etudes récentes sur la plasticité de transformation.....	25
I.1.2.4 Conclusion partielle.....	26
I.1.3 Aspects structural et cinétique des transformations martensitiques .....	27
I.1.3.1 Ordre d'apparition des phases.....	27
I.1.3.2 Observations microscopiques des phases.....	31
I.1.3.3 Aspect cinétique des transformations.....	32
<b>I.2 COMPORTEMENT EN FATIGUE DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES - EFFET DE LA DIMINUTION DE LA TEMPERATURE ET EFFET DE L'AZOTE</b> .....	39
I.2.1 Evolution des contraintes au cours d'un cyclage en fatigue plastique oligocyclique .....	41
I.2.1.1 Facteurs d'influence.....	43
a) Effet de l'azote interstitiel.....	43
b) Effet d'une diminution de la température.....	50
c) Effet de la taille de grain.....	51
d) Effet d'une transformation martensitique.....	52
I.2.2 Résistance à la fatigue plastique oligocyclique.....	54
I.2.2.1 Effet de la composition chimique.....	57
I.2.2.2 Effet de la température.....	58
I.2.2.3 Effet d'une transformation martensitique.....	60
a) sur la phase d'amorçage des microfissures.....	60
b) sur la phase de propagation des microfissures.....	61
<b>I.3 CONCLUSION</b> .....	62

<b>CHAPITRE II : ETUDE EXPERIMENTALE.....</b>	<b>64</b>
<b>II.1 MATERIAU ETUDIE.....</b>	<b>65</b>
II.1.1 Composition chimique et traitement thermique .....	65
II.1.2 Microstructure .....	66
II.1.3 Microdureté .....	68
II.1.4 Identification et mesure de la teneur en martensite .....	69
II.1.4.1 La méthode micrographique.....	72
II.1.4.2 La méthode radiocristallographique.....	72
II.1.4.3 Les méthodes magnétiques.....	74
II.1.4.3.1 - Méthodes magnétiques à champ d'induction non saturant .....	75
II.1.4.3.2 - Méthodes magnétiques à champ d'induction saturant.....	77
II.1.4.4 La méthode choisie .....	77
<b>II.2 CONDITIONS EXPERIMENTALES.....</b>	<b>80</b>
II.2.1 Machine d'essai .....	80
II.2.2 Equipements expérimentaux .....	82
II.2.2.1 à température ambiante .....	82
II.2.2.2 à basse température.....	83
II.2.2.2.1 - Premier dispositif et ses modifications.....	84
II.2.2.2.2 - Dispositif final .....	90
II.2.3 Eprouvettes.....	93
II.2.4 Conditions d'essais .....	96
II.2.5 Moyens d'observation.....	99
<b>II.3 RESULTATS EXPERIMENTAUX .....</b>	<b>100</b>
II.3.1 Traction monotone.....	100
II.3.1.1 Courbes de traction monotone à 300K et 77K.....	100
II.3.1.2 Courbes d'écroutissage monotone à 300K et 77K.....	102
II.3.1.3 Taux de martensite induite par sollicitation monotone .....	103
II.3.2 Fatigue plastique oligocyclique.....	106
II.3.2.1 Evolution des contraintes à 300K et 77K .....	106
II.3.2.2 Ecroutissage cyclique à 300K et 77K .....	111
II.3.2.3 Résistance à la fatigue à 300K et 77K .....	114
II.3.2.4 Taux de martensite induite par sollicitation cyclique .....	116

<b>CHAPITRE III : DISCUSSION ET INTERPRETATIONS .....</b>	<b>119</b>
<b>III.1 COMPORTEMENT EN TRACTION MONOTONE.....</b>	<b>120</b>
III.1.1 Courbes de traction monotone à 300K et 77K.....	120
III.1.1.1 Effet d'une diminution de la température sur le module d'élasticité.....	121
III.1.1.2 Effet de l'azote interstitiel et d'une diminution de la température sur les caractéristiques de résistance $R_m$ et $R_{e0,02\%}$ .....	123
III.1.1.3 Effet d'une diminution de la température sur l'allongement à rupture.....	125
III.1.2 Evolution de la fraction volumique de martensite au cours de la traction monotone à 77K.....	126
III.1.3 Courbes d'érouissage monotone à 300K et 77K.....	128
<b>III.2 COMPORTEMENT EN FATIGUE PLASTIQUE OLIGOYCLIQUE .....</b>	<b>130</b>
III.2.1 Evolutions des contraintes à 300 K et 77K.....	130
III.2.2 Evolution de la fraction volumique de martensite au cours du cyclage à 77K.....	132
III.2.3 Influence de la transformation martensitique sur la forme des boucles d'hystérésis .....	135
III.2.3 Courbes d'érouissage cyclique à 300K et 77K.....	137
III.2.4 Résistance à la fatigue à 300K et 77K.....	139
III.2.4.1 Courbes de résistance à la fatigue .....	139
III.2.4.2 Effet de la transformation martensitique.....	141
a) sur la résistance à l'amorçage.....	141
b) sur la résistance à la propagation des fissures.....	144
c) effet d'un vieillissement à 300K de la martensite .....	147
<b><i>Conclusion générale</i>.....</b>	<b>150</b>
<b>Annexe I : Aimantation spécifique à saturation .....</b>	<b>153</b>
<b>Annexe II : Procédure d'alignement des mors .....</b>	<b>159</b>
<b>Annexe III : Montage cryogénique et mise en froid .....</b>	<b>162</b>
<b>Annexe IV : Effet d'une répétition du traitement thermique d'hypertrempe .....</b>	<b>169</b>
<b>REFERENCES.....</b>	<b>172</b>

## INTRODUCTION GENERALE

Les aciers inoxydables austénitiques sont des alliages principalement fer-chrome-nickel. Ces aciers possèdent de bonnes caractéristiques mécaniques  $R_e$  et  $R_m$ , une bonne ductilité et une excellente résistance à la corrosion ; ils sont par ailleurs faciles à mettre en forme. Ces aciers alliés au molybdène peuvent être utilisés dans des milieux générateurs de piqûres. Grâce à leurs caractéristiques, ces aciers, et en particulier les aciers à 18Cr-12Ni, intéressent les industries nucléaires.

La bonne ductilité à basse température des aciers inoxydables austénitiques permet leur utilisation en cryogénie. En particulier, les aciers de la série AISI 300, qui possèdent une ténacité et une ductilité élevées, et une faible conductibilité électrique et thermique, ont été utilisés avec succès dans de nombreuses réalisations cryogéniques. Cependant, ils sont métastables et une transformation martensitique  $\gamma \rightarrow \alpha'$  peut intervenir lors du refroidissement, et/ou lors d'une déformation plastique. L'azote interstitiel en particulier joue un rôle important sur la stabilité et sur la résistance de ces aciers, particulièrement à basse température.

A température ambiante, des études relativement nombreuses portent sur le comportement en fatigue plastique oligocyclique des aciers inoxydables austénitiques. En revanche, beaucoup moins d'études ont été publiées à ce jour sur leur comportement en fatigue plastique oligocyclique à 77K, et aucune à notre connaissance ne concerne les hauts niveaux de déformation cyclique.

L'objectif de ce travail est d'étudier le comportement en traction monotone et en fatigue plastique oligocyclique à haut niveau de déformation plastique, à 300K et 77K, de l'acier inoxydable austénitique type AISI 316LN constituant les boîtiers des bobines supraconductrices du champ toroïdal de tokamak TORE SUPRA.

Ce travail a été mené au sein de l'Equipe Mécanique et Matériaux du LML (URA CNRS 1441) à l'Ecole Centrale de Lille, sous la direction de Madame S. Degallaix, Professeur, et de Monsieur Y. Desplanques, Maître de Conférence, dans le cadre d'un Projet d'Action Commune sur les Propriétés Mécaniques sous Sollicitations Extrêmes soutenu par le Ministère de l'Education Nationale (DRED).

Pour réaliser les essais à 77K, un dispositif adaptable sur machine hydraulique INSTRON a été conçu, réalisé et mis au point au laboratoire. Ce dispositif, qui constitue un équipement complémentaire aux mors existants, permet de maintenir l'échantillon dans un bain d'azote liquide lors des essais mécaniques.



L'acier étudié est un acier relativement stable, mais néanmoins instable sous contrainte à température cryogénique ; dans le but d'obtenir de la transformation martensitique  $\alpha'$  sous sollicitation cyclique et d'étudier l'effet de celle-ci sur le comportement mécanique de cet acier, en particulier à 77K, les variations de déformation étudiées étaient relativement élevées. Les fractions volumiques de martensite  $\alpha'$  induite au cours des essais ont été mesurées par la méthode magnétique à champ d'induction saturant.

Le présent rapport se compose de trois chapitres.

Le premier chapitre de cette thèse est consacrée à une étude bibliographique en deux parties. Dans la première partie, nous présentons l'état des connaissances actuelles sur les transformations martensitiques  $\gamma \rightarrow \alpha'$  induites par déformation à basse température dans les aciers inoxydables austénitiques, la plasticité induite par celle-ci et les aspects structural et cinétique des transformations martensitiques. La seconde partie traite de l'influence de l'azote interstitiel, d'une diminution de la température et d'une transformation martensitique  $\gamma \rightarrow \alpha'$  sur l'évolution des contraintes au cours d'un cyclage en fatigue plastique oligocyclique et sur la résistance à la fatigue plastique oligocyclique de ces aciers.

Les chapitres II et III présentent le travail réalisé.

Le second chapitre décrit l'étude expérimentale en trois parties. La première partie, consacrée au matériau étudié, définit sa composition chimique, sa microstructure et les méthodes d'identification et de mesure de la teneur en martensite  $\alpha'$ . Dans la seconde partie, nous détaillons le dispositif expérimental mis au point pour les essais à 77K, puis les éprouvettes, les conditions d'essais et les moyens d'observation utilisés. Les résultats obtenus en traction monotone, et en fatigue plastique oligocyclique, et les taux de martensite  $\alpha'$  induite lors de ces essais sont donnés en troisième partie. Des informations complémentaires à ce chapitre sur l'aimantation spécifique à saturation, la procédure d'alignement des mors, le montage cryogénique, la mise en froid de l'équipement et la qualité du traitement thermique effectué sont décrits dans les quatre annexes à la thèse.

Le troisième chapitre a pour but de discuter et d'interpréter le comportement en traction monotone et en fatigue plastique oligocyclique, et la stabilité microstructurale de l'acier étudié. Dans la première partie de ce chapitre, à la lumière

des résultats des essais de traction monotone et du taux de martensite  $\alpha'$  induite par ces essais, nous décrivons et interprétons les caractéristiques mécaniques macroscopiques sous sollicitations monotones à 300K et 77K ; les effets de diminution de la température, et de la transformation martensitique y sont discutés. La deuxième partie est consacrée aux caractéristiques mécaniques macroscopiques et microscopiques sous sollicitations cycliques à 300K et 77K ; les effets de diminution de la température, et de la transformation martensitique sur l'évolution de l'amplitude de contrainte et sur la résistance à la fatigue plastique oligocyclique y sont discutés.

Enfin, dans une conclusion générale, nous résumons les résultats essentiels de cette étude.

## **CHAPITRE I : Etude bibliographique**

## I.1 INSTABILITE DE L'AUSTENITE PAR FORMATION DE MARTENSITE

Les aciers inoxydables sont des alliages principalement fer-carbone (C inférieur à 1,2%) alliés au chrome (Cr supérieur à 10,5%). Ces aciers peuvent avoir différentes structures : cubique à faces centrées (CFC, structure austénitique, appelée  $\gamma$ ), cubique centrée (CC, structures ferritique et avec une certaine distorsion martensitique, appelées  $\alpha$  ou  $\delta$ , et  $\alpha'$  respectivement), hexagonale compacte (HC, structure martensitique de type  $\varepsilon$ ). A partir de leur structure, ces aciers se répartissent en cinq grandes familles, comme indiqué dans le tableau I.1.

1	<b>Aciers martensitiques :</b> éléments d'addition C-Mo-V	Cr : 10,5-17% C > 0,1%
2	<b>Aciers ferritiques :</b> éléments d'addition Mo-Al -Ferritiques stabilisés : éléments stabilisants Ti-Nb-Zr	Cr : 10,5-29%
3	<b>Aciers austénitiques</b> éléments d'addition : Mo-Mn-N-Cu -Austénitiques stabilisés éléments stabilisants : Ti-Nb	Cr : 16-18% Ni : 8-13%
4	<b>Aciers réfractaires (Austénitiques) :</b> éléments d'addition : Si	Cr : 20-25% Ni : 10-20%
5	<b>Aciers austéno-ferritiques ;</b> éléments d'addition ; Mo-Cu-N	Cr : 20-25% Ni : 4-7%

Tableau I.1 Classification des aciers inoxydables

Les éléments d'alliage ont un rôle important sur les propriétés structurales, physiques et mécaniques des aciers inoxydables. Les éléments alphas (éléments stabilisateurs de la phase  $\alpha$ ) sont le chrome, le molybdène, le titane, le niobium, le zirconium, l'aluminium et le silicium ; les éléments gammagènes (éléments stabilisateurs de la phase  $\gamma$ ) sont le nickel, le carbone, l'azote et le manganèse. La stabilité des phases et leur formation peuvent être influencées par les traitements mécaniques, thermiques ou thermomécaniques. Bien que la ferrite  $\delta$ , la ferrite  $\alpha$  et la martensite  $\alpha'$  soient toutes trois ferromagnétiques et pratiquement identiques du point de vue cristallographique, elles n'ont généralement pas la même composition

chimique. La présence de ferrite  $\delta$  dépend de la vitesse de refroidissement à partir du métal liquide. La ferrite  $\alpha$  et la martensite  $\alpha'$  ont sensiblement la même composition chimique que l'austénite dont elles sont issues, tandis que la ferrite  $\delta$  est nettement plus riche en chrome et plus pauvre en nickel.

Les aciers inoxydables austénitiques ont un comportement mécanique et métallurgique complexe à température ambiante, et encore plus à basse température. L'énergie de faute d'empilement (EFE) de ces aciers est relativement faible. Cela facilite la création de fautes d'empilement par déformation plastique. Cette EFE décroît lorsque la température s'abaisse ; par conséquent, la formation de telles fautes (c'est à dire apparition très locale d'un arrangement hexagonal compact, HC) est plus facile à basse température. La martensite  $\varepsilon$  peut être vue comme une superposition de fautes d'empilement. Cette martensite  $\varepsilon$  est susceptible de se transformer en martensite  $\alpha'$ , sous chargement monotone, mais surtout sous chargement cyclique. La martensite  $\alpha'$  peut apparaître également directement à partir de l'austénite  $\gamma$ , sous chargement monotone ou cyclique. Cette transformation martensitique conduit à un matériau composite (austénite + martensite) globalement plus ductile que l'austénite initiale, l'accroissement de déformation plastique due à la présence de martensite étant appelé "plasticité induite par transformation". Cette plasticité induite par transformation est d'autant plus importante que l'austénite de départ est moins stable.

Dans ce chapitre, nous décrivons les mécanismes de déformation plastique et de changement de phase des aciers inoxydables austénitiques à basse température.

### **I.1.1 Transformation martensitique des aciers austénitiques**

La structure CFC de l'austénite peut être modifiée sous l'effet de traitements mécaniques, thermiques ou thermomécaniques.

Deux situations bien différentes peuvent être rencontrées lorsqu'un matériau métastable à température ambiante subit des transformations de phase sous sollicitations thermomécaniques. La première situation concerne le cas d'un matériau monophasé, stable par exemple à haute température. Supposons qu'on lui applique une déformation plastique à cette haute température, suivie d'un refroidissement, la phase initiale étant instable à la température de fin de refroidissement. On aura alors transformation de phase au cours du refroidissement. C'est la situation rencontrée dans la plupart des opérations de mise en forme à chaud ( forgeage, laminage à

chaud...). La deuxième situation concerne un matériau stable à température ambiante mais métastable sous déformation ou lors d'une décroissance de température. C'est la situation qui s'observe lors de la mise en forme à froid de certains matériaux ou lors d'un traitement thermique de ces matériaux. Dans cette situation, des contraintes internes apparaissent, à cause des différences de propriétés thermiques ou mécaniques des phases en présence.

Lorsqu'une transformation de phase s'effectue sous contrainte, il se produit deux types de modification du comportement du métal : d'une part la contrainte agit sur la cinétique de transformation, et d'autre part apparaît une plasticité de transformation. Il s'agit d'une déformation plastique qui apparaît en cours de transformation, même pour des contraintes inférieures à la limite d'élasticité du métal [Gautier et al., 1988].

D'après la théorie des transitions de phase, la différence d'énergie libre entre les deux phases  $\gamma$  (austénite) et  $\alpha'$  (martensite) est le moteur principal de la transformation martensitique [Wen et al., 1995]. L'énergie de déformation emmagasinée  $E$  et l'énergie libre interfaciale (à l'inter-phase  $\gamma$ - $\alpha'$ ), sont les deux éléments de résistance à la transformation. L'énergie libre interfaciale est négligeable devant le travail associé à la transformation,  $\Delta W$ . De plus, l'état de contrainte local influence fortement sur le processus de transformation. La différence d'énergie libre  $\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha'}$  associée à la transformation martensitique peut s'évaluer par :

$$\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha'} = \Delta G_{ch}^{\gamma \rightarrow \alpha'} - \Delta W + \Delta E \quad (I.1)$$

où  $\Delta G_{ch}^{\gamma \rightarrow \alpha'}$  est la différence d'énergie libre entre les phases  $\gamma$  et  $\alpha'$ , associée à une fraction volumique de transformation  $\Delta X$ . La variation d'énergie de déformation s'obtient par :

$$\Delta E = \Delta \left( \int_v \sigma_{ij} \varepsilon_{ij} dv \right) \quad (I.2)$$

où  $\sigma_{ij}$  et  $\varepsilon_{ij}$  sont les tenseurs des contraintes et des déformations respectivement, et  $v$  le volume considéré.

Afin de minimiser l'énergie d'interaction entre la martensite formée et l'austénite encore présente, les domaines constitués de martensite ont généralement la forme de plaquettes aplaties dont le plan est appelé plan d'habitat ou plan d'accolement. Le travail associé à la transformation,  $\Delta W$ , résulte de l'augmentation volumique de l'austénite transformée en martensite. Ce travail s'obtient par :

$$\Delta W = (\sigma_n \varepsilon_0 + \tau \gamma_0) \Delta X \quad (I.3)$$

où  $\sigma_n$  et  $\tau$  sont la contrainte normale et la contrainte tangentielle au plan d'habitat respectivement,  $\varepsilon_0$  et  $\gamma_0$  étant l'allongement unitaire et la distorsion dans ce plan (figure I.1).

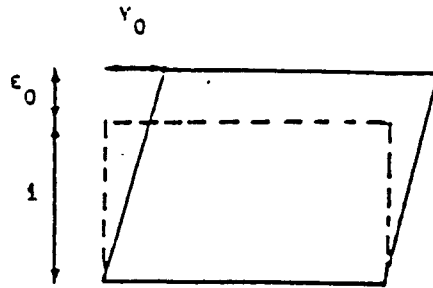


Figure I.1 Déformation liée à la transformation martensitique ( $\varepsilon_0$  : allongement unitaire dans le plan d'habitat ;  $\gamma_0$  : distorsion dans le plan d'habitat)

La séquence de transformation sur différents plans est une fonction de  $\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha'}$ . Les plans privilégiés de transformation martensitique sont ceux possédant la plus petite valeur de  $\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha'}$ .

Les caractéristiques de la transformation martensitique dépendent essentiellement de la composition chimique de l'austénite initiale, de la température et de l'énergie de faute d'empilement.

### I.1.1.1 Effet de la composition chimique

La composition chimique a un rôle important vis à vis de la stabilité structurale d'un acier. D'après Post [Post et al., 1947], la stabilité de l'austénite vis à vis de la transformation martensitique peut être caractérisée par un indice de stabilité,  $\Delta$ , qui est la fonction suivante des éléments d'addition :

$$\Delta = Ni + 0,5(Mn) + 35(C) - 0,0833(Cr + 1,5Mo - 20)^2 - 15 \quad (I.4)$$

Lorsque cet indice est positif, l'austénite est stable ; la quantité de martensite formée diminue avec l'augmentation de l'indice de stabilité. Dans cette expression, on observe l'effet remarquable du carbone, du nickel et du manganèse (éléments gammagènes) sur la stabilité de l'austénite.

Sur la figure I.2, la ligne pointillée définit la limite de stabilité de l'austénite ( $\Delta = 0$ ) dans un diagramme ternaire Fe-Cr-Ni pour des aciers à 0,1% carbone et 2% manganèse, et la position qu'y s'occupent les différentes familles d'aciers inoxydables austénitiques [Tyson, 1977]. Les compositions chimiques et les désignations AFNOR de ces aciers sont indiquées dans le tableau I.2.

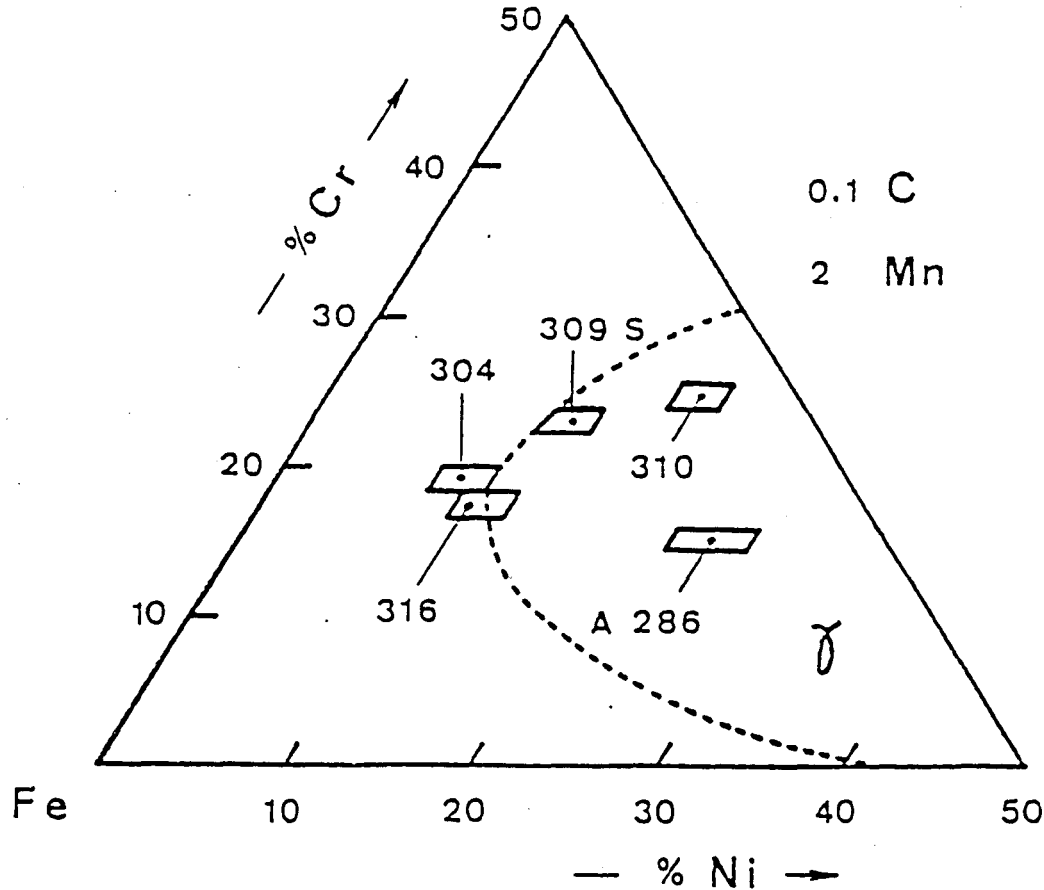


Figure I.2 Stabilité de l'austénite de différentes familles d'aciers inoxydables austénitiques [Tyson, 1977]

Norme AISI	Norme AFNOR	C (%)	Si (%)	Mn (%)	P (%)	S (%)	Cr (%)	Mo (%)	Ni (%)	Ti (%)	Autres (%)	Fe (%)
309S	Z15CN24-13	$\leq 0,08$	$\leq 1$	$\leq 2$	$\leq 0,045$	$\leq 0,03$	22-24	-	12-15	-	-	balance
304	Z6CN18-09	$\leq 0,08$	$\leq 1$	$\leq 2$	$\leq 0,045$	$\leq 0,03$	18-20	-	8-10,5	-	-	balance
316	Z6CND17-11	$\leq 0,08$	$\leq 1$	$\leq 2$	$\leq 0,045$	$\leq 0,03$	16-18	2-3	10-14	-	-	balance
310	Z12CNS25-20	$\leq 0,25$	$\leq 1,5$	$\leq 2$	$\leq 0,045$	$\leq 0,03$	22-24	-	19-22	-	-	balance
A-286	Z6NCTDV25-15B	$\leq 0,05$	$\leq 0,4$	1,4	0,03	0,015	15	1,3	26	2,15	V : 0,3 Al : 0,2 B : ,0004	balance

Tableau I.2 Compositions chimiques des familles d'aciers inoxydables austénitiques apparaissant sur la figure I.2 (en % pds)



### I.1.1.2 Effet de la température

La température a également un rôle important sur la stabilité de l'austénite. Différentes températures peuvent être définies, relativement à la stabilité de l'austénite vis à vis des transformations martensitiques. Ces températures sont définies dans le tableau I.3.

Ms	Température de transformation martensitique spontanée de l'austénite $\gamma$ en martensite $\alpha'$ .
Md	Température maximale à laquelle la transformation martensitique de $\gamma$ en $\alpha'$ peut être induite sous déformation juste avant striction lors d'un essai de traction monotone.
Es	Température de transformation spontanée de l'austénite $\gamma$ en martensite $\varepsilon$ .
Ed	Température maximale à laquelle la transformation martensitique de $\gamma$ en $\varepsilon$ peut être induite sous déformation juste avant striction lors d'un essai de traction monotone.

Tableau I.3 Définition des différentes températures caractéristiques de la transformation martensitique de l'austénite [Lecroisey et al., 1972]

La température Md peut être également définie en fonction du taux de martensite produit et du taux de déformation plastique correspondant. Ainsi Md<sub>30</sub> est la température à laquelle 50% de martensite apparaît sous une déformation plastique de 30%.

Une meilleure stabilité de l'austénite aux basses températures est obtenue par un abaissement des températures Ms et Es. La stabilité sous déformation plastique dépend des températures Md et Ed et peut être améliorée par un abaissement de ces températures.

Lecroisey [Lecroisey, 1972] a étudié les différentes températures de transformation martensitique de trois types d'aciers inoxydables austénitiques à 0,3%C : Fe-30Ni (type 1), Fe-20Ni-7% Cr (type 2), et Fe-16% Cr-13Ni (type 3). La température Ms a été obtenue par trois méthodes différentes : dilatométrie différentielle, mesure magnétique, microscopie optique. Ces trois méthodes ont donné des résultats comparables. La température Md a été obtenue par mesure

magnétique et par microscopie optique. Les températures  $E_s$  et  $E_d$  ont été obtenues par métallographie optique et par microscopie électronique en transmission respectivement. Les résultats sont présentés dans le tableau I.4.

N° d'acier	Type de l'acier	Cr	Ni	C	Fe	Ta, °C	Ms, °C	Md, °C
1	1	0	30,8	0,02	bal.	900	-25	5
2	1	0	30,8	0,14	bal.	900	-45	0
3	1	0	25	-	bal.	900	110	-
4	2	6,7	20	0,004	bal.	1000	<-196	>25
5	2	6,9	19,6	0,006	bal.	1000	-25	>60
6	2	7,2	18	0,15	bal.	1000	<-90	-5
7	2	4,5	17,3	0,25	bal.	1045	-90	50
<b>8</b>	<b>3</b>	<b>15,9</b>	<b>12,5</b>	<b>0,01</b>	<b>bal.</b>	<b>1100</b>	<b>-95</b>	<b>80</b>
9	3	15,5	12,5	0,01	bal.	1100	-20	150
10	3	15,6	11	0,003	bal.	1100	-10	150
11	3	15,7	11,2	0,10	bal.	1100	<-269	60
12	3	17,8	12	0,008	bal.	1100	-65	50

Tableau I.4 Composition des alliages (en % pds), Ta (températures d'austénisation), Ms et Md [Lecroisey, 1972]

La transformation martensitique de l'austénite  $\gamma$  en martensite  $\varepsilon$  n'a pas été observée dans les aciers de types 1 et 2. La température  $E_s$  pour l'acier de type 3 est quasiment la même que la température Ms. La température  $E_d$  de l'acier type 8 vaut -10°C avec une précision de  $\pm 20^\circ\text{C}$ .

Ces résultats montrent qu'il existe un fort effet de la composition chimique sur les températures de transformation martensitique. Une comparaison des aciers 1 et 2 d'une part, 8 et 9 d'autre part indique les effets favorables du C et du Cr sur la diminution des températures Ms et Md.

Pour les températures Ms et Md<sub>30</sub>, les relations ci-dessous ont été proposées par Pickering [Pickering, 1978] :

$$Ms (\text{°C}) = 497 - 810(\text{C}) - 1230(\text{N}) - 13(\text{Mn}) - 30(\text{Ni}) - 12(\text{Cr}) - 54(\text{Cu}) - 46(\text{Mo}) \quad (\text{I.5})$$

$$Md_{30} (\text{°C}) = 502 - 462(\text{C} + \text{N}) - 9,2(\text{Si}) - 8,1(\text{Mn}) - 13,7(\text{Cr}) - 20(\text{Ni}) - 18,5(\text{Mo}) \quad (\text{I.6})$$

Ces relations mettent clairement en évidence l'effet des différents éléments d'addition. La comparaison des températures  $M_s$  obtenues par Pickering [Pickering, 1978] avec celles obtenues par Lecroisey [Lecroisey et al., 1972] pour les aciers du type 3, indique une différence de  $\pm 20^\circ\text{C}$ . Cela signifie qu'il n'existe pas de modèle très précis pour définir les températures de transformation martensitique.

La température  $M_s$  varie également en fonction de la contrainte appliquée. Les résultats de Patel [Patel et al. 1953] indiquent une augmentation de cette température aussi bien sous contraintes de traction que sous contraintes de compression. Cette augmentation est le plus souvent donnée comme linéaire avec la contrainte appliquée, et une contrainte de compression a un effet plus faible qu'une contrainte de traction. En revanche,  $M_s$  diminue avec une augmentation de pression hydrostatique. La figure I.3 présente cette variation de la température  $M_s$  en fonction du chargement appliqué (contrainte de traction, contrainte de compression, pression hydrostatique) pour quelques aciers Fe-Ni-C.

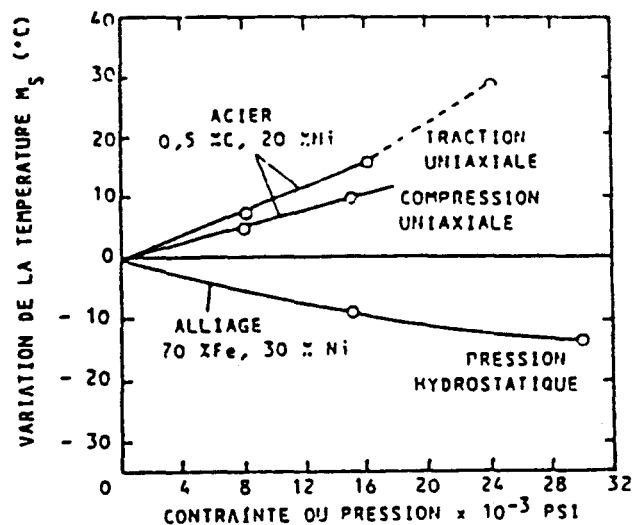


Figure I.3 Variation de la température  $M_s$  en fonction d'une contrainte de traction, d'une contrainte de compression et d'une pression hydrostatique [Patel et al., 1953]

Un écrouissage préalable, à une température  $T$  supérieure à  $M_d$ , peut modifier la température  $M_s$ . Cet écrouissage ne provoque pas en lui-même de transformation martensitique, mais a néanmoins un effet surprenant sur  $M_s$ . Un faible écrouissage relève le point  $M_s$  (donc déstabilise l'austénite) tandis qu'un fort écrouissage abaisse le point  $M_s$  et donc stabilise l'austénite [Blanc, 1990].

Pour les aciers Fe-Ni-C, la variation de la contrainte critique pour provoquer la transformation martensitique, en fonction de la température, a été étudiée par Simon [Simon et al., 1994]. Les résultats obtenus sont schématisés sur la figure I.4.

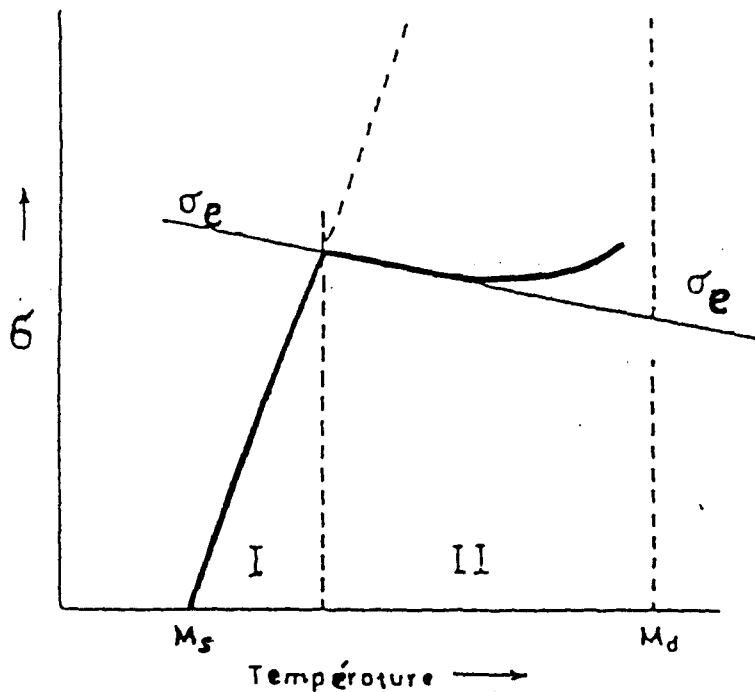


Figure I.4 Représentation schématique des variations de la contrainte nécessaire pour provoquer la transformation martensitique en fonction de la température d'essai

En deçà de  $M_s$ , la transformation martensitique est susceptible de se produire, même sans sollicitation mécanique. Au delà de  $M_s$ , dans le domaine I, la contrainte nécessaire pour induire la transformation est inférieure à la limite d'élasticité  $\sigma_e$  de la phase mère (austénite), et croît linéairement avec la température. Dans le domaine II, la transformation martensitique est précédée d'une déformation plastique de la phase mère. La contrainte critique de transformation est donc d'abord très proche de la limite d'élasticité de l'austénite, puis la dépasse et s'en éloigne de plus en plus quand la température augmente. Ainsi la déformation plastique préalable de la phase mère est nécessaire pour amorcer la transformation de phase. Au delà de  $M_d$ , aucune transformation de phase n'a lieu, quelque soit le niveau de contrainte appliqué.

### I.1.1.3 Effet de l'énergie de faute d'empilement

L'énergie de faute d'empilement représente l'augmentation d'énergie de configuration des atomes dans un défaut d'empilement du cristal.

Selon plusieurs auteurs [Lecroisey, 1972 ; Olson et al., 1975 ; Bricout, 1984], l'énergie de faute d'empilement (EFE) est un facteur essentiel de l'existence d'une transformation martensitique de l'austénite induite par déformation. Cette énergie contrôle non seulement l'arrangement des dislocations et les mécanismes de déformation de l'austénite, mais également la probabilité de formation de fautes d'empilement. Ces fautes d'empilement peuvent être considérées comme un arrangement hexagonal compact très localisé ; et une superposition de ces fautes d'empilement peut alors être vue comme de la martensite de type  $\varepsilon$ .

Rappelons qu'une faute d'empilement correspond à une perturbation dans l'empilement des plans atomiques. Dans le cas des métaux CFC, où l'empilement des plans atomiques suit la séquence  $PQR\overline{P}QR\dots$ , une faute d'empilement donne comme nouvelle séquence  $PQR\overline{P}\overline{Q}\overline{P}QR\dots$ , c'est à dire qu'il y a apparition très locale (à l'échelle de quelques distances interatomiques), d'un arrangement hexagonal compact (HC) de type martensite  $\varepsilon$ . Les figures I.5 et I.6 présentent les empilements compact et fauté d'un cristal CFC, respectivement.

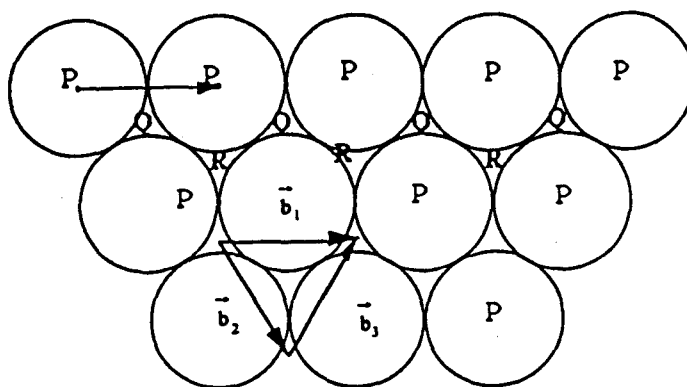


Figure I.5 Empilement compact de plans atomiques dans une structure CFC  
[Pineau et al., 1991]

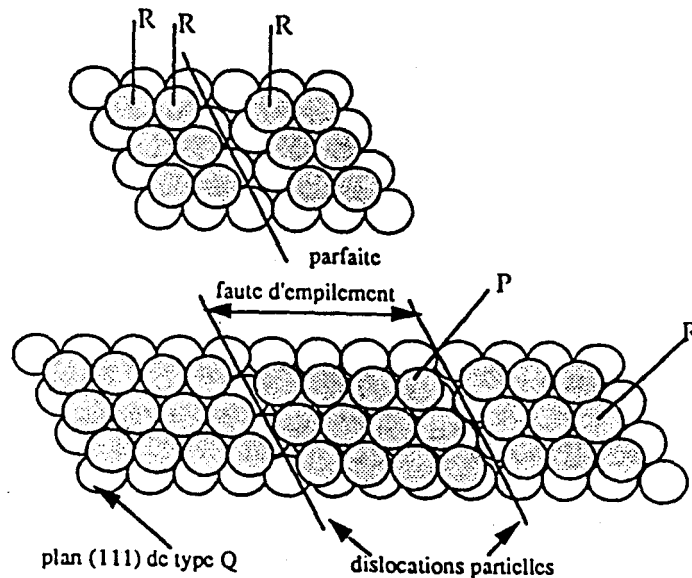


Figure I.6 Empilement fauté de plans atomiques dans une structure CFC  
[Pineau et al., 1991]

En ce qui concerne les dislocations dans une structure CFC, les dislocations de vecteur de Burgers  $\vec{b}_1$  ( $a/2\langle 110 \rangle$ ) sont parfaites (pour les dislocations parfaites, les vecteurs de Burgers sont des multiples des vecteurs du réseau). Ces vecteurs de Burgers constituent les côtés d'un tétraèdre régulier ABCD, dit de Thomson (Figure I.7a) [Pineau et al., 1991]. Sur la figure I.7b, ce tétraèdre a été ouvert et des dislocations de Shockley (type  $A\gamma$ , ...) y ont été ajoutées. Une dislocation de vecteur de Burgers tel que  $A\gamma$ , dite dislocation de Shockley, amène les atomes Q en position R (cf. figure I.6). Elle transforme l'empilement en PQRPRPQR et introduit donc deux fautes d'empilement. Les dislocations parfaites peuvent se dissocier dans les plans de glissement  $\{111\}$  en deux dislocations partielles de Schockley  $a/6\langle 112 \rangle$ , et ce d'autant plus facilement que l'énergie de faute d'empilement est faible (par exemple, la dislocation parfaite  $\vec{AB}$  peut se décomposer en deux dislocations imparfaites  $\vec{A\delta} + \vec{\delta B}$  soit,  $1/2[\bar{1}10] = 1/6[\bar{1}2\bar{1}] + 1/6[\bar{2}11]$ ) : le glissement dévié devient alors plus difficile et les dislocations tendent à rester dans leur plan de glissement, créant des arrangements planaires lorsque la déformation augmente. En effet, une faible énergie de faute d'empilement conduit à la formation de fautes étendues dans des plans  $\{111\}$  ; ces fautes correspondent à une modification de l'empilement des plans atomiques denses qui, à l'échelle de quelques distances interatomiques, adoptent une séquence du type POPO... caractéristique de la structure hexagonale compacte.

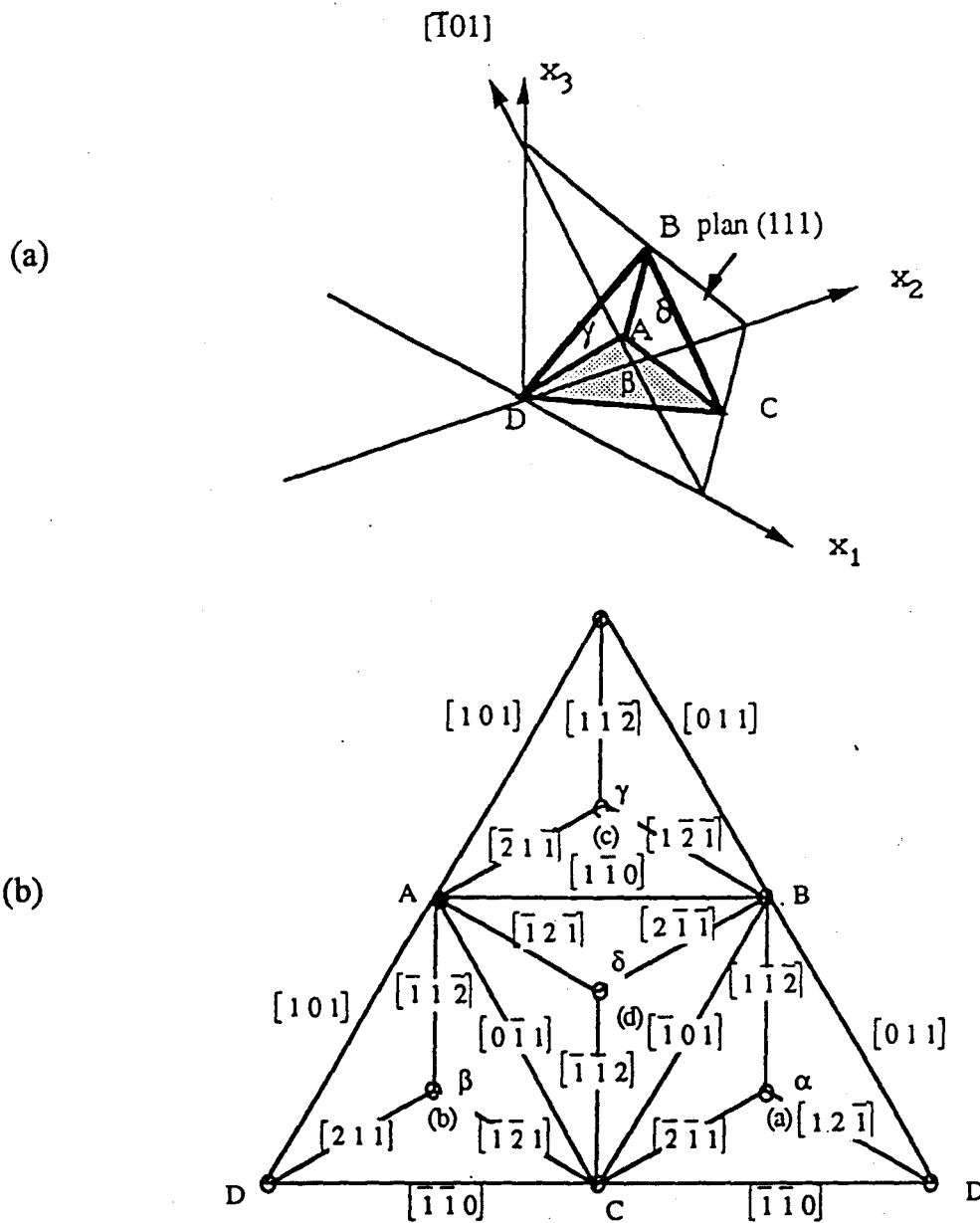


Figure I.7 Tétrahèdre de Thomson (a) et sa vue après ouverture (b). La face a est le plan  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  ; la face b, le plan  $(1\bar{1}\bar{1})$  ; la face c, le plan  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  et la face d, le plan  $(111)$   
 [Pineau et al., 1991]

L'énergie de faute d'empilement dépend à la fois de la composition chimique du matériau et de la température. Pour les aciers du type 3 (cf. tableau I.4), l'EFE évolue quasi-linéairement avec la température, entre  $-200^{\circ}\text{C}$  et  $+100^{\circ}\text{C}$  ; Lecroisey [Lecroisey et al., 1972] propose la relation suivante :

$$(EFE)_T = (EFE)_{T_0} + A(T - T_0) \tag{I.7}$$

où  $(EFE)_T$  et  $(EFE)_{T_0}$  sont les EFE aux températures  $T$  et  $T_0$ , respectivement, la température  $T_0$  étant une température de référence, qui est en général la température ambiante, et  $A$  étant un coefficient fonction de la composition chimique du matériau. Les résultats de Lecroisey [Lecroisey et al., 1972] donnent la valeur de l'EFE de  $30 \text{ erg/cm}^2$  pour un acier du type 3 (18-12), la variation de cette énergie avec la température étant  $0,05 \text{ erg/cm}^2/^\circ\text{C}$ .

En raison des diverses interactions possibles entre les éléments d'addition d'un alliage, il est très difficile de prévoir des valeurs d'énergie de faute d'empilement. Plusieurs relations entre l'EFE d'un acier et les éléments d'addition ont été proposées par différents auteurs. Par exemple, Schramm [Schramm et al., 1975] a mesuré l'EFE de différents aciers Fe-Cr-Ni, Fe-Cr-Ni-Mn, Fe-Mn-Ni par diffraction des rayons X. Pour des aciers Fe-Cr-Ni de composition chimique  $0.003 < N < 0.006$ ,  $10 < Cr < 30$ ,  $10 < Ni < 20$ ,  $C < 0.036$  ; il a établi l'expression suivante :

$$EFE = 4 + 18 (\%Ni) - 0.2 (\%Cr) + 410 (\%C) \quad (I.8)$$

On y observe l'effet important du carbone, qui accroît l'EFE. Cet élément est en effet réputé favoriser un arrangement cellulaire de dislocations d'écrouissage [Schramm et al., 1975].

Schramm a également étudié l'effet de l'azote interstitiel sur l'EFE d'aciers Fe-Cr-Ni alliés à l'azote, de composition chimique  $N < 0.12$ ,  $10 < Cr < 20$ ,  $10 < Ni < 20$ ,  $0.01 < C < 0.15$  ; il a proposé l'expression :

$$EFE = 34 + 1.4 (\%Ni) - 1.1 (\%Cr) - 77 (\%N) \quad (I.9)$$

Au contraire du carbone, l'azote interstitiel diminue l'EFE. Cet élément favorise en effet l'arrangement plan des dislocations d'écrouissage [Degallaix S., 1986].

En résumé, on peut dire que l'énergie de faute d'empilement dépend à la fois de la composition chimique du matériau et de la température. Cette énergie évolue quasi-linéairement avec la température, mais la prévision des valeurs d'énergie de faute d'empilement avec la teneur en éléments d'addition est complexe en raison des diverses interactions possibles. Il conviendrait de disposer, pour chaque composition chimique, d'une expression de l'EFE, tenant compte de chaque élément d'addition et de leurs interactions. En général, carbone et nickel augmentent l'EFE, tandis que les autres éléments tels que Cr, Si, Mn, N, la diminuent.



## I.1.2 Plasticité induite par transformation martensitique

Deux mécanismes ont été essentiellement proposés pour expliquer la plasticité de transformation et ses origines. Ils sont exposés ci-dessous.

### I.1.2.1 Première approche de la plasticité de transformation

La première approche, proposée par De Jong [De Jong et al., 1961], est basée sur le fait que la transformation martensitique  $\gamma \rightarrow \alpha'$  s'accompagne d'une variation de volume. La différence de volume entre la phase mère et la phase produite crée des contraintes internes dans le matériau. La plasticité de transformation serait alors due à l'accommodation de ces contraintes internes. La contrainte externe va orienter l'écoulement suivant son sens d'application. La déformation du métal résulte alors de la superposition des champs de contrainte, interne et appliqué. Un schéma de ce mécanisme est donné en Figure I.8.

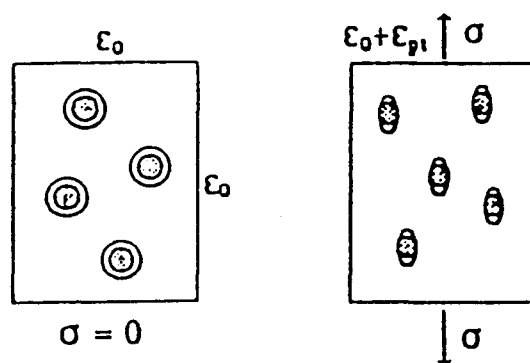


Figure I.8 Schéma expliquant l'accommodation anisotrope de la déformation de transformation au cours de la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha'$  [De Jong et al., 1961]

A partir de cette idée, différents modèles ont été proposés :

- le modèle "mécanique macroscopique" proposé par Greenwood - Johnson [Greenwood et al. 1965]
- le modèle "macroscopique" ou "Greenwood - Johnson modifié" proposé par Abrassart [Abrassart, 1972]
- le modèle "microscopique" proposé par Kot et Weiss [Kot et al., 1970]
- le modèle "microscopique" similaire au précédent mais tenant compte du fluage des phases, proposé par Poirier [Poirier, 1982].

Certains de ces modèles seront développés brièvement ci-dessous.

Le modèle "mécanique macroscopique" de Greenwood [Greenwood et al. 1965] considère une déformation supplémentaire ( $\varepsilon_{Pt}$ ) du matériau en cours de transformation, affectant la phase la plus déformable. Ce modèle conduit à la relation (I.10) définissant la déformation supplémentaire associée à une transformation complète ( $\gamma \rightarrow \alpha'$  ou  $\alpha' \rightarrow \gamma$ ). Cette déformation est calculée sur la base du critère de plasticité de Von Mises, la matrice (phase  $\gamma$ ) étant supposée rigide parfaitement plastique :

$$\varepsilon_{Pt} = 5/6 \frac{\sigma}{\sigma_e} \frac{\Delta V}{V} \quad (\text{I.10})$$

où  $\sigma$  est la contrainte appliquée,  $\sigma_e$  est la limite d'élasticité de la phase qui se déforme (phase  $\gamma$ ) et  $\Delta V / V$  est la variation de volume lors de la transformation.

Le modèle de Greenwood est valable pour les faibles contraintes appliquées. Kot et Weiss [Kot et al., 1970] observent une bonne concordance entre le calcul et l'expérience pour la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha'$  des alliages Fe-15Ni et Fe-33Ni. En revanche, pour la transformation inverse  $\alpha' \rightarrow \gamma$ , ils constatent des facteurs 2 et 8 entre modèle et expérience pour les aciers respectivement (les valeurs expérimentales sont plus faibles).

Abrassart [Abrassart, 1972] a modifié le modèle de Greenwood afin de pouvoir corrélérer la plasticité de transformation à la contrainte et au taux de transformation  $\varepsilon_{Pt(X)}$ . Il a obtenu la relation suivante :

$$\varepsilon_{Pt(X)} = \frac{3}{4} \frac{\sigma}{\sigma_e} \frac{\Delta V}{V} \left( X - \frac{2}{3} X^{3/2} \right) \quad (\text{I.11})$$

où X est le taux (exprimé en vraie grandeur) de phase transformée.

Pour une transformation complète ( $X = 1$ ), la plasticité de transformation obtenue par le modèle d'Abrassart est trois fois plus faibles que celle obtenue par le modèle de Greenwood ( $\varepsilon_{Pt} = 1/4 \frac{\sigma}{\sigma_e} \frac{\Delta V}{V}$ ).

### I.1.2.2 Deuxième approche de la plasticité de transformation

La deuxième approche, proposée par Magee [Magee, 1966], considère que la contrainte appliquée provoque une orientation préférentielle des aiguilles de

martensite, qui est à l'origine de la plasticité de transformation. Plus la contrainte augmente, plus il y aura de plaquettes orientées dans la direction de la déformation maximale. Cet effet est dû au cisaillement qui se produit durant la transformation de phase. Un schéma de ce mécanisme est donné Figure I.9 [Magee, 1966].

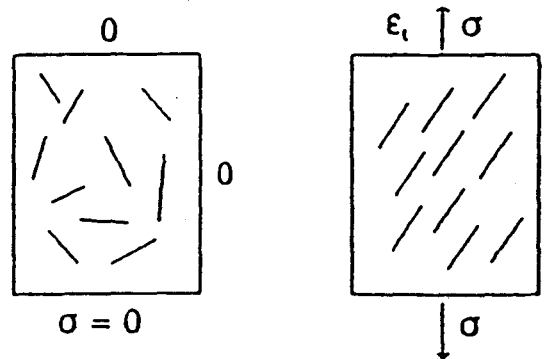


Figure I.9 Schéma expliquant la plasticité de transformation induite par l'orientation préférentielle des aiguilles de martensite [Magee, 1966]

Pour quantifier la plasticité de transformation par ce mécanisme, un modèle, basé sur la déformation due à la formation d'une plaquette de martensite, a été développé par Magee [Magee, 1966]. La déformation due à une plaquette de martensite peut être supposée résulter d'un cisaillement et d'une dilatation (figure I.10).

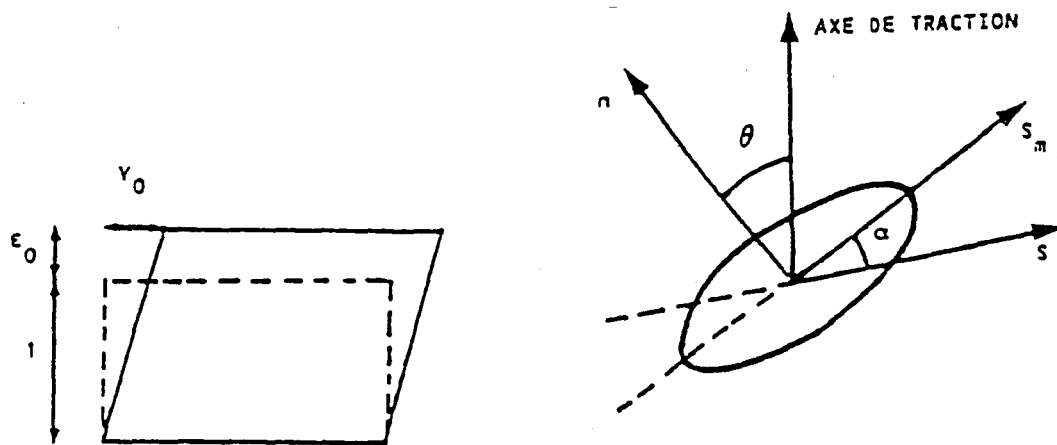


Figure I.10 Déformation liée à la transformation martensitique selon le modèle de Magee [Magee, 1966] avec [ $\epsilon_0$ , dilatation normale au plan d'habitat ;  $\gamma_0$ , cisaillement parallèle au plan d'habitat ;  $n$ , normale au plan d'habitat ;  $s_m$ , direction de cisaillement maximum ;  $s$ , direction de cisaillement]

Ce modèle s'exprime par l'équation suivante :

$$\varepsilon_p = \frac{\int_{\theta} \varepsilon(\theta) f_t^{\sigma}(\theta) d\theta}{\int_{\theta} f_t^{\sigma}(\theta) d\theta} \quad \text{où } \varepsilon(\theta) = \frac{1}{2} (\gamma_0 \sin 2\theta + \frac{1}{2} \varepsilon_0 (1 + \cos 2\theta)) \quad (\text{I.12})$$

Dans ce modèle,  $\varepsilon(\theta)$  n'est plus une plasticité supplémentaire mais la déformation associée à la transformation dans la direction de contrainte appliquée, qui dépend de l'orientation de la plaquette de martensite par rapport à la direction de la contrainte appliquée et  $f_t^{\sigma}(\theta)$  est la fraction volumique transformée sous la contrainte  $\sigma$ , en fonction de l'orientation ( $\theta$ ) de la plaquette de martensite.

Magee a vérifié son modèle sur un acier Fe-Ni. La plasticité de transformation  $\varepsilon_p$  mesurée et celle calculée sont en bon accord ( $\varepsilon_{P(\text{mesuré})} = 9\%$  ;  $\varepsilon_{P(\text{calculé})} = 8,5 \pm 1,5\%$ ).

### I.1.2.3 Etudes récentes sur la plasticité de transformation

Gautier [Gautier et al., 1989] a étudié la plasticité de transformation martensitique pour des alliages Fe-20Ni-0,5C ( $M_s = -7^{\circ}\text{C}$ ) en faisant deux types d'essais : des essais de fluage anisotherme (essais dits "statiques") : l'échantillon est refroidi sous contrainte constante depuis la température ambiante jusqu'à une température inférieure à la température  $M_s$ , et des essais de traction isotherme (essais dits "dynamiques") : l'échantillon est déformé en traction monotone à une température constante comprise entre  $M_s$  et  $M_d$ . Ses principales conclusions sont les suivants :

- sous essais "statiques", l'orientation des aiguilles de martensite sous la contrainte appliquée se produit au début de la transformation, et se poursuit jusqu'à ce que la contrainte atteigne la limite d'élasticité de l'austénite. Dans ces conditions, l'accommodation anisotrope de la déformation de transformation se produit également, mais son effet doit être faible ( $\cong 1$  à 2%).

- sous essais "dynamiques", l'orientation des aiguilles de martensite sous la contrainte appliquée se produit dans le domaine essentiellement plastique de déformation du matériau. Dans ces essais, on a observé des déformations importantes induites par plasticité de transformation. Ces déformations sont proportionnelles au taux de martensite formée (pour ces essais,  $d\varepsilon_{pt} / dX$  atteint une

valeur comprise entre 0,4 et 0,6,  $d\varepsilon_{pt}$  étant l'incrément de plasticité de transformation et  $dX$  l'incrément du taux de martensite formée)

D'après Simon [Simon et al., 1994], les deux mécanismes (déformation de cisaillement et variation de volume) sont actifs dans le cas des alliages ferreux, car ces alliages mettent en jeu à la fois une déformation de cisaillement macroscopique importante ( $\cong 0,2$ ) et une variation volumique ( $\cong 0,03$ ).

Les études de Gautier [Gautier et al., 1989] et Zhang [Zhang et al., 1989] indiquent une modification du plan d'accrolement de la plaquette de martensite due à la contrainte appliquée. A partir de leurs résultats, on peut dire que le plan d'accrolement de la martensite change avec les conditions imposées (contrainte appliquée et température d'essai). Ce changement du plan d'accrolement a été observé notamment lorsque la martensite est formée durant un essai de traction [Gautier et al., 1989]. Cela peut être associé à l'activation de nouveaux plans de glissement de l'austénite sous sollicitation thermomécanique [Simon et al., 1994].

#### I.1.2.4 Conclusion partielle

Il est certain que les deux mécanismes (déformation de cisaillement et variation de volume) doivent expliquer la plasticité induite par transformation martensitique.

Le modèle de Greenwood [Greenwood et al. 1965] présente les évolutions de la plasticité de transformation avec la contrainte appliquée et la limite d'élasticité du matériau. Cependant, il ne donne aucune information quant à la loi  $\varepsilon_{pt} = f(X)$  où  $X$  est le taux de phase formée.

Le modèle d'Abrassart, qui propose une telle loi, n'a actuellement pas été vérifié dans le cas où une transformation sans cisaillement intervient.

Le modèle de Magee est plutôt représentatif des transformations présentant une variation de volume négligeable ; il est insuffisant pour expliquer la plasticité de transformation des alliages présentant une variation de volume importante.

Actuellement, il n'existe pas de modélisation fondamentale et universelle du comportement thermomécanique d'un matériau subissant une transformation martensitique [Simon et al., 1994].

## I.1.3 Aspects structural et cinétique des transformations martensitiques

### I.1.3.1 Ordre d'apparition des phases

La martensite  $\alpha'$  peut être produite par deux mécanismes. Suivant la valeur de l'EFE de l'acier, on peut en effet rencontrer les deux situations suivantes :

- une forte énergie de faute d'empilement conduit à la formation de martensite  $\alpha'$  par le mécanisme  $\gamma \rightarrow \alpha'$ ,
- une faible énergie de faute d'empilement conduit à la formation de martensite  $\alpha'$  par les mécanismes  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ .

La transformation martensitique des trois types d'aciers inoxydables austénitiques cités dans le Tableau I.3 a été étudiée par Lecroisey [Lecroisey, 1972]. La phase intermédiaire  $\varepsilon$  a été observée uniquement dans les aciers de type 3, tandis que pour les aciers de types 1 et 2, une transformation directe de la phase  $\gamma$  en phase  $\alpha'$ , ainsi que des mâcles, ont été observées. Ces résultats sont représentés sur la figure I.11 dans un diagramme déformation-température, pour un acier inoxydable austénitique 15,9%Cr-12,5%Ni. Ce diagramme met en évidence l'effet important de la température sur la production de phase intermédiaire  $\varepsilon$ , que l'on peut partiellement associer à l'effet de l'énergie de faute d'empilement.

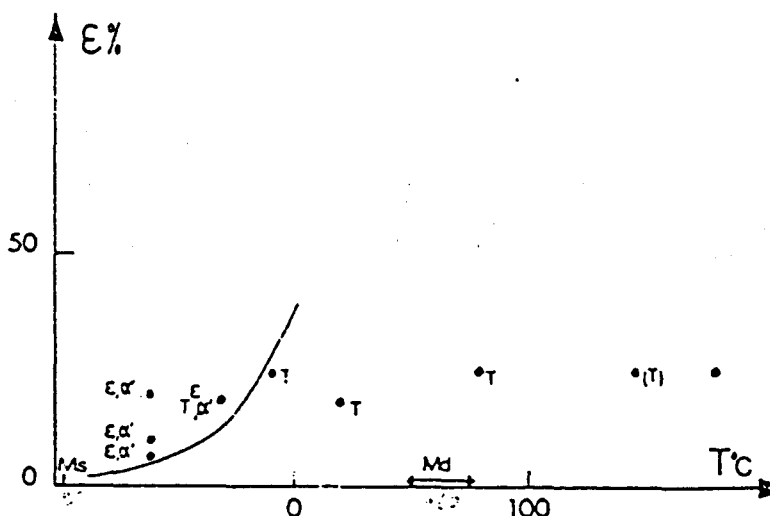


Figure I.11 Domaine d'apparition des phases  $\varepsilon$  et  $\alpha'$  et des mâcles (T) dans un diagramme déformation-température, pour un acier inoxydable austénitique 15,9%Cr-12,5%Ni ; la courbe correspond à la formation d'environ 1% de martensite  $\alpha'$  [Lecroisey, 1972]

Le mécanisme de transformation martensitique  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$  a été observé tant en traction monotone qu'en fatigue plastique oligocyclique.

En traction monotone à  $-196^\circ\text{C}$ , Mangonon [Mangonon et al., 1970] et Seetharaman [Seetharaman et al., 1981] ont montré que, pour les aciers inoxydables austénitiques de type 18-09 et 18-12, la phase hexagonale  $\varepsilon$  apparaît dès le début de la transformation martensitique, et la fraction volumique de cette phase varie en fonction de la déformation appliquée (figure I.12a) ; elle passe par un maximum, puis diminue vers zéro. Parallèlement, la fraction volumique de phase  $\alpha'$  augmente continûment avec la déformation, selon une loi sigmoïdale. Le développement de cette phase  $\alpha'$  s'effectue au détriment de la phase hexagonale  $\varepsilon$ , à partir d'un certain niveau d'érouissage. Les mêmes résultats ont été observés par Rousseau [Rousseau et al., 1970] et Sadough [Sadough, 1985] en traction monotone à  $-196^\circ\text{C}$  d'un acier type 18-09.

Sous fatigue plastique oligocyclique à  $-196^\circ\text{C}$  d'un acier type 18-09, Sadough montre une évolution très voisine des phases  $\varepsilon$  et  $\alpha'$  au cours de la durée de vie (figure I.12b).

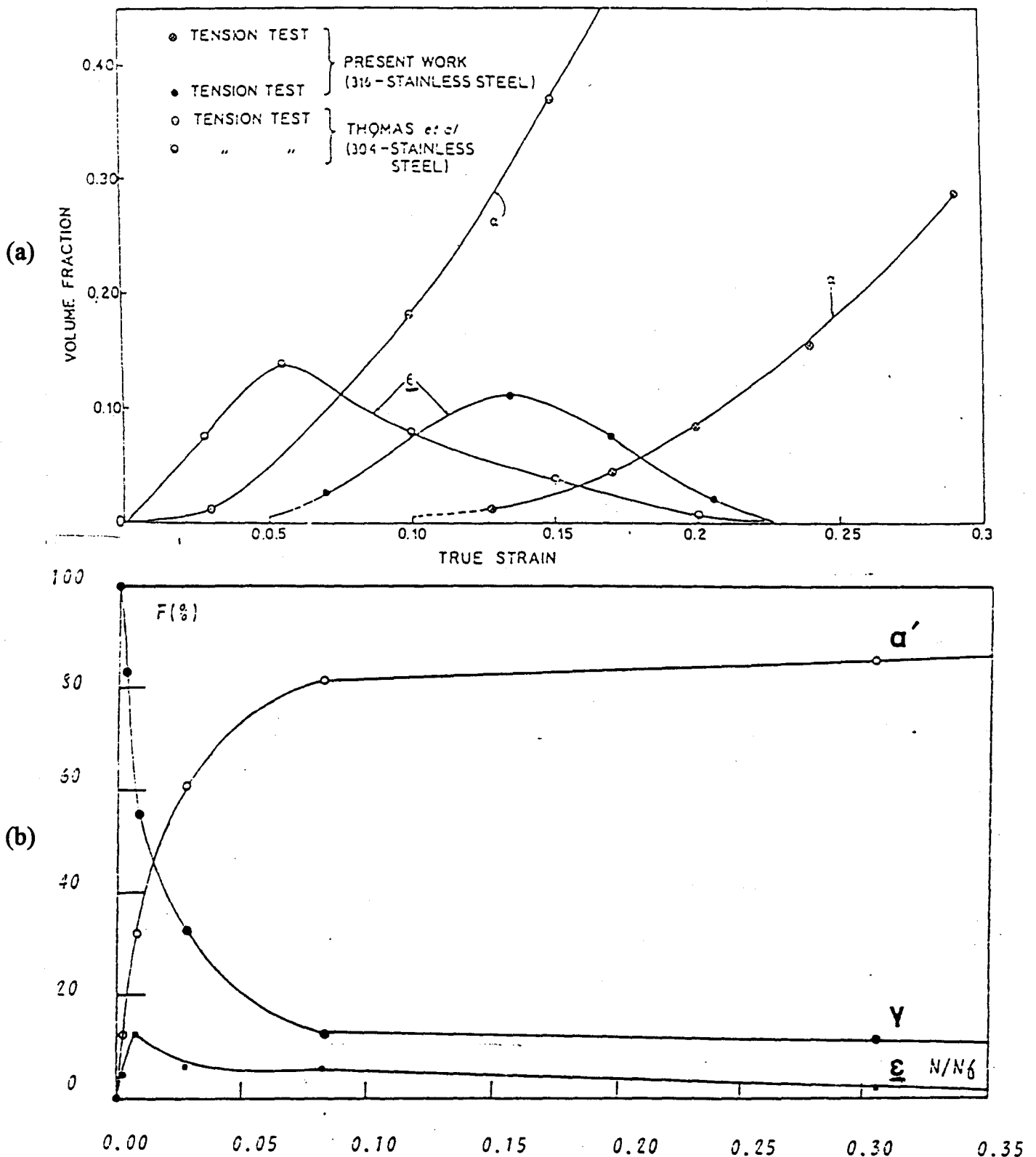


Figure I.12 Fractions volumiques de martensites  $\epsilon$  et  $\alpha'$  (a) pour deux aciers type AISI 304 [Manganon et al., 1970] et 316 [Seetharaman et al., 1981] en traction monotone à  $-196^{\circ}\text{C}$  (b) pour un acier type AISI 304 [Sadough, 1985] en fatigue à  $-196^{\circ}\text{C}$  et  $\Delta\epsilon_t = 2\%$ .



La transformation martensitique  $\gamma \rightarrow \alpha'$  conduit à des relations d'orientation du type KURDJUMON-SACHS :  $(101)_{\alpha'} // (111)_{\gamma}$ ,  $[1\bar{1}\bar{1}]_{\alpha'} // [\bar{1}\bar{1}0]_{\gamma}$ . Cette transformation s'accompagne d'une dilatation volumique du réseau de l'ordre de 2,4% [Najafizadeh, 1981].

La germination de la martensite  $\alpha'$  peut apparaître à l'intersection de bandes de martensite  $\varepsilon$  d'orientations différentes [Lecroisey et al., 1972]. La figure I.13 schématise deux bandes de martensite  $\varepsilon$  et la latte de martensite  $\alpha'$  formée à leur intersection.

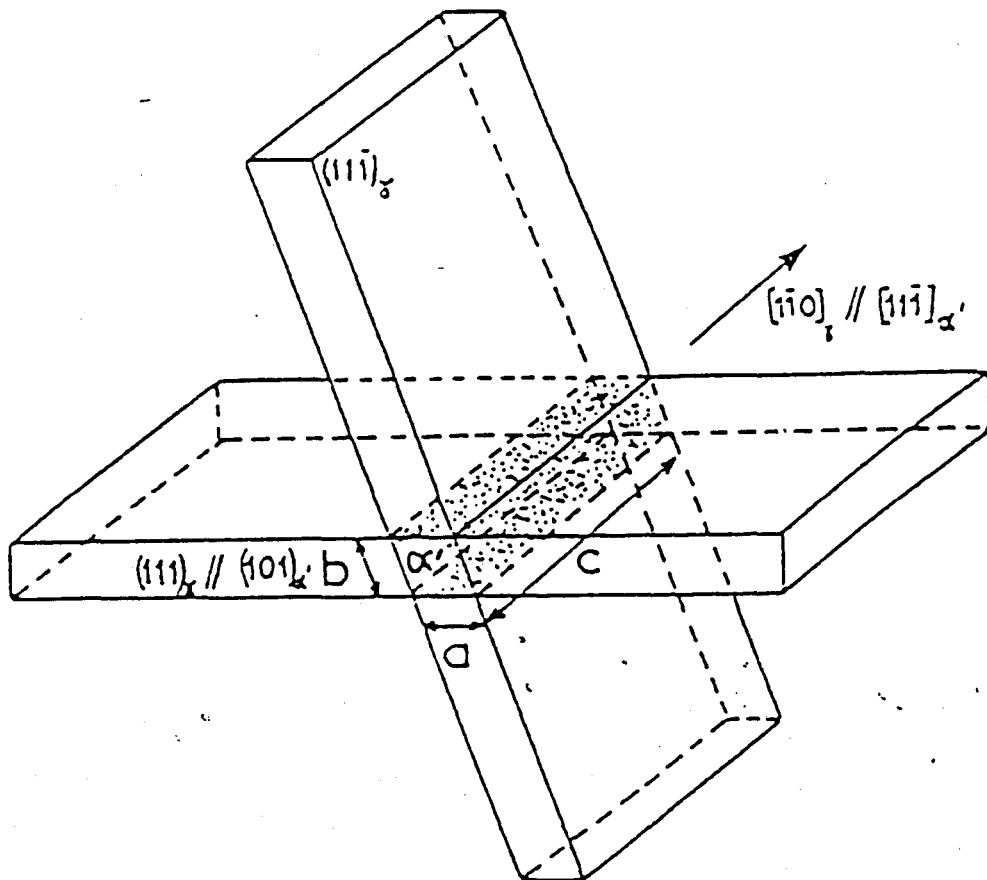


Figure I.13 Schéma d'une latte de martensite  $\alpha'$  formée à l'intersection de bandes de martensite  $\varepsilon$  [Lecroisey et al., 1972]

La dimension des lattes de martensite  $\alpha'$  est fonction de la température de transformation. Plus celle-ci est basse (proche de  $M_s$ ), plus les lattes sont volumineuses [Lecroisey, 1972]. Leurs dimensions peuvent varier de  $a \cong b \cong 10\text{nm}$  à  $b \cong 5\ \mu\text{m} > a$ .

### I.1.3.2 Observations microscopiques des phases

Comme nous l'avons vu dans le paragraphe précédent (I.1.3.1), la transformation martensitique d'aciers ayant une faible énergie de faute d'empilement passe par une phase martensitique intermédiaire de type  $\varepsilon$ . Les photos obtenues par microscopie électronique en transmission (MET), présentées en figure I.14, permettent d'expliquer les mécanismes de déformation monotone d'un acier inoxydable austénitique à basse énergie de faute d'empilement [Thomas et al., 1990]. Le début de la déformation plastique est caractérisé par l'apparition de nombreuses fautes d'empilement induites par le glissement de dislocations de Shockley  $1/2\langle 112 \rangle$  sur les plans  $\{111\}$  de l'austénite (photo I.14a). Lorsqu'on augmente le taux de déformation, ces défauts se rassemblent en bandes de glissement (photo I.14b). Pour un taux de déformation plus élevé, on observe l'apparition des premières lattes de martensite  $\alpha'$  qui se forment préférentiellement à l'intérieur des plaquettes de martensite  $\varepsilon$  (photo I.14c). Par la suite, on observe l'effet autocatalytique de la formation de martensite, c'est à dire la capacité de la martensite à accélérer elle-même la formation de martensite  $\alpha'$  supplémentaire [Fukushima, 1975] (photo I.14d). Malheureusement, les taux de déformation correspondant aux différentes configurations ne sont pas précisés par l'auteur.

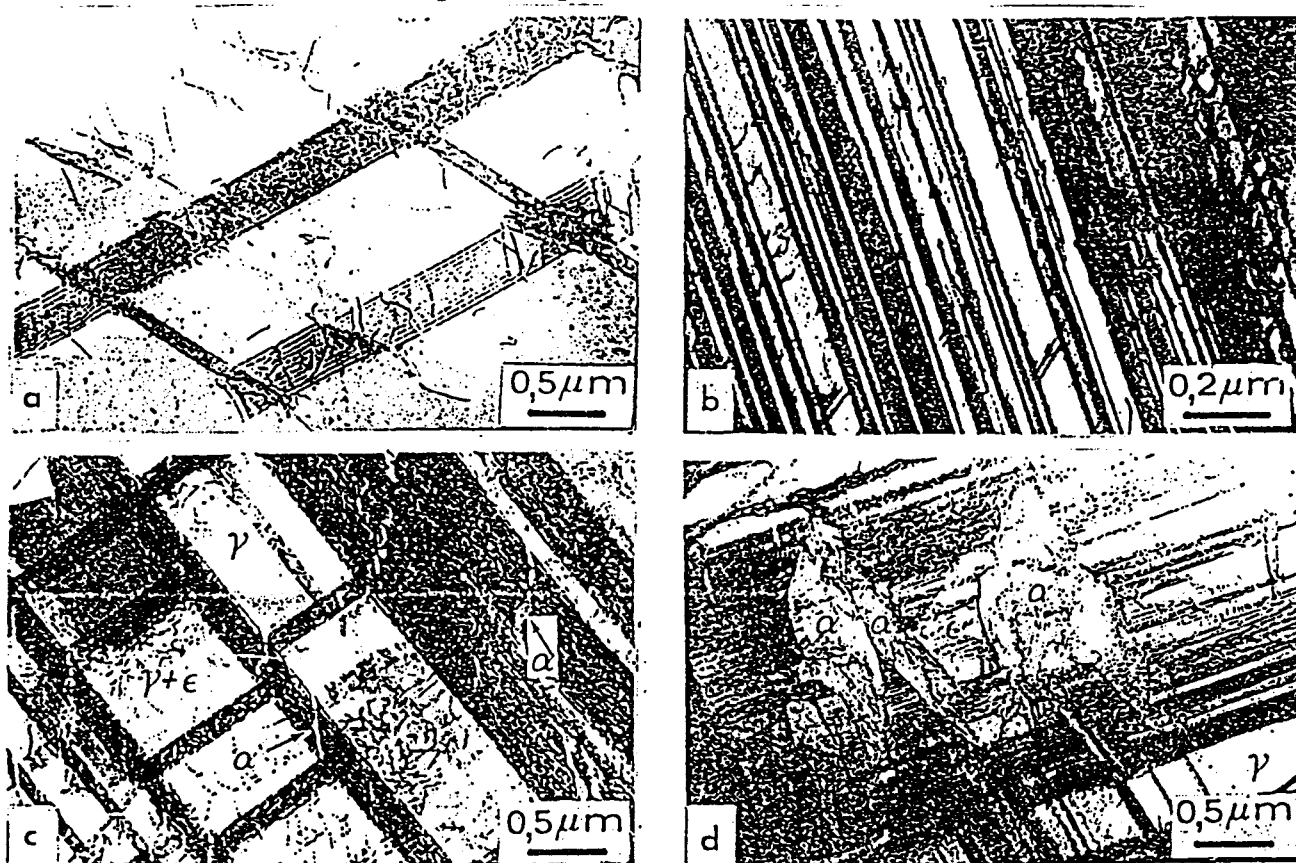


Figure I.14 Mécanismes de déformation monotone d'un acier inoxydable austénitique à basse énergie de faute d'empilement [Thomas et al., 1990] observés par MET

Des observations microscopiques [Vogt, 1991 ; Sadough, 1994] indiquent la présence de lattes martensitiques  $\alpha'$  induites sous sollicitation cyclique d'aciers inoxydables austénitiques types AISI 316L et 304L, à basse température. La figure I.15 montre des lattes de martensite  $\alpha'$  induites sous sollicitation cyclique à 77K,  $\Delta\varepsilon_f = 2,5\%$ , à proximité du faciès de rupture dans un acier AISI 316L [Vogt, 1991].

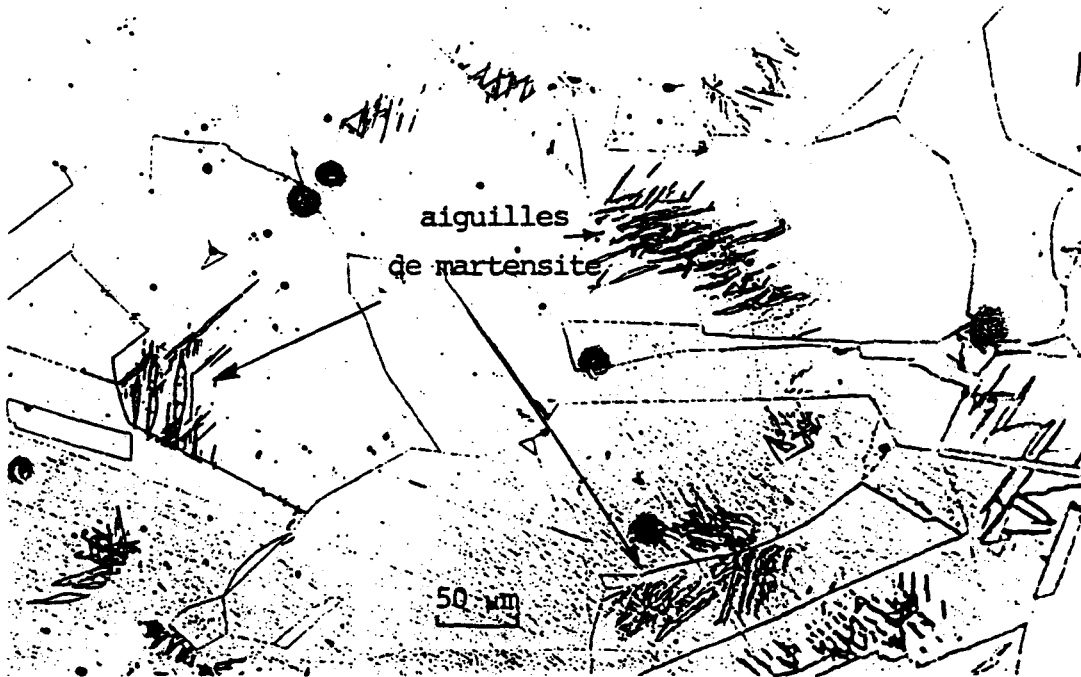


Figure I.15 Structure martensitique induite par fatigue à 77K ( $\Delta\varepsilon_f = 2,5\%$ ) observée dans un acier 316L [Vogt, 1991]

### I.1.3.3 Aspect cinétique des transformations

Pour évaluer la fraction volumique de martensite induite par déformation, différents modèles ont été proposés. Le modèle d'Olson [Olson et al., 1975] évalue la teneur en martensite  $\alpha'$  en évaluant la fraction volumique de bandes de cisaillement, puis la fraction volumique de martensite  $\alpha'$ , intersection de bandes de cisaillement (figure I.13). Il considère que la fraction volumique des bandes de cisaillement,  $f^{sb}$ , est reliée à la déformation plastique par la relation :

$$\frac{df^{sb}}{(1-f^{sb})} = \alpha \cdot d\varepsilon_p \quad (I.13)$$

soit, après intégration :

$$f^{sb} = 1 - \exp(-\alpha \cdot \varepsilon_p) \quad (\text{I.14})$$

où  $\alpha$  est une constante augmentant avec l'EFE.

Si une bande de cisaillement a un volume moyen constant,  $\bar{v}^{sb}$ , le nombre de bandes de cisaillement par unité de volume de l'austenite,  $N_{\bar{v}}^{sb}$ , peut alors s'exprimer par :

$$N_{\bar{v}}^{sb} = \frac{f^{sb}}{\bar{v}^{sb}} \quad (\text{I.15})$$

Ces bandes de cisaillement peuvent être de la martensite  $\varepsilon$ , des macles, ou des amas de fautes d'empilement.

Considérons maintenant le nombre d'intersections de bandes de cisaillement par unité de volume de l'austenite,  $N_{\bar{v}}^I$ . Il peut être relié à  $N_{\bar{v}}^{sb}$  par une relation de la forme :

$$N_{\bar{v}}^I = K(N_{\bar{v}}^{sb})^n \quad (\text{I.16})$$

où  $K$  est une constante.

Toute intersection de bandes de cisaillement n'étant pas forcément une latte de martensite  $\alpha'$ , on définit la probabilité  $p$  pour qu'une intersection constitue un germe de martensite  $\alpha'$ , telle que :

$$N_{\bar{v}}^{\alpha'} = p \cdot N_{\bar{v}}^I \quad (\text{I.17})$$

La somme des fractions volumiques de martensite  $\alpha'$  et d'austenite  $\gamma$  étant égale à 1, la fraction volumique de martensite  $\alpha'$  formée satisfait à la relation :

$$\frac{df}{1-f} = \bar{v}^{\alpha'} \cdot dN_{\bar{v}}^{\alpha'} \quad (\text{I.18})$$

où  $\bar{v}^{\alpha'}$  est le volume moyen d'une latte de martensite  $\alpha'$ .

En reportant les relations I.13 à I.16 dans la relation I.17, puis par intégration mathématique, on obtient :

$$f = 1 - \exp\{-\beta [1 - \exp(-\alpha \cdot \varepsilon_p)]^n\} \quad (\text{I.19})$$

$$\text{avec } \beta = \frac{\bar{v}\alpha'K}{(\bar{v}^{sb})^n} p \quad (\text{I.20})$$

Dans la relation I.19, le paramètre  $\alpha$  est le taux volumique de bandes de cisaillement induites sous déformation plastique, qui dépend essentiellement de l'EFE. Le paramètre  $\beta$  dépend de la probabilité de formation d'un germe de martensite  $\alpha'$  à l'intersection de deux bandes de cisaillement. Pour un acier inoxydable austénitique de type AISI 316, les valeurs des paramètres  $\alpha$  et  $\beta$ , obtenues par Seetharaman [Seetharaman et al., 1981], sont respectivement 4,8 et 1,6. La valeur de  $\alpha$  qu'il observe est inférieure à celle obtenue par Olson [Olson et al., 1975] sur un acier type AISI 304. Seetharaman explique cette différence par la plus faible EFE de son acier 316.

D'autres auteurs [Ludwigson et al., 1969 ; Angel, 1983] ont utilisé le même raisonnement qu'Olson [Olson et al., 1975], mais proposé une expression plus simple pour la cinétique de formation de la martensite  $\alpha'$ , qu'ils expriment en fonction de la déformation rationnelle ( $\varepsilon$ ) par la relation suivante ("modèle de Angel") :

$$\frac{f}{1-f} = A \cdot \varepsilon^B \quad (\text{I.21})$$

d'où l'on obtient :

$$f = \frac{A\varepsilon^B}{1 + A\varepsilon^B} \quad (\text{I.22})$$

La constant A est une fonction de la température, quasiment linéaire en  $1/T$ , et B est une constante comprise entre 2 et 3.

La relation (I.21) a été vérifiée sur quelques essais de traction et de laminage sur un acier de type AISI 304, de composition chimique définie dans le tableau I.5, à plusieurs températures comprises entre  $-196^\circ\text{C}$  et  $20^\circ\text{C}$  [Bricout, 1984]. La figure I.16 montre l'évolution de la teneur en martensite  $\alpha'$  mesurée, en fonction de la déformation plastique pour chaque température étudiée. Ces résultats vérifient le modèle de Angel de façon satisfaisante.

C	Si	S	P	Mn	Cr	Ni	Mo	Cu	Co
0,063	0,445	0,007	0,020	1,69	17,88	8,58	0,114	0,107	0,23

Tableau I.5 Composition chimique de l'acier type AISI 304 (en % pds) étudié par Bricout [Bricout, 1984]

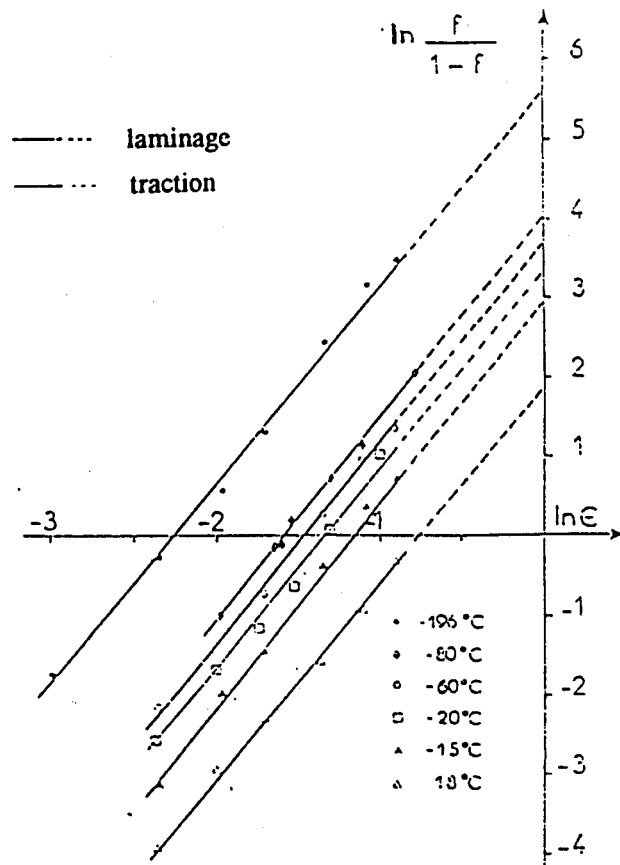


Figure I.16 Transformation martensitique d'un acier type AISI 304 : vérification de la relation de Angel [Bricout, 1984]

Les conditions nécessaires à la transformation martensitique induite par déformation cyclique ne sont pas bien établies, comparativement à celles par déformation monotone. Cette transformation a été étudiée par Baudry sur un acier inoxydable austénitique Fe-18Cr-6.5Ni-0.19C ( $M_d = 373\text{K}$ ), à différentes températures supérieures et inférieures à  $M_d$  [Baudry et al., 1977]. La figure I.17 montre l'évolution de l'amplitude de la contrainte maximale de traction et celle de la fraction volumique de martensite  $\alpha'$ ,  $V/V_M$ , ( $V_M$  étant le volume maximal de martensite induite à la rupture du matériau), en fonction du nombre de cycles, pour

un essai de fatigue plastique oligocyclique à  $\Delta\varepsilon_p = 0.5\%$  et  $T = 298\text{K}$ . Une forte consolidation cyclique a été observée à cette température inférieure à  $M_d$ , attribuée à la martensite  $\alpha'$  induite dans la matrice. Des mesures magnétiques ont confirmé une évolution du taux de martensite  $\alpha'$  : ce taux augmente quasiment parallèlement à l'augmentation de l'amplitude de contrainte au cours du cyclage. Une forte consolidation cyclique de ce type est caractéristique de l'existence de transformation martensitique.

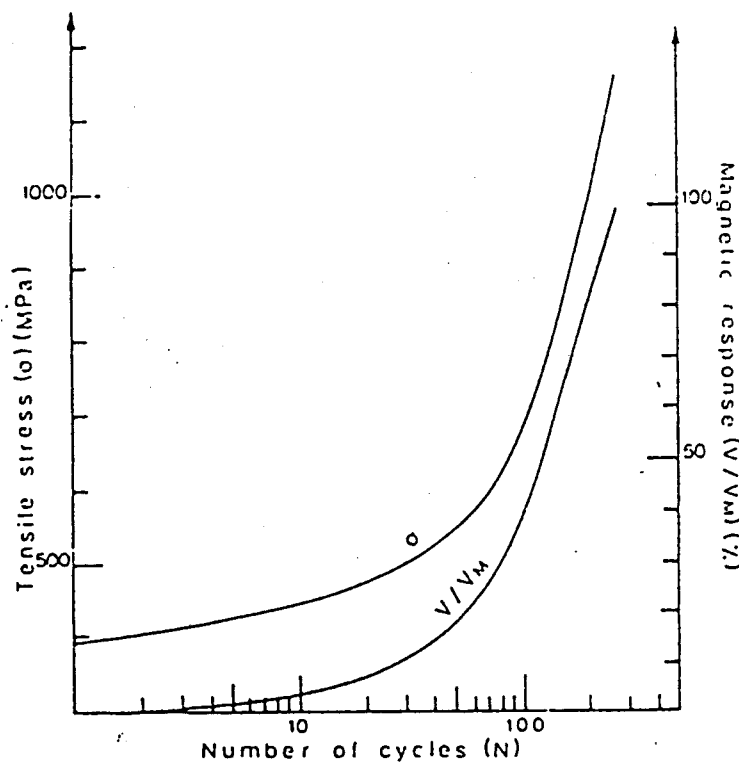


Figure I.17 Comparaison entre l'augmentation du taux de martensite induite ( $V/V_M = f(N)$ ) et la consolidation cyclique ( $\sigma = f(N)$ ) du matériau au cours d'un cyclage à  $\Delta\varepsilon_p = 0.5\%$  et  $T = 298\text{K}$  [Baudry et al., 1977]

Ces mêmes auteurs ont montré que la consolidation cyclique est fonction de la déformation plastique cumulée ( $2N\Delta\varepsilon_p$ ) lors du cyclage du matériau. La Figure I.18 montre l'évolution de la contrainte maximale de traction en fonction de la déformation plastique cumulée, pour différents niveaux de déformation plastique cyclique imposés, à la température de  $323\text{K}$ . Sur cette figure, on observe l'effet important de la déformation plastique sur la consolidation cyclique. Cet effet a été également confirmé par Sadough [Sadough, 1985].

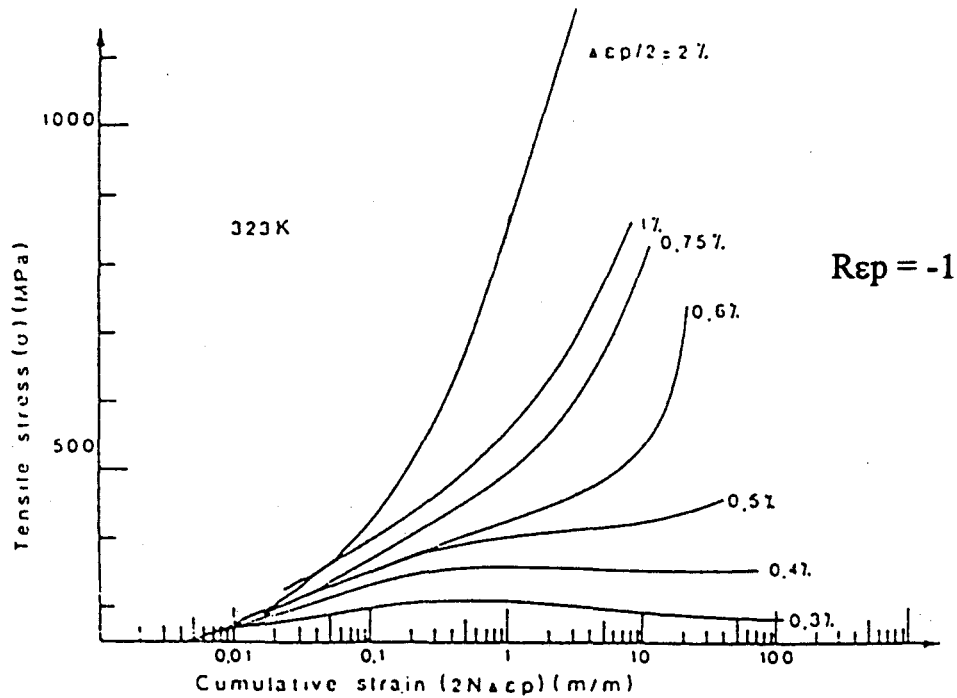


Figure I.18 Evolution de l'amplitude de la contrainte maximale de traction en fonction de la déformation plastique cumulée, sur un acier austénitique Fe-18Cr-6.5Ni-0.19C à 323K, pour différentes variations de déformation plastique imposées [Baudry et al., 1977]

A partir de mesures magnétiques d'une part, mécaniques d'autre part, Baudry [Baudry et al., 1977] a mis en évidence l'évolution de la déformation plastique cumulée nécessaire pour l'apparition de la martensite  $\alpha'$ , en fonction de la déformation plastique imposée, aux températures 323K et 298K. Les résultats obtenus par les méthodes sont comparables. La figure I.19 présente cette évolution ;  $N_T$  représente le nombre de cycles nécessaire pour l'apparition d'une fraction volumique de martensite  $\alpha'$ ,  $V/V_M$ , de 0,1. L'application d'une déformation plastique très faible nécessite une déformation plastique cumulée très importante pour l'apparition de martensite  $\alpha'$ . Cette déformation plastique cumulée diminue lorsque l'amplitude de déformation plastique augmente, et se stabilise au-delà de  $\Delta\varepsilon_p = 1,5\%$ .



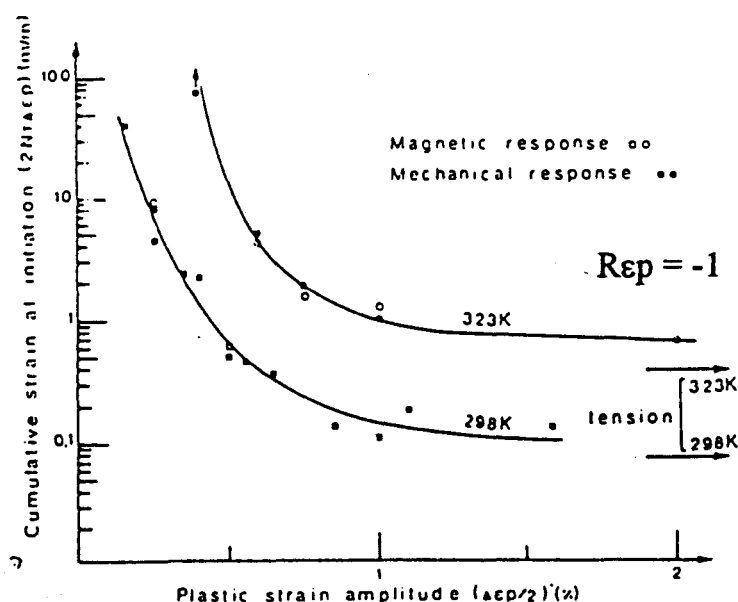


Figure I.19 Evolution de la déformation plastique cumulée nécessaire pour l'apparition de la martensite  $\alpha'$ , avec la déformation plastique imposée, aux températures 323K et 298K [Baudry et al., 1977]

Vogt [Vogt, 1991] a étudié l'évolution des contraintes internes et effectives aux maxima de la boucle d'hystérésis contraintes-déformations, au cours du cyclage, lors d'un essai de fatigue oligocyclique réalisés à  $\Delta\epsilon_f = 2.5\%$  ( $R_\epsilon = -1$ ), sur un acier type AISI 316L de composition chimique définie dans le Tableau I.6, à 300K et à 77K. La contrainte interne est la composante de contrainte d'écoulement qui permet aux dislocations de franchir les obstacles à longue distance (plusieurs distances atomiques), tels que les précipités ou les dislocations dans des plans de glissement parallèles ; la contrainte effective est la composante qui permet aux dislocations de franchir les obstacles à courte distance (quelques distances atomiques), tels que le frottement de réseau ou les solutés. Les résultats de cette étude montrent une augmentation brutale de la contrainte interne en cours de cyclage, attribuée à l'apparition de la martensite  $\alpha'$ . La figure I.20 montre cette évolution.

C	Si	S	P	Mn	Cr	Ni	Mo	Al	B
0,024	0,530	0,013	0,010	1,601	17,4	13,58	2,139	0,006	0,0025

Tableau I.6 Composition chimique de l'acier 316L étudié par Vogt [Vogt, 1991]

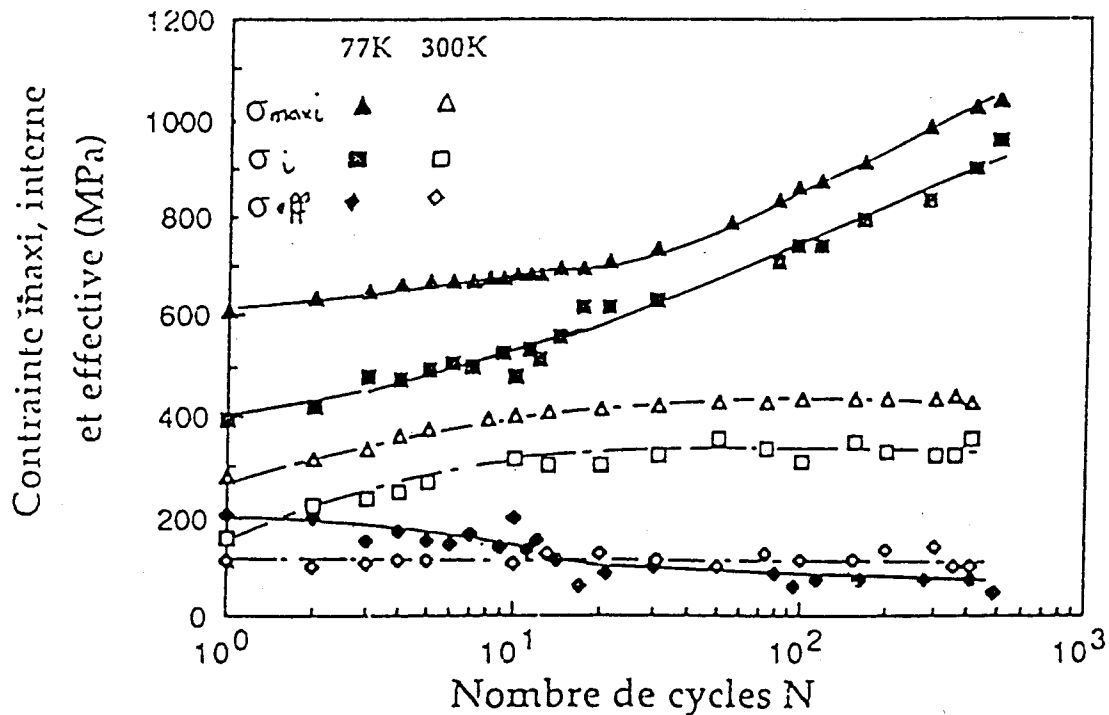


Figure I.20 Evolution des contraintes internes et effectives dans un acier type AISI 316L fatigué à 300K et à 77K [Vogt, 1991]

Sur cette figure, on observe, jusqu'à  $N = 10$  cycles, une augmentation modérée de la contrainte interne, aux deux températures. Au-delà, on observe une forte augmentation de la contrainte interne, à 77K seulement ; cette forte augmentation est attribuée à l'apparition de la martensite  $\alpha'$  à partir de  $N = 10$  cycles, et à l'augmentation de son taux volumique au-delà.

## I.2 COMPORTEMENT EN FATIGUE DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES - EFFET DE LA DIMINUTION DE LA TEMPERATURE ET EFFET DE L'AZOTE

Lorsqu'une structure est soumise à des sollicitations mécaniques qui varient avec le temps, la rupture peut se produire pour des valeurs de la contrainte maximale bien inférieures à la résistance à la rupture ou même à la limite d'élasticité du matériau : c'est le phénomène de rupture par fatigue. En général, le comportement en fatigue dépend du type d'essai, de l'état métallurgique initial (en solution solide,

vieilli, écroui...), et des conditions expérimentales (vitesse de déformation, température, environnement). Une dégradation progressive irréversible des propriétés de la structure (mécaniques, physiques...), appelée "endommagement", se produit lors de ce chargement variable. La courbe de Wöhler permet de représenter, pour chaque valeur d'amplitude de contrainte appliquée, le nombre de cycles à rupture. A partir de cette courbe (figure I.21), trois domaines de la fatigue peuvent être définis :

- le domaine de la fatigue plastique oligocyclique (FPO) : le nombre de cycles à rupture  $y$  est inférieur à  $10^5$  cycles. Pour faire des essais de fatigue plastique oligocyclique, il faut conduire des essais durant lesquels une déformation plastique notable est imposée à chaque cycle, c'est à dire que la contrainte maximale est supérieure à la limite d'élasticité du matériau et le nombre de cycles à rupture est fonction de la variation de déformation plastique  $\Delta\varepsilon_p$  imposée à chaque cycle. Les essais de fatigue plastique oligocyclique sont conduits, couramment, soit à déformation totale imposée, soit à déformation plastique imposée, et beaucoup moins souvent, à contrainte imposée ;
- le domaine de la fatigue-endurance (FE) : le nombre de cycles à rupture est alors supérieur à  $10^6$  cycles. Les essais de FE sont menés dans le domaine élastique du matériau. Sous faible contrainte (inférieure à la limite d'endurance du matériau), les microfissures ne peuvent pas s'amorcer, ou encore ne peuvent pas atteindre un stade de développement critique ;
- le domaine des durées de vie intermédiaires est celui de la fatigue dite "à endurance limitée" ( $10^5$ - $10^6$  cycles). Beaucoup moins d'études sont menées dans ce domaine.

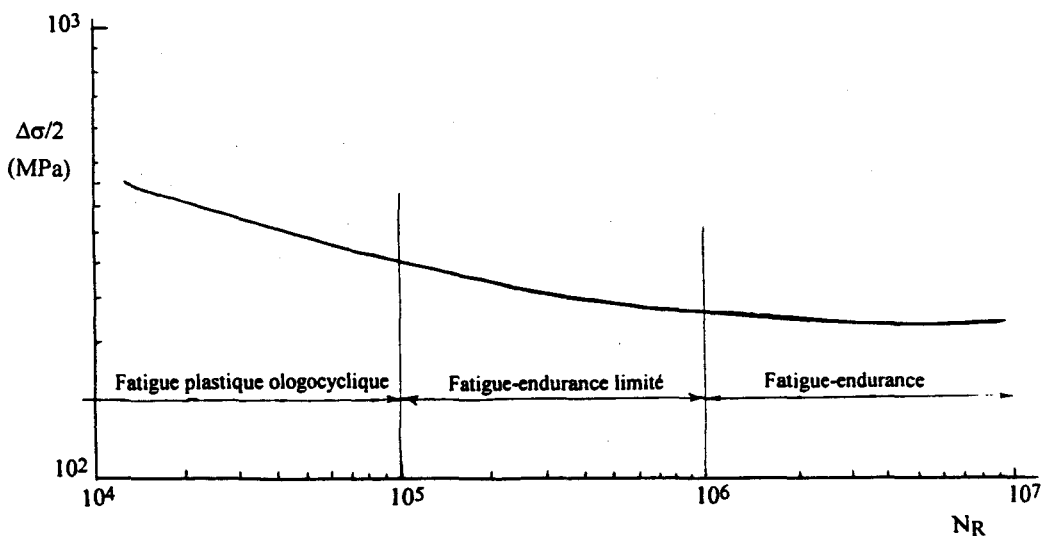


Figure I.21 Courbe schématique "Contrainte - Nombre de cycles à rupture"  
(Courbe de Wöhler)

Au cours d'un essai de fatigue plastique oligocyclique conduit en déformation imposée, la durée de vie d'une éprouvette peut être décomposée en plusieurs stades :

- la période d'accommodation, au cours de laquelle la microstructure évolue et l'amplitude de contrainte varie notablement ;
- la période de stabilisation, au cours de laquelle la contrainte varie peu ou pas, la microstructure est alors quasiment stabilisée ; c'est le stade le plus long, qui comporte les stades d'amorçage et de propagation de microfissures en surface ;
- la rupture finale au cours de laquelle la contrainte diminue de façon brutale, ce qui correspond à la propagation rapide d'une ou deux macrofissures, suivie de la rupture brutale du ligament restant.

Dans cette partie, nous décrivons les courbes d'évolution des contraintes au cours d'un cyclage en fatigue plastique oligocyclique, et les mécanismes macroscopiques et microscopiques associés. Au fur et à mesure, nous exposerons les connaissances actuelles sur l'influence de la diminution de température, ainsi que sur l'effet de l'azote interstitiel sur les différents stades, dans un acier inoxydable austénitique plus particulièrement.

### **I.2.1 Evolution des contraintes au cours d'un cyclage en fatigue plastique oligocyclique**

Au cours des premiers cycles d'un essai de fatigue plastique oligocyclique, on observe normalement une phase durant laquelle le matériau s'accommode à la déformation (ou à la contrainte) qu'on lui impose. Dans cette phase et pour un essai à déformation imposée, le matériau se durcit ou s'adoucit sous la répétition de la déformation plastique. Cette évolution dépend essentiellement de la nature du matériau, des éléments d'addition (interstitiels en particulier), du traitement thermique, de la prédéformation, des conditions expérimentales, etc. Ainsi, les matériaux recuits présentent généralement un durcissement rapide qui peut être suivi par un adoucissement, avant d'atteindre la phase de stabilisation ; tandis qu'un matériau prédéformé avec un taux de prédéformation supérieur à la déformation imposée en fatigue, présente généralement un simple adoucissement cyclique [Pineau et al, 1980].

A l'échelle microscopique, l'évolution des contraintes au cours du cyclage en fatigue des aciers inoxydables austénitiques stables peut être expliquée comme suit :

- le durcissement cyclique, lors de l'accommodation, correspond à une création et une multiplication des défauts [Feltner et al., 1967 ; Grosskreutz, 1971] ; la répétition de la déformation plastique provoque une accumulation des dislocations dans des écheveaux et des murs rectilignes d'orientation  $\{111\}$  dans les métaux CFC, par des mécanismes locaux de blocage ; ces murs bloquent les dislocations mobiles, provoquant alors l'activation de nouvelles sources de dislocations. Il en résulte une augmentation de la densité de dislocations et du nombre de systèmes de glissement activés ; la croissance de la densité de dislocations  $\rho$  augmente la contrainte  $\sigma$  nécessaire pour poursuivre l'accumulation de la déformation plastique, conformément à l'équation :  $\sigma = A\sqrt{\rho}$  [Feltner et al., 1967] ;

- l'adoucissement cyclique est fonction du nombre de bandes de glissement dans le matériau fatigué [Ham et al., 1962] ; ce nombre de bandes est caractéristique de la répartition de la déformation plastique, un grand nombre de bandes caractérisant une répartition plus homogène, favorable à la résistance à la fatigue [Grosskreutz, 1972 ; Gysler et al., 1979 ; Mughrabi, 1979]. Pourtant, sur des aciers type AISI 310L (%C = 0,011 ; %N = 0,008) et 310N (%C = 0,013 ; %N = 0,17) (en raison de sa faible teneur en carbone, il s'agit en fait d'un 310LN), malgré un comportement d'adoucissement très différent à bas niveau de déformation imposée (figure I.22), les observations de bandes de glissement en surface (figure I.23) sont quasiment identiques [Shibata et al., 1985]. En effet, l'adoucissement plus important de l'acier 310N par rapport à celui de l'acier 310L peut être expliqué par un degré d'adoucissement plus important des bandes de glissement dans l'acier 310N [Shibata et al., 1985].

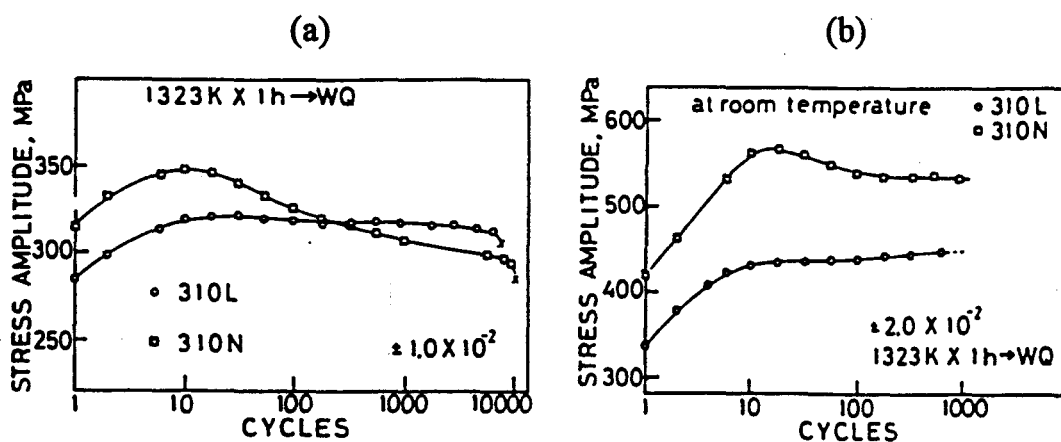


Figure I.22 Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles, pour les aciers 310L et 310N à température ambiante sous (a)  $\varepsilon_t = \pm 1\%$  et (b)  $\Delta\varepsilon_t = \pm 2\%$  [Shibata et al., 1985]

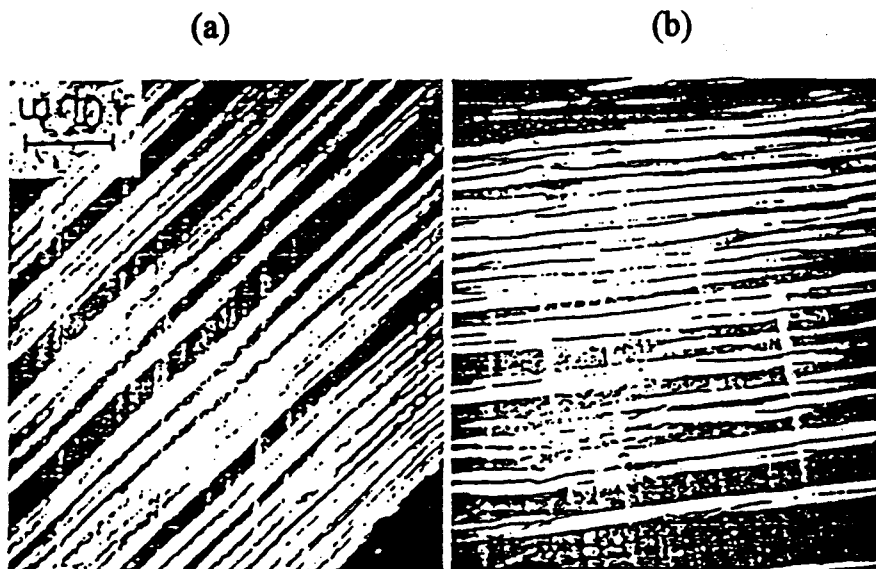


Figure I.23 Apparition des bandes de glissement sur les fûts des éprouvettes fatigués à température ambiante (après 1000 cycles sous  $\Delta\varepsilon_t = \pm 0,9\%$ ) du (a) 310L et du (b) 310N [Shibata et al., 1985]

Après la phase d'accommodation, les structures de dislocations évoluent vers une structure cellulaire, atteinte très tôt dans certains grains [Pineau, 1976], en particulier dans les plus petits [Swann, 1963]. Durant la phase de stabilisation, la structure, essentiellement cellulaire, n'évolue quasiment plus jusqu'à rupture.

Nous décrivons ci-dessous l'effet de différents facteurs d'influence (teneur en azote interstitiel, diminution de température, taille de grain et transformation martensitique) sur l'évolution des contraintes et plus particulièrement sur le comportement de durcissement-adoucissement cyclique des aciers inoxydables austénitiques.

### I.2.1.1 Facteurs d'influence

#### a) Effet de l'azote interstitiel

##### *A température ambiante*

A température ambiante, l'effet de l'azote interstitiel sur le durcissement-adoucissement cyclique des aciers inoxydables austénitiques de types AISI 304, 316 et 310, et sur les structures de dislocations associées, a été analysé par différents

auteurs [Shibata et al., 1985 ; Degallaix S., 1986 ; Vogt, 1991]. Ces auteurs observent en particulier un effet important de l'azote sur le durcissement initial et sur l'intensité de l'adoucissement cyclique qui lui succède.

A titre d'exemple, les évolutions de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles de trois aciers inoxydables austénitiques de type AISI 316L alliés à différents teneurs en azote interstitiel (cf. compositions dans le tableau I.7), étudié par Degallaix S., sont présentées sur la figure I.24. Ces aciers ont été soumis à des essais de fatigue plastique oligocyclique menés à déformation totale imposée ( $0,6\% \leq \Delta\varepsilon_t \leq 3\%$ ) en cycle triangulaire purement alterné avec une vitesse de déformation de 0,4%/sec.

C	Mn	Si	S	P	Ni	Cr	Mo	Cu	N	B	Co	Ti
0,020	1,66	0,51	0,003	0,021	11,50	16,90	2,02	0,100	0,029	0,001	0,171	0,01
0,022	1,72	0,46	0,005	0,028	12,03	17,13	2,5	0,285	0,071	0,003	0,115	-
0,024	1,59	0,65	0,006	0,020	12,98	17,01	2,62	0,180	0,250	0,001	0,110	-

Tableau I.7 Compositions chimiques des aciers inoxydables austénitiques type AISI 316L, étudiés par S. Degallaix [Degallaix S., 1986]

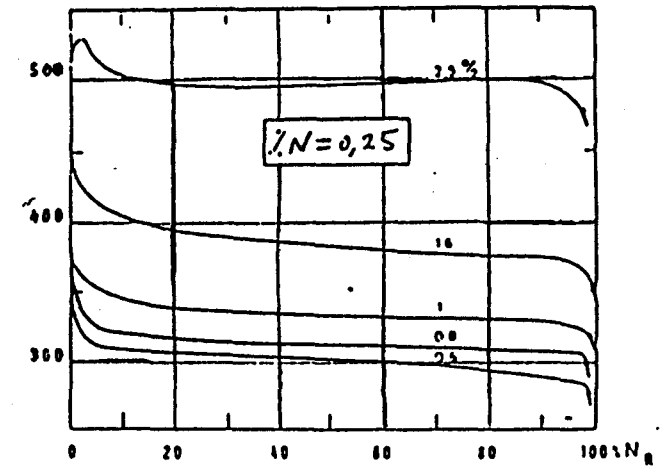
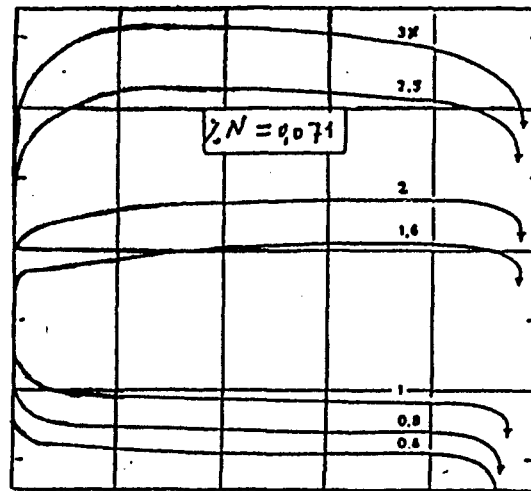
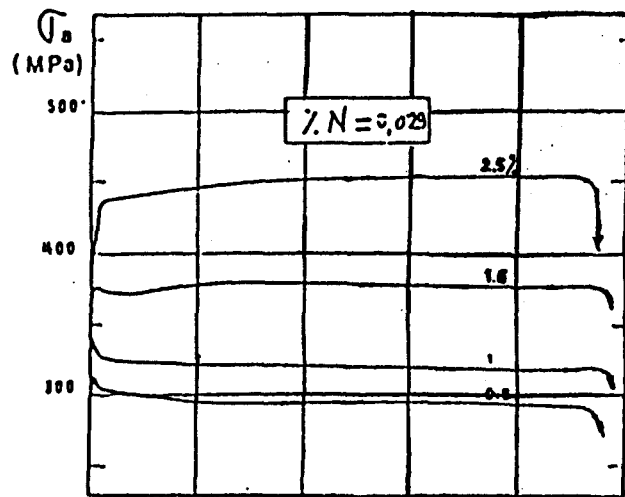


Figure I.24 Evolution des contraintes en fonction du nombre de cycles, à température ambiante, d'aciers inoxydables austénitiques type AISI 316L, étudiés par Degallaix [Degallaix S., 1986]



Sur ces courbes, on distingue deux types de comportement de durcissement-adoucissement cyclique, dépendant de la teneur en azote et du niveau de déformation imposé :

- pour les aciers faiblement chargés en azote ( $\%N < 0,08$ ), la durée d'accommodation croît avec la teneur en interstitiels et avec le niveau de déformation imposé (de 2 à 3% de la durée de vie  $N_R$  pour l'acier à 0,029%N, et de 10 à 20% $N_R$  pour l'acier à 0,071%N, pour des niveaux de déformation  $\Delta\varepsilon_t$  variant de 0,8 à 2,5%). Ce stade d'accommodation est caractérisé par un durcissement au cours des tous premiers cycles, d'autant plus intense que  $\Delta\varepsilon_t$  est élevé. A fort niveau de déformation ( $\Delta\varepsilon_t > 1,6\%$ ), ce durcissement se poursuit jusqu'à la quasi-stabilisation ; à faible niveau de déformation ( $\Delta\varepsilon_t < 1,6\%$ ), il est suivi d'un adoucissement, d'autant plus intense que le niveau de déformation est faible ;
- pour les aciers à forte teneur en azote ( $\%N = 0,25$ ), la période d'accommodation dure environ 15% de la durée de vie. Cette période se caractérise par deux phases successives : un durcissement primaire durant les tous premiers cycles (environ 20 cycles à  $\Delta\varepsilon_t = 2,5\%$ ), suivi d'un adoucissement. Cet adoucissement est d'autant plus intense que le niveau de déformation est faible.

Les structures de dislocations observées par S. Degallaix sur ces mêmes aciers sont présentées en figure I.25. Comme Shibata et Vogt, Degallaix constate une meilleure homogénéité de la déformation plastique avec une teneur croissante en azote, que tous ces auteurs attribuent au caractère plan du glissement des dislocations favorisé par l'azote.

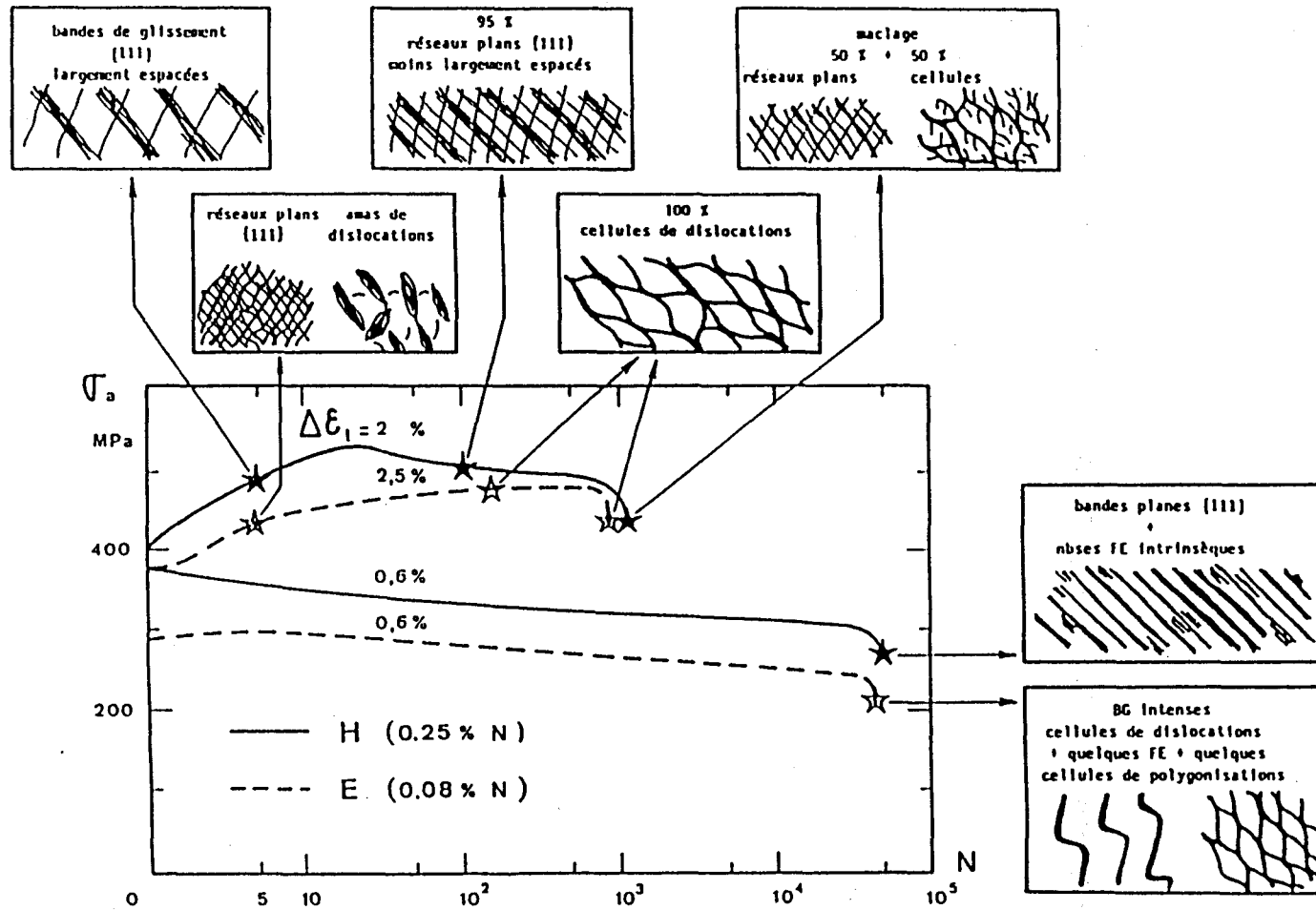


Figure I.25 Sous-structures de dislocations observées après cyclage à 300K en FPO de deux aciers inoxydables austénitiques types AISI 316L (%N = 0,08) et 316LN (%N = 0,25) [Degallaix S., 1986]

Dans l'acier 316LN (%N = 0,25) déformé à  $\Delta\varepsilon_t = 2\%$ , au début du cyclage, les dislocations sont confinées dans des bandes de glissement intenses  $\{111\}$  largement espacées. Les réseaux plans  $\{111\}$  de dislocation sont encore observés au milieu du stade transitoire d'adoucissement. Cet aspect plan de la déformation subsiste dans l'échantillon cyclé jusqu'à rupture, où il est observé dans 50% des plages analysées.

Dans l'acier 316L (%N = 0,08) déformé à  $\Delta\varepsilon_t = 2,5\%$ , au début du cyclage, les dislocations sont confinées dans des bandes de glissement intenses  $\{111\}$ , beaucoup moins espacées que celles rencontrées dans l'acier 316LN. Au cours du cyclage ultérieur, ces réseaux plans évoluent très rapidement vers une structure en cellules de dislocations ; dès 150 cycles, on n'observe quasiment plus que des cellules.

Le glissement des dislocations sous faible variation de déformation ( $\Delta\varepsilon_t = 0,6\%$ ) présente un caractère essentiellement plan, plus marqué pour l'acier plus chargé en azote (316LN).

Les sous-structures de dislocations obtenues en fatigue à température ambiante sur les aciers 316L et 316LN diffèrent donc essentiellement par le caractère très plan de la déformation observé jusqu'à rupture dans l'acier 316LN, qui s'oppose à la formation rapide d'une structure cellulaire au cours du cyclage.

#### *A basse température*

A basse température (4K, 77K), différents auteurs [Shibata et al., 1985 ; Ogata et al., 1990 ; Vogt, 1991] ont étudié l'effet de l'azote interstitiel sur les structures de dislocations après fatigue plastique oligocyclique d'aciers inoxydables austénitiques types AISI 304, 316 et 310.

Les évolutions de l'amplitude de contrainte et les configurations de dislocations obtenues en FPO à 77K de deux aciers types AISI 316L (%N = 0,08) et 316LN (%N = 0,235) ont été étudiées par Vogt. Ces aciers ont été cyclés à  $\Delta\varepsilon_t = 0,6\%$  et  $2,5\%$  en cycle triangulaire purement alterné avec une vitesse de déformation de  $0,4\%/sec$ . La figure I.26 (a et b) résume les évolutions de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles ainsi que les sous-structures de dislocations observées.

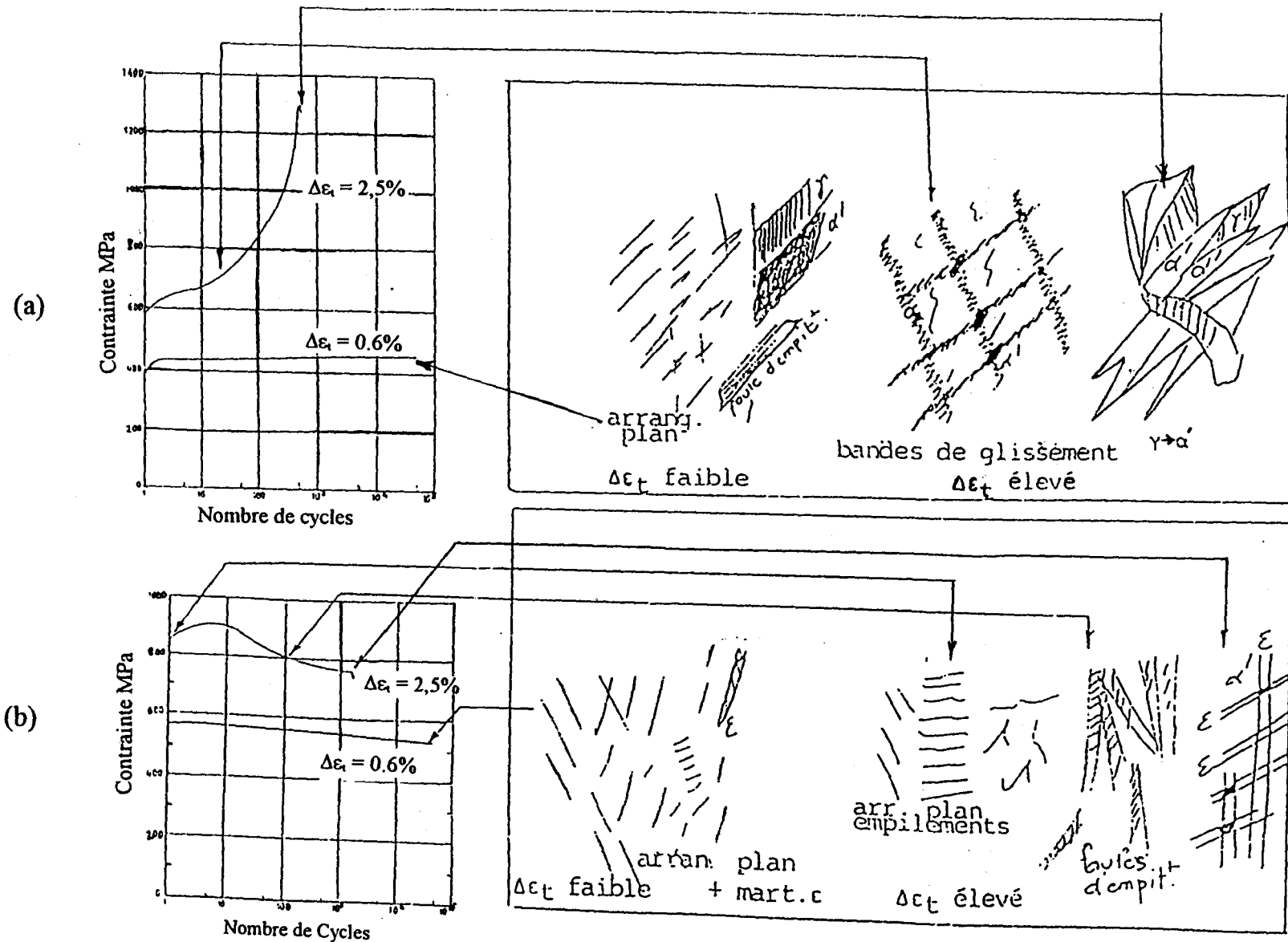


Figure I.26 Evolutions des contraintes et sous-structures de dislocations observées après cyclage en FPO à 77K de deux aciers inoxydables austénitiques types AISI (a) 316L (%N = 0,03) et (b) 316LN (%N = 0,235) [Vogt, 1991]

A 77K comme à 300K, le comportement de durcissement-adoucissement cyclique dépend de la teneur en azote et du niveau de déformation imposé.

A bas niveau de déformation ( $\Delta\varepsilon_t = 0,6\%$ ), les évolutions des contraintes au cours du cyclage dans les aciers 316L et 316LN diffèrent peu. En revanche, à  $\Delta\varepsilon_t = 2,5\%$ , elles sont radicalement différentes : dans l'acier 316L, on observe un durcissement continu, tandis que dans l'acier 316LN, on observe un durcissement suivi d'un adoucissement, le comportement nettement différent de l'acier 316L est attribué à la transformation de phase ( $\gamma \rightarrow \alpha'$ ) au cours du cyclage [Vogt, 1991].

Comme montre la figure I.26, le glissement des dislocations sous faible variation de déformation ( $\Delta\varepsilon_t = 0,6\%$ ) présente un caractère plan quelque soit la teneur en azote ; on note également à rupture la présence de fautes d'empilement, et de martensite  $\alpha'$  dans l'acier 316L, et de martensite  $\varepsilon$  dans l'acier 316LN.

Dans l'acier 316LN déformé à  $\Delta\varepsilon_t = 2,5\%$  ( $N_R = 1805$  cycles), au début de cyclage, les dislocations sont confinées dans des bandes de glissement. Au fur et à mesure du cyclage, on observe l'apparition de fautes d'empilement, de martensite  $\varepsilon$  et de très petites plages de martensite  $\alpha'$  apparues à l'intersection des lattes de martensite  $\varepsilon$ .

Dans l'acier 316L déformé à  $\Delta\varepsilon_t = 2,5\%$  ( $N_R = 500$  cycles), on observe les bandes de glissement et au fur et à mesure du cyclage, on voit apparaître quelques fautes d'empilement et de la martensite  $\alpha'$  sous forme d'aiguilles.

En comparant les deux aciers après déformation cyclique, Vogt observe que la répartition des dislocations dans l'acier 316LN déformé à  $\Delta\varepsilon_t = 2,5\%$  est plus homogène que celle dans l'acier 316L. Contrairement à l'acier 316L, les deux variétés de martensite ( $\varepsilon$  et  $\alpha'$ ) se forment dans l'acier 316LN ; la martensite  $\alpha'$  apparaît plus tardivement et requiert la présence antérieure de martensite  $\varepsilon$ .

Enfin, on peut dire que l'addition d'azote assure une répartition plus homogène de la déformation plastique par le mode de glissement plan des dislocations qu'elle favorise [Shibata et al., 1985 ; Degallaix S., 1986].

## **b) Effet d'une diminution de la température**

Les conditions expérimentales (vitesse de déformation, température, environnement) ont également un effet important sur l'évolution des contraintes au

cours du cyclage des aciers inoxydables austénitiques [Shibata et al., 1985 ; Ogata et al., 1990 ; Vogt, 1991 ; Sadough, 1994]. Les différents auteurs observent un adoucissement cyclique immédiatement après le bref durcissement initial (figure I.27) dont l'intensité augmente lorsque la température d'essai diminue, et lorsque la teneur en azote augmente.

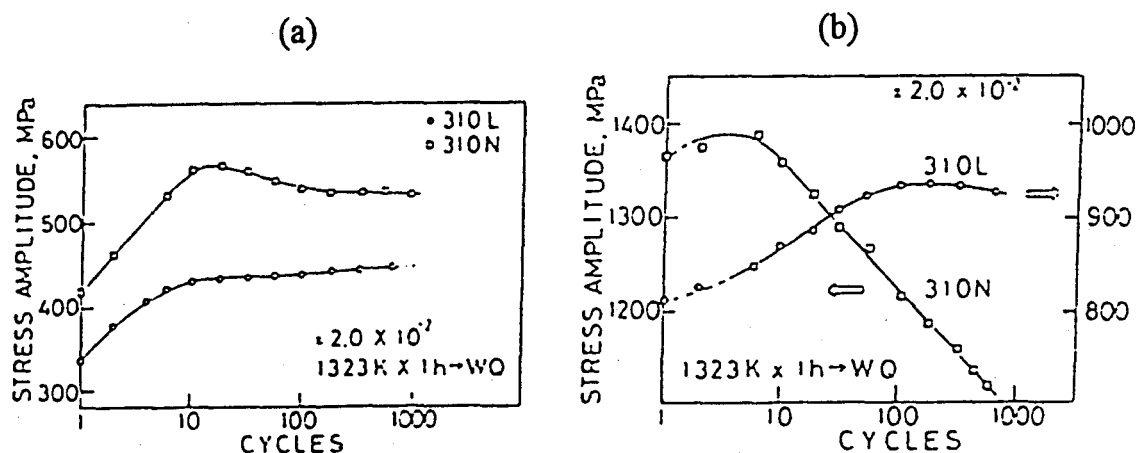


Figure I.27 Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles pour des aciers 310N et 310L cyclés à  $\varepsilon_f = \pm 2\%$  : (a) à 300K et (b) à 4K [Shibata et al., 1985]

En général, une diminution de température (300K  $\rightarrow$  77K) conduit à un arrangement plus plan des dislocations.

### c) Effet de la taille de grain

La taille de grain, donc la température d'hypertrempe sont également susceptibles d'influencer le comportement de durcissement-adoucissement cyclique des métaux CFC. Dans un alliage 70Ni-30Cu déformé, Swann [Swann, 1963] a observé une influence importante de la taille de grain sur les structures de dislocations ; les plus grands grains présentent des structures de dislocations plutôt planes, tandis que les plus petits présentent des structures cellulaires. Pourtant Shibata [Shibata et al., 1985] et Ogata [Ogata et al., 1990] ont observé un effet négligeable de la taille de grain ( $40 \mu\text{m} \leq d \leq 350 \mu\text{m}$ ), donc de la température d'hypertrempe (de 1323K à 1573K) sur le comportement d'accommodation cyclique d'aciers inoxydables austénitiques de type AISI 310L et 310N (figure I.28a et I.28b).

En revanche, l'effet de taille de grain ( $10 \mu\text{m} \leq d \leq 350 \mu\text{m}$ ), donc de la température d'hypertrempe (de 1323K à 1573K) est important dans l'acier 310C ; le taux d'adoucissement constaté au cours du cyclage augmente lorsqu'on augmente la température d'hypertrempe. A partir d'observations en Microscopie Electronique en Transmission (MET), cet adoucissement a été attribué à la dissolution quasiment complète des carbures dans la matrice sous traitement thermique d'hypertrempe à la température 1573K, ce qui n'est pas le cas à 1373K.

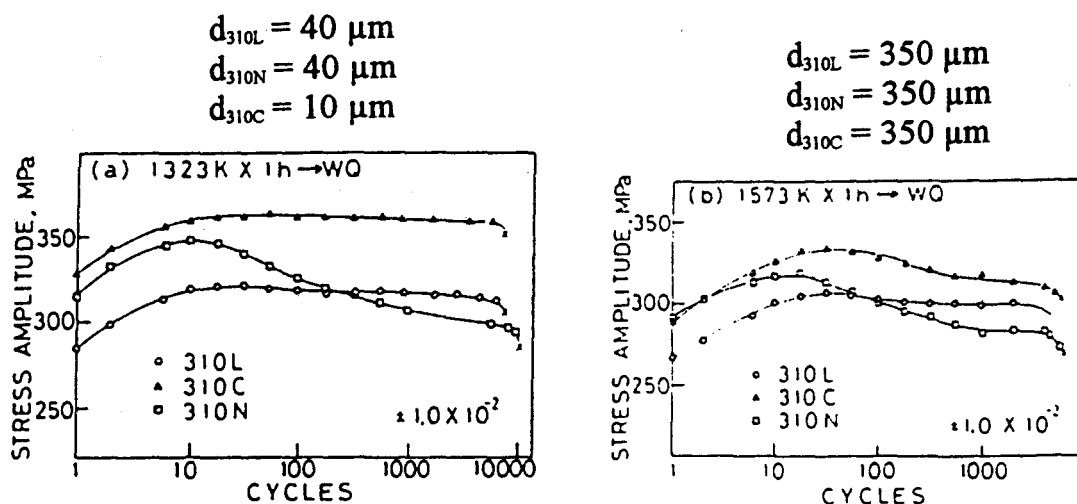


Figure I.28 Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles pour les aciers 310L, 310C et 310N à 300K ( $\varepsilon_f = \pm 1.1\%$ ) ; températures d'hypertrempe : (a) 1323K, (b) 1573K [Shibata et al., 1985]

#### d) Effet d'une transformation martensitique

Lorsqu'il y a formation de martensite  $\alpha'$  en cours de sollicitation cyclique dans un acier inoxydable austénitique, on observe un durcissement secondaire durant la phase dite de "stabilisation" [Ogata et al., 1990 ; Vogt, 1991 ; Sadough, 1994]. La Figure I.29 montre les évolutions de la contrainte maximale atteinte en traction, en fonction du nombre de cycles, dans un acier type AISI 304L fatigué à 300K (figure I.29a) et à 77K (figure I.29b) respectivement [Sadough, 1994]. Ces courbes se caractérisent par :

- à 300K, trois stades : un léger durcissement initial suivi d'un très léger adoucissement (plus marqué à bas niveau de déformation), puis un durcissement qui se poursuit jusqu'à rupture ;

- à 77K, trois stades également : un phénomène de consolidation qui s'instaure tout d'abord très lentement au cours des trois premiers cycles, puis s'intensifie fortement jusqu'au vingtième cycle et finalement se ralentit pour aboutir à une quasi-stabilisation ; l'intensité de durcissement dans le deuxième stade est d'autant plus forte que l'amplitude de déformation imposée est importante ; ce stade de durcissement s'étend sur un nombre de cycles d'autant plus grand que l'amplitude de déformation imposée est plus faible.

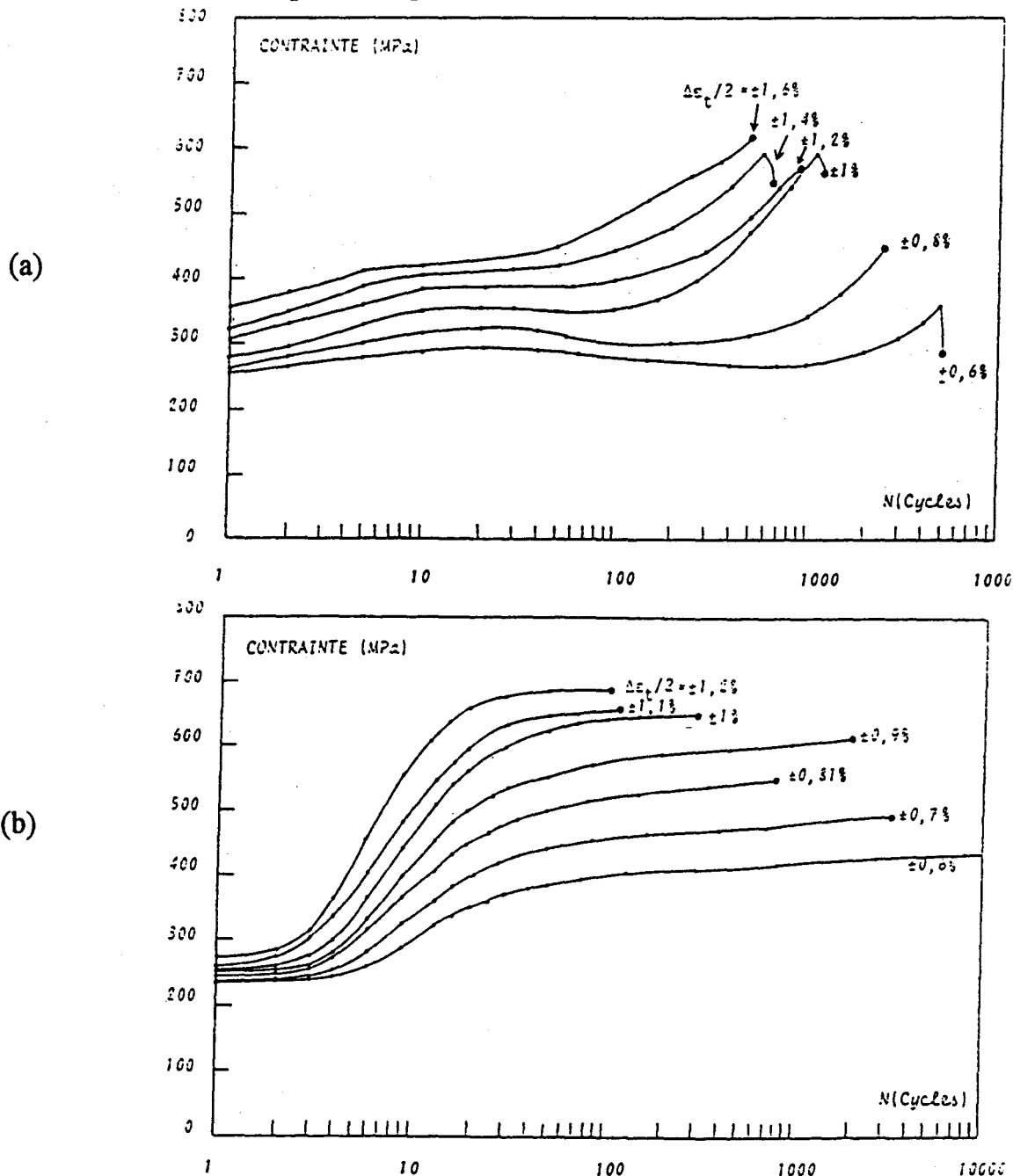


Figure I.29 Evolutions de l'amplitude de contrainte maximale en traction, en fonction du nombre de cycles, dans un acier type AISI 304L : (a) à 300K et (b) à 77K [Sadough, 1994]



Des mesures de taux de martensite indiquent que :

- à 300K, la martensite se forme dès la fin du deuxième stade d'évolution de la contrainte, ce qui se traduit par une consolidation cyclique durant le troisième stade, dont l'intensité augmente avec le niveau de déformation totale imposée ;
- à 77K, une quantité importante de martensite se forme dès les tout premiers cycles, conduisant à une consolidation immédiate, qui s'intensifie progressivement jusqu'au vingtième cycle, pour se ralentir nettement et disparaître par la suite.

Cette étude de Sadough montre de façon évidente que les fortes consolidations cycliques observées sont associées au phénomène de transformation martensitique et confirme donc les résultats de Baudry [Baudry et al., 1977] (cf. § I.1.3.3).

La forme des courbes d'évolution de l'amplitude de contrainte au cours du cyclage dépend du degré de transformation martensitique induite par la fatigue. Les aciers AISI 304 à 300K [Sadough, 1994], 316L à 77K [Vogt, 1991] et 316LN à 4K [Ogata et al., 1990] sont le siège d'un faible taux de transformation martensitique induite par fatigue. Leurs courbes d'évolution des contraintes au cours du cyclage ont l'allure de celles présentées en Figure I.29a. En revanche, l'acier 304 à 77K est le siège d'un fort taux de transformation martensitique induite par fatigue. Les courbes d'évolution des contraintes au cours du cyclage ont l'allure définie en Figure I.29b. La quasi-stabilisation des contraintes obtenue après cyclage à haut niveau de déformation est associée à une saturation du taux de transformation martensitique.

## I.2.2 Résistance à la fatigue plastique oligocyclique

La durée de vie en fatigue,  $N_R$ , ou nombre de cycles à rupture, peut se décomposer en un nombre de cycles à l'amorçage,  $N_a$ , et un nombre de cycles à la propagation,  $N_p$  :

$$N_R = N_a + N_p.$$

Le sens donné au terme "amorçage" dépend des auteurs. Il dépend plus précisément des moyens d'observation utilisés pour détecter une première fissure. En l'absence d'un accord général sur cette définition, on peut reprendre celle proposée par Pineau et Rabbe [Pineau 1976 ; Rabbe, 1982] : le nombre de cycles à l'amorçage,  $N_a$ , est le nombre de cycles nécessaire pour atteindre une profondeur de

microfissure de l'ordre de 0,1mm ; cela correspond par ailleurs à une taille de défaut de l'ordre de la taille de grain de nombreux aciers. Malgré l'absence d'une transition claire entre l'amorçage et la propagation des fissures, il est couramment admis en fatigue plastique oligocyclique, que la phase d'amorçage comprend la période d'accommodation et la période de stabilisation de la contrainte.

On peut distinguer trois étapes, dans l'amorçage d'une macrofissure en fatigue plastique :

- 1 - au cours des premiers cycles, la structure des dislocations évolue et résulte en un durcissement-adoucissement cyclique, caractérisé par une localisation progressive de la déformation plastique dans des bandes de glissement qui, émergant à la surface, donnent naissance à des intrusions-extrusions ;
- 2 - des microfissures vont alors s'amorcer en fond des intrusions, lieux de concentrations de contraintes importantes ;
- 3 - ces microfissures vont ensuite se propager en surface, puis coalescer jusqu'à formation d'une macrofissure.

L'endommagement d'un matériau commence donc par l'amorçage des microfissures. Cette phase peut être définie comme une phase de passage d'un milieu continu à un milieu discontinu ; l'endommagement se produit donc la plupart du temps en surface [Forsyth, 1972], ce qui peut s'expliquer de la manière suivante :

- la surface est un site préférentiel pour la génération des dislocations ;
- les dislocations sont plus mobiles à la surface qu'à coeur (la déformation plastique des grains surfaciques est plus facile, parce que ces grains possèdent beaucoup moins de voisins ;
- la surface est soumise à l'agressivité de l'environnement.

Pour avoir une bonne résistance à l'amorçage, il faut trouver les moyens d'homogénéiser la répartition de la déformation plastique, et/ou d'améliorer l'état de surface, afin de retarder l'amorçage des microfissures. L'addition d'azote interstitiel ou la diminution de la température peuvent jouer un rôle important sur cette homogénéisation.

La phase de propagation de fissure commence après la formation d'une ou plusieurs macrofissures, et dure jusqu'à la rupture brutale de la pièce. Cette phase couvre une portion de la durée de vie d'autant plus grande que le niveau de déformation imposée est élevé (Figure I.30).

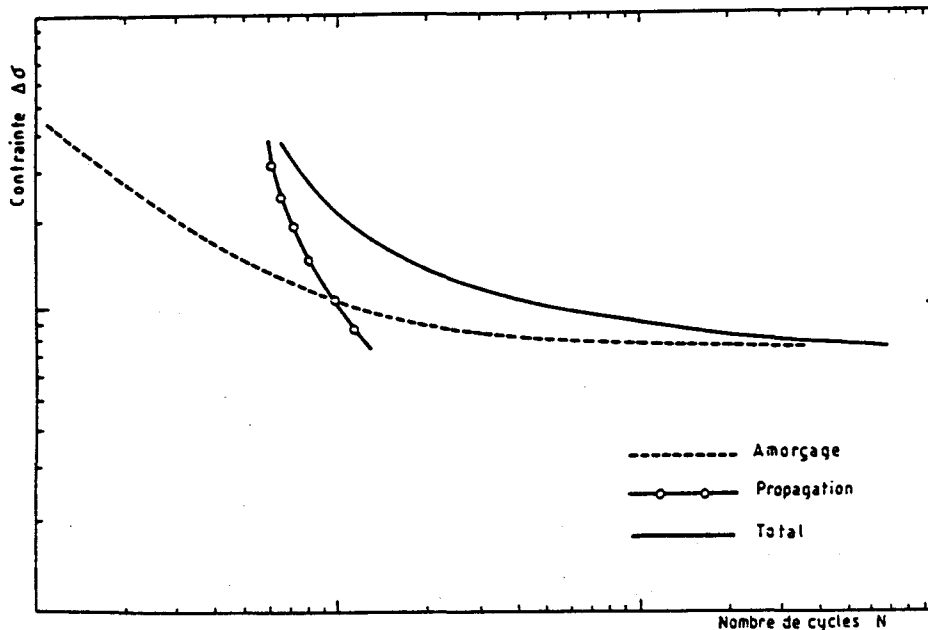


Figure I.30 Courbe schématique "Contrainte - Nombre de cycles à rupture" donnant les durées de vie à l'amorçage et à la propagation [Rabbe, 1982]

En principe, une bonne résistance à la fatigue implique deux qualités essentielles : un amorçage tardif des fissures, et une propagation lente de ces fissures. Cette résistance peut être influencée par différents facteurs, plus ou moins influents : composition chimique, traitement thermique initial, conditions d'essai (température, vitesse de déformation, type de sollicitation, prédéformation). Ainsi, l'augmentation de la température ou la diminution de la vitesse de déformation ont un effet défavorable sur les durées de vie en fatigue plastique oligocyclique des aciers inoxydables austénitiques type 316 initialement hypere trempés [Kanazawa et al., 1973 ; Jaske et al., 1982]. En revanche, à température ambiante, une contrainte moyenne ou une prédéformation a un effet favorable [Chaboche et al., 1980 ; Manjoine et al., 1982] ; dans le cas d'une prédéformation, ceci est attribué à une décroissance de l'amplitude de déformation plastique stabilisée. Dans des aciers inoxydables austénitiques métastables, la transformation martensitique au cours du cyclage peut influencer à la fois la résistance à l'amorçage des microfissures et la résistance à la propagation de fissure.

### I.2.2.1 Effet de la composition chimique

La composition chimique, exceptée la teneur en azote, n'a pas d'effet important sur la durée de vie des aciers inoxydables austénitiques stables de la série 300 (types AISI 304, 310, 316, 321 et 347), du moins aux températures où la restauration n'intervient pas [Yamaguchi et al., 1980]. En revanche, une teneur croissante en azote en solution solide augmente la durée de vie en fatigue plastique oligocyclique à température ambiante des aciers type 316L-316LN [Degallaix et al., 1983 ; Vogt et al., 1984], au moins jusqu'à 0,12%N, et ce d'autant plus que le niveau de déformation est élevé (figure I.31) [Degallaix S., 1986]. Les résultats de cet auteur montrent également un effet bénéfique de l'azote en solution solide en fatigue plastique oligocyclique à 600°C. Cet effet bénéfique de l'azote à 600°C a aussi été observé par Nilsson [Nilsson, 1984] sur des aciers 316-316N.

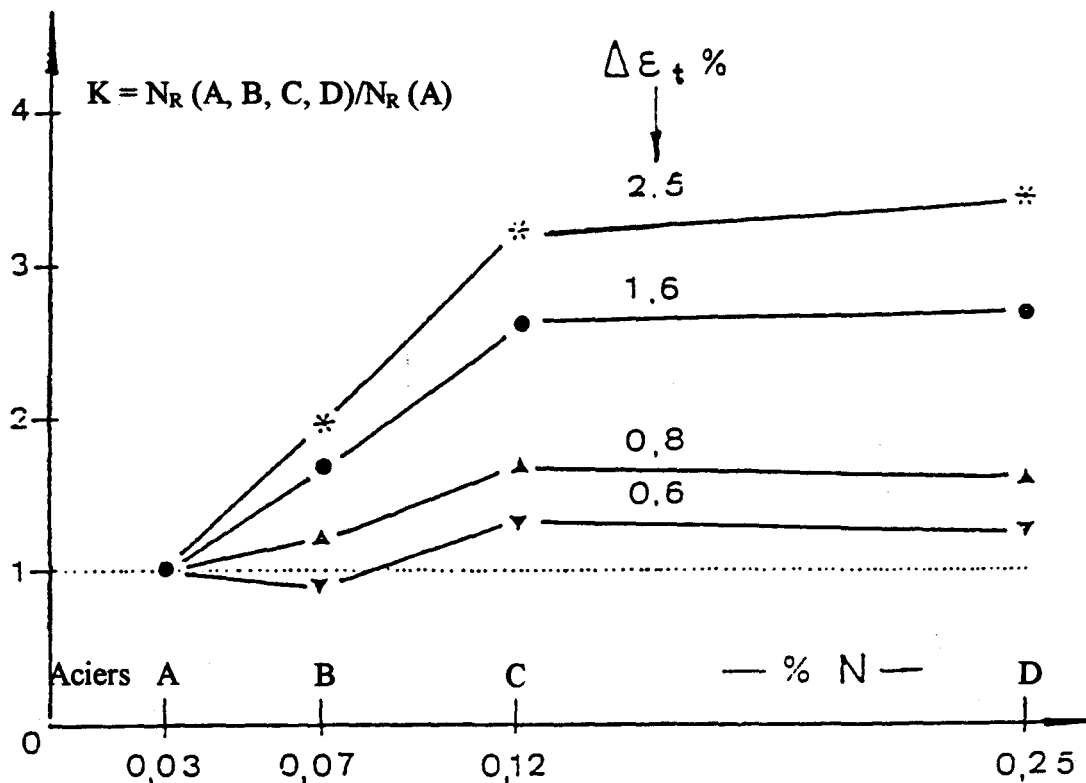


Figure I.31 Gain de durée de vie en FPO d'aciers AISI 316L-316LN en fonction de la teneur en azote, à différents niveaux de déformation imposée [Degallaix S., 1986]

A partir de mesures des interstries observables sur les faciès de rupture d'éprouvettes cylindriques de révolution d'aciers AISI 316L et 316LN, rompues en

FPO à température ambiante, Degallaix [Degallaix S, 1986] a évalué les fractions de durées de vie couvertes par la propagation, et par différence, celles couvertes par l'amorçage. Ses résultats, montrent que la présence d'azote interstitiel améliore la durée de vie de ces aciers en agissant à la fois sur la phase d'amorçage et sur la phase de propagation.

### I.2.2.2 Effet de la température

Les études de Nachtigall [Nachtigall et al., 1975] sur le comportement en FPO des aciers inoxydables austénitiques types AISI 304L et 310, et Shepic [Shepic et al., 1978] sur des aciers types AISI 304L et 316, à 300K, 77K et 4K, indiquent l'effet bénéfique d'une diminution de la température sur la résistance à la fatigue de ces aciers, au moins pour  $N_R > 1000$  cycles. Ces résultats montrent une résistance à la fatigue plus importante pour les aciers 310 et 316 que pour les aciers 304L. Sur un acier 316LN, l'effet bénéfique d'une diminution de la température sur la résistance à la fatigue a été confirmé respectivement par Vogt de 300K à 77K [Vogt, 1991] (figure I.32) et Ogata de 300K à 4K [Ogata et al., 1990]. Les résultats de Vogt confirment également l'effet bénéfique d'une augmentation de la teneur en azote interstitiel.

Pour un acier inoxydable austénitique type 18-12, une diminution de la température résulte en une diminution quasi-linéaire de l'EFE [Lecroisey et al., 1972], qui entraîne une répartition plus homogène de la déformation plastique, et conduit essentiellement à une amélioration de la résistance à l'amorçage des microfissures.

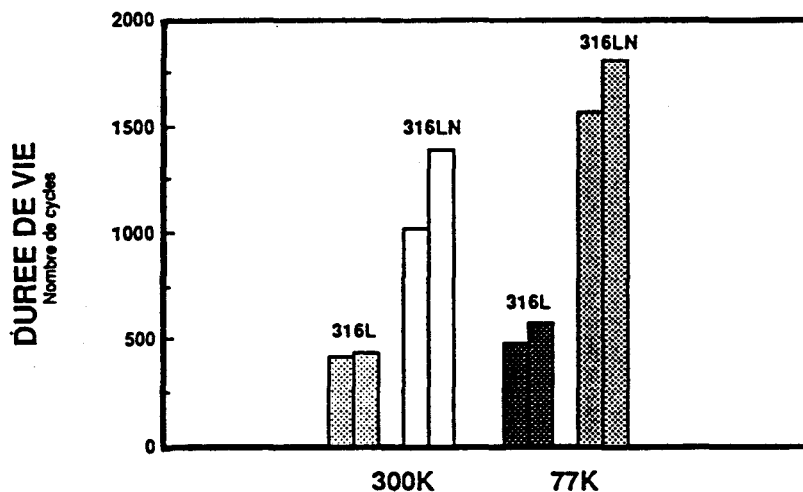


Figure I.32 Comparaison des durées de vie en fatigue plastique oligocyclique d'aciers type 316L-316LN, à 300K et 77K ( $\Delta\varepsilon_p = 2,5\%$ ) [Vogt, 1991]

Des essais de fatigue propagation sur des aciers types AISI 304, 304L, 310S et 316, à 300K, 77K et 4K, menés par Tobler [Tobler et al., 1978], indiquent un comportement de propagation quasiment identique pour tous ces alliages avec une faible diminution de la vitesse de propagation de fissure lorsque la température diminue de 300K à 77K et une vitesse quasiment identique à 77K et 4K (Figure I.33). Ces résultats montrent alors que l'influence de la composition chimique sur la résistance à la propagation des aciers inoxydables austénitiques série 300 est négligeable et que la diminution de la température de 300K à 77K améliore leur résistance à la propagation des fissures. L'étude de Pineau [Pineau et al., 1974] sur des aciers Fe-18Cr-6,5Ni-0,19C (AISI 301), Fe-34Ni, Fe-16Cr-13Ni et Fe-31,5Ni indique que la limite d'élasticité de ces aciers joue un rôle important sur ces vitesses de propagation de fissure : la vitesse de propagation de fissure diminuerait lorsque la limite d'élasticité augmente.

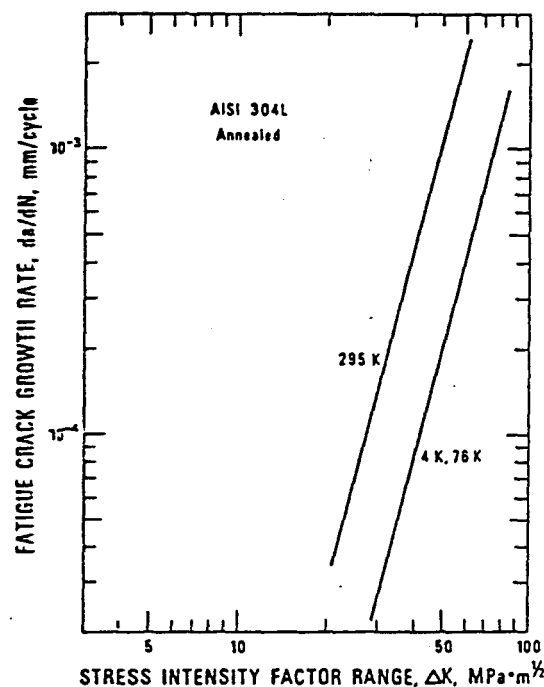


Figure I.33 Vitesses de propagation de fissure en fonction de l'amplitude de  $\Delta K$  pour un acier inoxydable austénitique type AISI 304L à 300K, 77K et 4K [Tobler et al., 1978]

### I.2.2.3 Effet d'une transformation martensitique

#### a) sur la phase d'amorçage des microfissures

Très peu d'études publiées à ce jour, à notre connaissance, portent sur l'effet d'une transformation martensitique sur la résistance à l'amorçage dans des aciers inoxydables austénitiques. Selon Maier [Maier et al., 1993] la transformation martensitique a un effet complexe sur cette résistance à l'amorçage ; en particulier, les conditions dans lesquelles la martensite se forme ( $\Delta\varepsilon_p/2$ , T) peuvent jouer un rôle important sur cette résistance.

Maier [Maier et al., 1993] a étudié l'effet d'un pré-cyclage en déformation ( $\Delta\varepsilon_p/2 = 2,5\%$  et  $1,25\%$ ,  $R\varepsilon = -1$ ) pratiqué à 203K et 103K, sur la durée de vie résiduelle en fatigue à température ambiante sous  $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,65\%$  d'un acier inoxydable austénitique type 304L ; les pré-cyclages à basse température ont été poursuivis jusqu'à atteindre l'amplitude maximale de contrainte.

Pour les deux températures de pré-cyclage, 203K et 103K, Maier observe un taux de martensite  $\alpha'$  quasiment identique ( $83\% \pm 1\%$ ) après pré-cyclage, qui est par ailleurs le taux maximum obtenu dans son étude. La martensite  $\alpha'$  induite est essentiellement constituée de lattes après prédéformation à 103K, tandis qu'après prédéformation à 203K, elle est constituée d'aiguilles. Il s'en suit des résistances résiduelles,  $N_f$ , très différentes (tableau I.8). La durée de vie résiduelle augmente avec l'augmentation de température et avec la diminution du niveau de déformation lors du pré-cyclage. Selon Maier [Maier et al., 1993], seule la martensite formée à haut niveau de prédéformation ( $\Delta\varepsilon_p = 2,5 \cdot 10^{-2}$ ) constitue des lieux privilégiés d'amorçage des microfissures. Il n'a pas mené plus loin son interprétation.

T [K]	$\Delta\varepsilon_p$	$N_f$
103	$2,5 \cdot 10^{-2}$	1153
103	$1,25 \cdot 10^{-3}$	3094
203	$2,5 \cdot 10^{-2}$	3328
203	$1,25 \cdot 10^{-3}$	5403

Tableau I.8 Durées de vie résiduelles,  $N_f$ , de l'acier 304L cyclé à température ambiante sous  $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,65\%$  après pré-cyclage à la température T sous différents  $\Delta\varepsilon_p$  [Maier et al., 1993]

## b) sur la phase de propagation des microfissures

A partir de mesures des interstries observables sur les faciès de rupture d'éprouvettes d'acier inoxydable Fe-18Cr-6,5Ni-0,19C, Baudry [Baudry et al., 1976] montre que la transformation martensitique a un effet défavorable sur la résistance à la propagation de fissure.

En revanche, l'étude menée par Pineau sur des aciers austénitiques Fe-16Cr-13Ni et Fe-18Cr-6,5Ni-0,19C montre qu'une transformation martensitique en cours de cyclage a un effet bénéfique sur la résistance à la propagation de fissure [Pineau et al., 1974]. Cet effet est confirmé par Vogt [Vogt, 1991] et Brahmi [Brahmi et al., 1992] dans des aciers 316L et 304L respectivement par des essais de propagation de fissure par fatigue. La figure I.34 montre les évolutions des vitesses de propagation de fissure en fatigue d'acier 304L en fonction du facteur d'intensité de contrainte, à 300K et 77K respectivement obtenues par Brahmi ; pour un niveau donné de variation de facteur d'intensité de contrainte, la propagation de fissure est plus lente à 77K qu'à température ambiante. Cette diminution de la vitesse de propagation avec l'abaissement de température est attribuée par l'auteur à une bonne accommodation en fond de fissure, due à la présence de martensite.

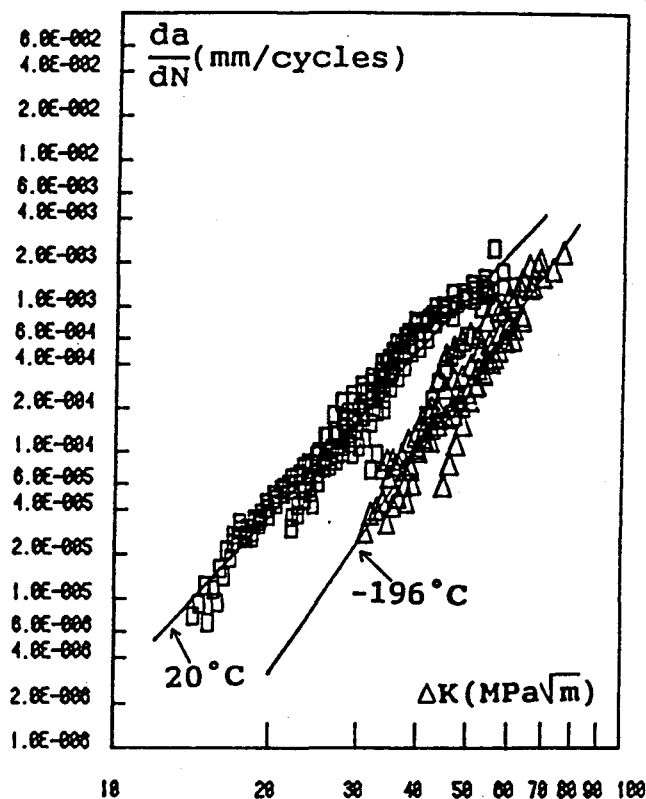


Figure I.34 Vitesses de propagation de fissure en fatigue en fonction de  $\Delta K$ , dans un acier inoxydable 304L, à 300K et à 77K [Brahmi et al., 1992]



## I.3 CONCLUSION

Nous avons tenté, dans ce chapitre bibliographique, de faire le point des connaissances actuelles sur les aciers inoxydables austénitiques concernant : i) les transformations martensitiques induites par déformation à basse température, ii) l'évolution des contraintes au cours du cyclage en fatigue plastique oligocyclique et les mécanismes macroscopiques et microscopiques associés, iii) l'influence d'une diminution de température et d'une augmentation de la teneur en azote interstitiel, sur les différentes phases du comportement en fatigue plastique oligocyclique.

### *Transformation martensitique*

Les transformations martensitiques dans les aciers inoxydables austénitiques sont du type  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$  ou  $\gamma \rightarrow \alpha'$ . L'influence de la température sur ces transformations est mise en évidence par les quatre températures  $M_s$ ,  $M_d$ ,  $E_s$  et  $E_d$  définies dans la littérature, sur lesquelles la composition chimique de l'alliage et son énergie de faute d'empilement ont un rôle essentiel. En effet, les transformations martensitiques peuvent être considérées comme des transformations cristallographiques résultant du glissement planaire de dislocations dissociées, favorisé entre autres par une faible EFE et par un abaissement de la température.

Différents modèles ont été proposés pour rendre compte de la cinétique des transformations martensitiques. Il semble que le modèle de Angel soit correctement vérifié, tant sous sollicitations monotones que cycliques. Sous sollicitations monotones, le taux de martensite induite est fonction de la déformation plastique appliquée. Sous sollicitations cycliques, le problème est plus complexe : le taux de martensite induite est à la fois fonction du niveau de déformation plastique imposé et de la déformation plastique cumulée au cours du cyclage.

Enfin la transformation martensitique de l'austénite s'accompagne en général d'une déformation plastique induite appelée "plasticité de transformation".

### *Evolution des contraintes en fatigue plastique oligocyclique*

L'azote interstitiel, la diminution de la température, la taille de grain et la transformation martensitique peuvent modifier les sens d'évolution de l'amplitude de contrainte au cours du cyclage en fatigue plastique oligocyclique des aciers inoxydables austénitiques.

Dans la zone d'accommodation, après un bref durcissement initial, l'azote interstitiel entraîne un adoucissement d'autant plus intense que le niveau de

déformation décroît. La présence d'azote interstitiel résulte en l'apparition de martensite  $\varepsilon$ , et retarde la formation de martensite  $\alpha'$  sous sollicitation cyclique à basse température.

La taille de grain des aciers n'a pas d'effet notable sur le comportement de durcissement-adoucissement cyclique.

La diminution de la température entraîne une augmentation de l'adoucissement d'accommodation, et conduit à des structures de dislocations moins enchevêtrées et plus planes, qui favorisent la transformation martensitique.

Lorsqu'il y a formation de martensite au cours de la sollicitation cyclique, un durcissement secondaire apparaît durant la phase dite de "stabilisation".

#### *Résistance à la fatigue plastique oligocyclique*

La durée de vie en fatigue plastique oligocyclique des aciers inoxydables austénitiques est fortement influencée par la teneur en azote, la température et l'existence de transformation martensitique. Ces trois facteurs interagissent et jouent différemment sur les phases d'amorçage et de propagation.

L'augmentation de la teneur en azote interstitiel et la diminution de la température ont un effet bénéfique sur la résistance à la fatigue plastique oligocyclique des aciers inoxydables austénitiques :

- l'azote interstitiel améliore à la fois la durée de vie à l'amorçage et à la propagation ;
- la durée de vie à l'amorçage augmente lorsque la température diminue, pour la phase de propagation, les résultats sont moins clairs.

En fin, la transformation martensitique en cours de cyclage a un effet complexe sur la durée de vie à l'amorçage, dépendant des conditions dans lesquelles elle a eu lieu. Elle a un effet contradictoire sur la durée de propagation.

## **CHAPITRE II : Etude expérimentale**

## II.1 MATERIAU ETUDIE

Le matériau étudié est un acier inoxydable austénitique Z2CND17.13 allié à l'azote (AISI 316LN) de nuance commerciale. Cet acier se caractérise par une faible teneur en carbone, de manière à assurer la soudabilité et surtout éviter la précipitation de carbures intergranulaires. Cette faible teneur en carbone est compensée par une addition importante d'azote, qui permet d'augmenter les caractéristiques mécaniques, particulièrement à basse température. Les très faibles teneurs en soufre et en phosphore de cet alliage évitent au maximum la présence d'inclusions à l'intérieur des grains ou sur les joints de grains. Cet alliage a également de bonnes caractéristiques de résistance à la corrosion, une ductilité élevée, et il est de mise en forme facile, à l'ambiante comme à basse température. Les bonnes caractéristiques de ce matériau à basse température permettent son utilisation en cryogénie. Cet acier est utilisé dans la structure de Tore Supra (première machine en fonctionnement utilisant un aimant supraconducteur), pour les boîtiers des bobines supraconductrices du champ toroïdal.

### II.1.1 Composition chimique et traitement thermique

La composition chimique de cet acier est donnée dans le tableau II.1.

Cr	Ni	C	N	Si	Mn	Mo	P	S	Fe
17,2	13,5	<0,03	0,16	<1	<2	2,5	<,045	<0,03	bal.

Tableau II.1 Composition chimique (en % poids)

L'application de la relation de Pickering (cf. § I.1.1.2, relation (I.5)) donne une température  $M_s$  inférieure à 0 K, indiquant qu'aucune transformation martensitique n'est susceptible d'apparaître dans l'alliage par simple abaissement de la température.

Avant l'usinage des éprouvettes, cet acier a subi un laminage croisé jusqu'à une épaisseur de tôle de 50 mm, suivi d'un traitement thermique d'hypertrempe (effectué avant la livraison du matériau), à savoir un maintien d'une minute par millimètre d'épaisseur à la température de 1050°C, suivi d'une trempe à l'eau. Pour vérifier la qualité du premier traitement thermique d'hypertrempe, nous avons renouvelé ce traitement thermique sur 4 éprouvettes, avant de leur usinage. Un tel

traitement permet la mise en solution solide des éléments interstitiels (C et N) et des éléments substitutionnels (Cr, Ni, Mo, Mn...), tout en conservant la structure austénitique obtenue après élaboration.

## II.1.2 Microstructure

Les observations microstructurales du matériau étudié ont été effectuées dans trois plans (longitudinal : SL ; transversal ; ST ; à 45° : S45), dans la partie utile d'une éprouvette. Le sens de prélèvement des éprouvettes et les trois plans d'observation sont présentés sur la figure II.1.

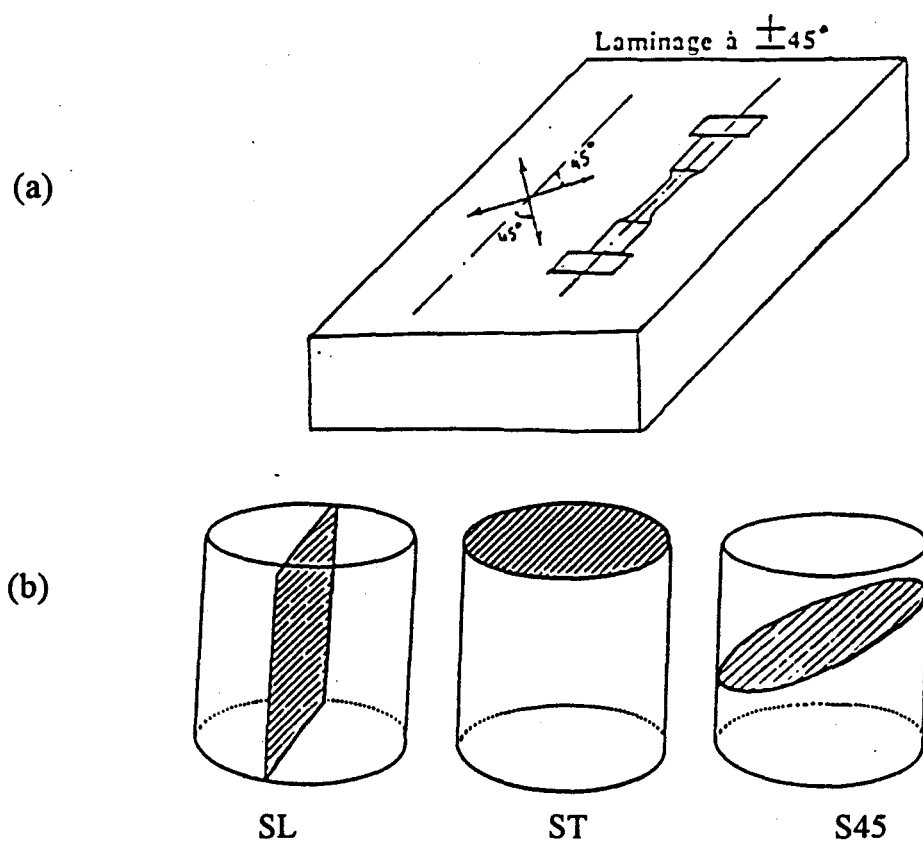


Figure II.1 (a) Schéma de prélèvement des éprouvettes (b) Définition des plans d'observation (SL, ST et S45), dans la partie utile d'une éprouvette

La microstructure observée après un polissage mécanique jusqu'à  $1\mu\text{m}$  et une attaque chimique à l'eau régale (50% HCL, 17% HNO<sub>3</sub>, 33% H<sub>2</sub>O) est présentée en Figure II.2, dans les trois plans d'observation.

La taille de grain a été mesurée selon la norme AFNOR N.F.A04-102. La méthode consiste à sélectionner sur l'image un cercle à l'intérieur duquel il existe au moins 50 grains complets : on compte le nombre de grains  $n_1$  à l'intérieur de cette surface (grains complets, ou non coupés) et le nombre de grains  $n_2$  en périphérie de cette surface (grains coupés). Le nombre total de grains sur cette surface est défini par :

$$N_1 = n_1 + \frac{n_2}{2} \quad (\text{II.1})$$

A partir du nombre de grains  $N_1$ , du diamètre du cercle  $D$ , et du grossissement de l'image  $K$ , on obtient le nombre de grains sur une surface de 1 mm<sup>2</sup> :

$$N = \frac{N_1}{\pi \cdot D^2 / 4K^2} \quad (\text{II.2})$$

Le diamètre moyen des grains en  $\mu\text{m}$  est alors obtenu par la relation :

$$d_{\text{moy}} = \frac{1000}{\sqrt{N}} \quad (\text{II.3})$$

Par cette méthode, on obtient un diamètre moyen de grain de  $80 \pm 4 \mu\text{m}$  dans chacun des plans de mesure. Par conséquent, on peut conclure à l'homogénéité et l'isotropie du matériau.

### II.1.3 Microdureté

La dureté Vickers ou Rockwell d'un matériau est le rapport de la charge, exprimée en kilogrammes-force, par la surface de l'empreinte, exprimée en millimètres carrés. Sur le microduromètre SOPELM utilisé, il est possible d'utiliser indifféremment les pyramides VICKERS ou KNOOP. Nous avons ici mesuré les duretés VICKERS. Les mesures ont été effectuées dans les trois plans prédéfinis.

Les résultats obtenus sont donnés en figure II.3 où HV-SL est la microdureté dans le plan SL, HV-ST celle dans le plan ST et HV-S45 celle dans le plan S45.

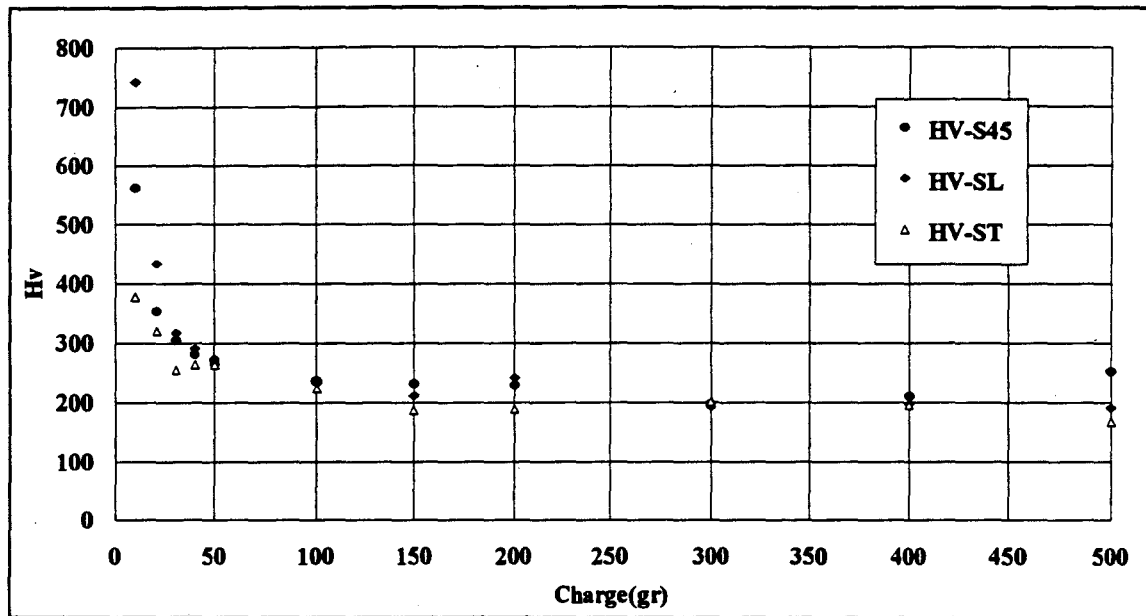


Figure II.3 Micoduretés VICKERS de l'acier 316LN étudié  
(1 point = moyenne de 16 valeurs)

Dans chaque plan, 16 mesures ont été effectuées dans 4 grains à raison de 4 mesures par grain, sous différentes charges. Pour chaque charge, la moyenne des 16 mesures a été calculée. La dureté varie avec la charge conformément à la courbe de la figure II.3, il convient de choisir la charge de manière à se situer sur le palier de dureté.

Les valeurs de microdureté sont quasiment identiques à forte charge (supérieure à 80 gr) pour les différents plans, ce qui traduit également une absence probable d'anisotropie du matériau.

### II.1.4 Identification et mesure de la teneur en martensite

Comme nous l'avons vu précédemment (§ I.1.1.2), la température  $M_d$  a un rôle important sur la stabilité de l'austénite sous déformation monotone. La transformation martensitique nécessite alors en effet une différence positive entre la température  $M_d$  et la température d'essai  $T$ . Selon Baudry [Baudry et al., 1977], cette température  $M_d$  est également caractéristique de l'apparition de la transformation martensitique en cours de chargement cyclique. Cet auteur montre qu'à une température inférieure à  $M_d$ , il existe une valeur critique de  $\Delta\varepsilon_p/2$ ,

appelée  $\Delta\varepsilon_p^C / 2$ , au-delà de laquelle, de la martensite peut apparaître dans la matrice austénitique.

Pour l'acier étudié, l'application de la relation de Pickering donne une température  $M_{d30}$  égale à 120K ( $M_{d30} < M_d$ ), indiquant qu'une transformation martensitique est susceptible d'apparaître sous chargement monotone ou cyclique à une température inférieure à 120K. Il convient alors pour notre étude de quantifier la teneur en martensite induite sous sollicitation à 77K, et de vérifier qu'il n'y a pas de transformation martensitique induite sous sollicitation, monotone ou cyclique, à température ambiante.

En raison du caractère ferromagnétique de la martensite, un aimant simple permet de détecter un taux de martensite relativement important dans la matrice austénitique : en approchant cet aimant de la partie utile de l'éprouvette, une force d'attraction se manifeste entre l'aimant et l'éprouvette, dont l'intensité augmente avec le taux de martensite.

Pour mesurer le taux de martensite dans la matrice austénitique, on peut également utiliser la méthode du ferrofluide [Seddouki, 1994]. Cette méthode est basée sur le caractère ferromagnétique de la martensite et non ferromagnétique de l'austénite. Le principe de cette méthode est présenté sur la figure II.4. Le ferrofluide utilisé est une suspension colloïdale contenant de minuscules particules ferromagnétiques. Lorsqu'on dépose ce fluide sur une surface, les particules ferromagnétiques se concentrent là où existe un champ magnétique important. Dans notre cas, le ferrofluide est déposé sur la surface polie d'une section de la partie utile d'une éprouvette d'acier 316LN, elle-même appliquée contre un aimant. Après un certain temps, on observe les lignes de champs magnétiques apparues dans la phase martensitique. La figure II.5 présente deux types d'images obtenues par cette méthode. Ces images concernent les sections polies d'éprouvettes fatiguées à 77K.



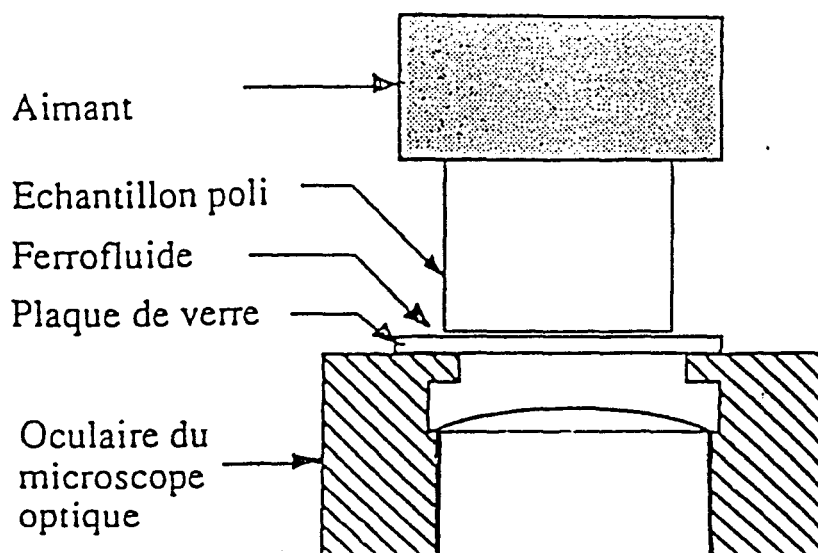
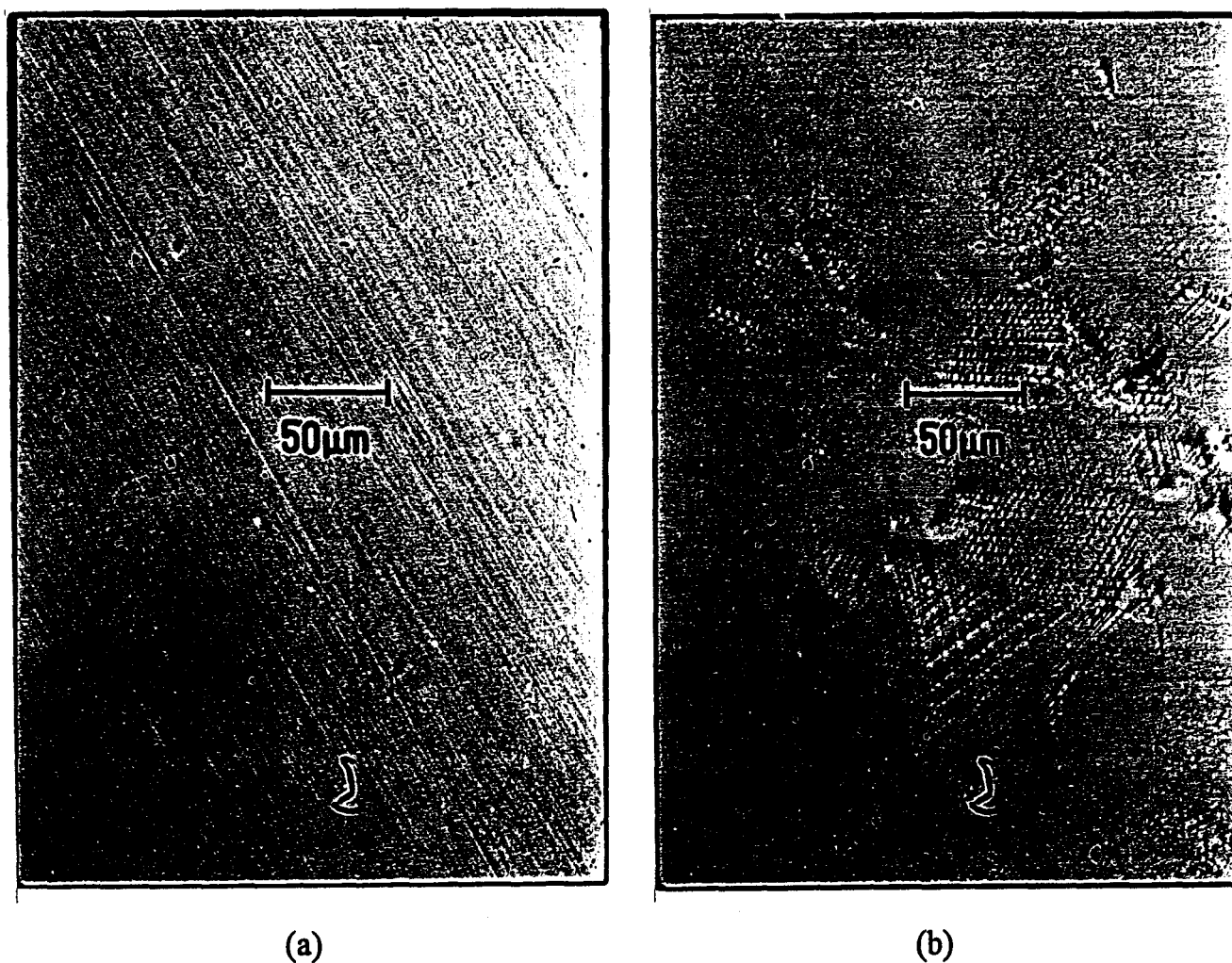


Figure II.4 Principe de la méthode du ferrofluide

Figure II.5 Type d'image obtenu par la méthode du ferrofluide : éprouvettes fatiguées à 77K, (a)  $\Delta\varepsilon_t = 2\%$  et (b)  $\Delta\varepsilon_t = 3,2\%$

Les deux méthodes précédentes ne sont que des méthodes qualitatives. Pour accéder à une mesure du taux de martensite, il faut recourir à des méthodes beaucoup plus complexes. Plusieurs méthodes existent. Pour en choisir une adaptée à notre problème, c'est à dire susceptible de mesurer des teneurs en martensite relativement faibles (inférieures à 10%), nous avons comparé les principes et les inconvénients de différentes méthodes : la méthode micrographique, la méthode radiocristallographique et les méthodes magnétiques (à champ de faible intensité, et à champ de forte intensité magnétique). Les principes de ces méthodes, leurs avantages et leurs inconvénients, et enfin la méthode retenue, sont brièvement décrits.

### **II.1.4.1 La méthode micrographique**

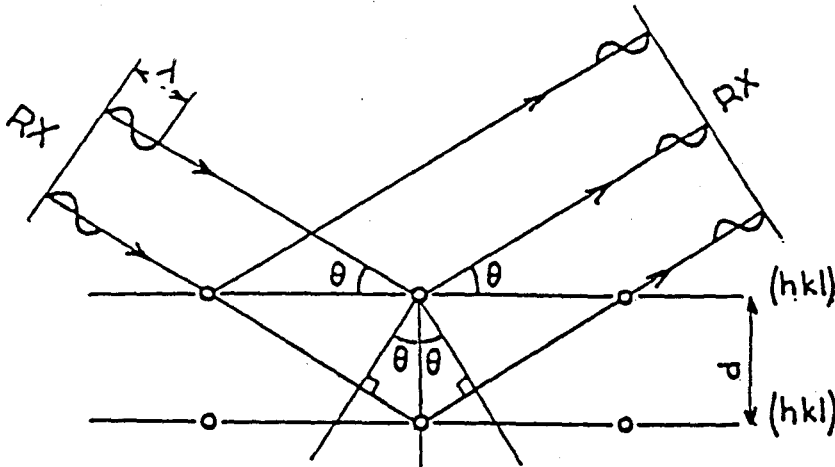
Cette méthode consiste en est un examen micrographique de la surface d'une éprouvette convenablement préparée afin d'y révéler les plages martensitiques ; la teneur en martensite est définie comme égale au rapport de la somme des aires des plages martensitiques à celle de la micrographie. Cette méthode a l'inconvénient d'être longue et de conduire à des incertitudes, pour les raisons suivantes :

- 1 - la répartition de la martensite est rarement uniforme ; en conséquence chaque examen micrographique donnera un renseignement très localisé, d'où nécessité d'examiner une grande surface ;
- 2 - les îlots de martensite présentent souvent une structure en aiguilles, qui rend difficile la détermination du taux de martensite par cette méthode ;
- 3 - pour des îlots de martensite très petits (de l'ordre de  $10\mu m$ ), et dans le cas où l'attaque chimique ne les révèle pas, il y a une sous-estimation de la teneur en martensite ; en revanche, si l'attaque élargit les joints de grains et/ou les joint de phases, il y aura sur-estimation de cette teneur ;
- 4 - il s'agit d'une mesure en surface, et non d'une mesure en volume.

### **II.1.4.2 La méthode radiocristallographique**

Cette méthode utilise la diffraction des rayons X par les différentes phases en présence. La martensite et l'austénite cristallisent respectivement dans les systèmes CC et CFC. Les conditions de diffraction d'un faisceau de rayons X, pour

chaque phase, sont définies par la relation de Bragg :  $n\lambda = 2d \sin \theta$  (figure II.6) où  $\lambda$  est longueur d'onde des rayons X en Angström,  $d$  la distance interréticulaire entre les plans (hkl) diffractant,  $\theta$  l'angle de diffraction et  $n$  un nombre entier positif.



$$\text{Relation de Bragg : } n\lambda = 2d \sin \theta$$

Figure II.6 Diffraction des rayons X par des plans cristallographique (hkl)

Le diffractogramme de l'acier est obtenu par la méthode goniométrique. L'intensité des raies (111) pour la phase austénitique ( $\gamma$ ), et (110) pour la phase martensitique ( $\alpha'$ ), est obtenue par intégration de la surface située sous le pic correspondant. A partir des intensités des raies diffractées par les deux phases, deux procédés de dosage des phases sont possibles : le procédé avec étalon interne, et le procédé dit absolu [Guiraldenq, 1967]. La première méthode consiste à procéder par étalonnage externe à partir d'échantillons contenant des quantités connues de martensite. La seconde méthode exige de calculer théoriquement, à partir de la connaissance des paramètres de maille des différentes structures cristallines, la relation qui lie le rapport des intensités à celui des volumes des deux phases.

Cette méthode, quand elle est au point, est relativement rapide, puisqu'elle ne dure que le temps nécessaire à l'enregistrement du diagramme de diffraction des raies choisies et au dépouillement. Elle présente néanmoins les inconvénients suivants :

1 - cette mesure est encore une mesure surfacique ; le faisceau de rayons X ne pénètre que jusqu'une profondeur de l'ordre de  $10 \mu m$  (fonction de la longueur d'onde des rayons X) ;

2 - la préparation de la surface est délicate : en effet, les contraintes résiduelles et l'écaillage en surface peuvent modifier les pics de diffraction et fausser les mesures ; la préparation doit être effectuée dans des conditions "douces" ;

3 - les intensités des pics de diffraction peuvent varier avec l'orientation des îlots de martensite dans la matrice austénitique ; cet effet peut être atténué, par rotation appropriée de la surface à analyser [Barbier et al., 1965].

### II.1.4.3 Les méthodes magnétiques

Les méthodes magnétiques sont basées sur les propriétés ferromagnétiques de la martensite. Un matériau ferromagnétique est composé d'un certain nombre de petites régions appelées domaines de Weiss, à l'intérieur desquels l'aimantation est à saturation [Kittel, 1958]. Si les directions d'aimantation sont distribuées statistiquement au hasard, l'ensemble de l'éprouvette présentera un champ magnétique résultant nul (figure II.7).

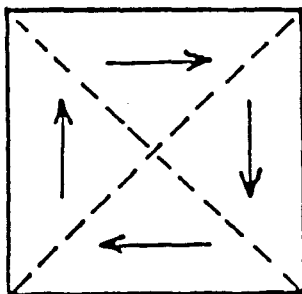


Figure II.7 Schématisation du mécanisme d'aimantation en l'absence de champ magnétique extérieur appliqué : directions d'aimantation distribuées statistiquement au hasard dans le matériau [Kittel, 1958]

D'après la théorie des domaines, l'augmentation du moment magnétique résultant dans l'éprouvette, sous l'action d'un champ magnétique extérieur appliqué de direction donnée, se fait par accroissement du volume des domaines orientés parallèlement au champ appliqué, aux dépens des domaines désorientés, ou par rotation des directions d'aimantation dans le sens du champ. Le premier phénomène (augmentation du volume des domaines) se produit pour des champs de faible

intensité, tandis que le deuxième (rotation des directions d'aimantation) ne se produit que pour des champs de forte intensité (figures II.8a et b respectivement).

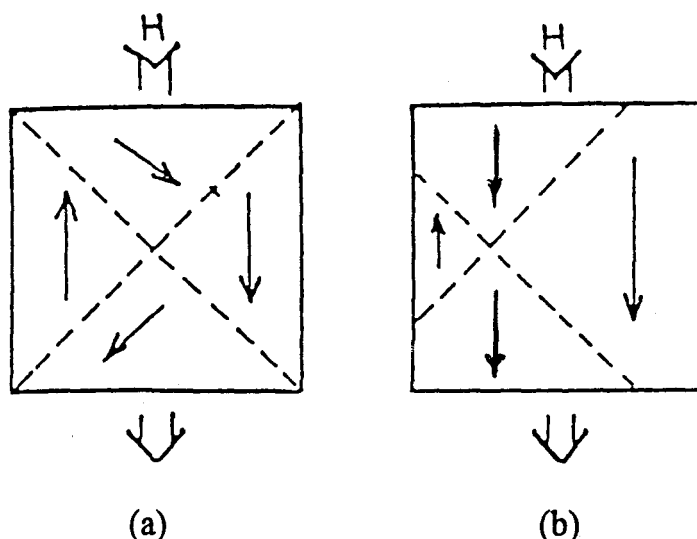


Figure II.8 Schématisation des mécanismes d'aimantation sous des champs magnétiques de faible intensité (a) et sous des champs magnétiques de forte intensité (b) [Kittel, 1958]

Les méthodes magnétiques se divisent alors en deux catégories : les méthodes à champ d'induction non saturant et les méthodes à champ d'induction saturant.

#### II.1.4.3.1 - Méthodes magnétiques à champ d'induction non saturant

Les méthodes à champ d'induction non saturant utilisent un champ d'induction relativement faible qui augmente le volume des domaines favorablement orientés par rapport au champ appliqué sans atteindre la saturation. Ces méthodes sont basées essentiellement sur l'hypothèse de la proportionnalité entre la grandeur mesurée (force d'attraction, perméabilité, variation de flux magnétique) et la teneur en phase ferromagnétique. Cette hypothèse de proportionnalité n'est pas tout à fait exacte lorsque le champ appliqué ne permet pas la saturation des îlots de martensite. Force d'attraction et variation de flux magnétique dépendent également de la perméabilité magnétique de la martensite ; celle-ci caractérise l'aptitude du matériau à l'aimantation ; elle dépend de la nature du matériau et du champ magnétique, et est

définie, lorsque les vecteurs induction magnétique  $\vec{B}$ , et champ magnétique  $\vec{H}$  sont colinéaires, par le rapport  $B/H$ . Or :

1 - les perméabilités magnétiques de deux échantillons de formes différentes d'un même matériau sont très dissemblables, comme l'indique le schéma de la figure II.9 [Meijer, 1963] : plus la longueur de l'éprouvette est grande par rapport à son diamètre, plus sa perméabilité magnétique est grande ;

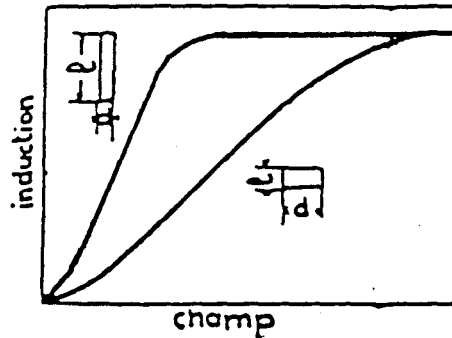


Figure II.9 Influence de la forme de l'échantillon sur les courbes de perméabilité magnétique [Meijer, 1963]

2 - si les îlots de martensite sont très petits (de l'ordre de  $10\mu m$ ) chacun d'eux constitue un domaine de Weiss, sans paroi à déplacer (influence de la dimension). Dans ce cas, il ne pourra pas y avoir augmentation du volume des domaines favorablement orientés par rapport au champ appliqué. La taille des îlots peut donc avoir une influence sur la courbe de perméabilité magnétique ;

3 - la perméabilité magnétique de la martensite ou de la ferrite dépend de leur composition chimique, en particulier de leur teneur en Ni et en Cr (influence de la composition chimique). Cet effet a été confirmé par Meijer [Meijer, 1963], sur la ferrite ;

4- la courbe de perméabilité magnétique d'un matériau contenant de la martensite ou de la ferrite dépend de la texture, c.a.d. de l'orientation préférentielle de la structure, et plus particulièrement des îlots de martensite lorsque le matériau n'est pas isotrope (influence de la texture) ;

5 - les mesures par les méthodes magnétiques à champ d'induction non saturant peuvent présenter une certaine incertitude, en cas de prémagnétisation des échantillons analysés (influence d'une prémagnétisation). Ce processus est accentué

si l'on effectue plusieurs mesures sur le même échantillon, ou au même emplacement sur l'échantillon, en particulier si on applique une forte intensité de champ magnétique.

#### II.1.4.3.2 - Méthodes magnétiques à champ d'induction saturant

Les méthodes à champ d'induction magnétique saturant utilisent un champ d'induction suffisamment intense pour orienter tous les domaines de Weiss parallèlement à la direction du champ. Ces méthodes éliminent toutes les sources d'erreurs affectant les méthodes précédentes. La précision des méthodes à champ d'induction saturant est de l'ordre de 0,5 à 1% en valeur absolue, et est indépendante de l'état structural des îlots de martensite (dimension, forme, orientation). Cette imprécision est due à l'incertitude de la mesure d'une part, et au calcul du moment magnétique à saturation d'autre part. Pourtant, une difficulté de ces méthodes est que l'austénite n'est pas tout à fait non magnétique, et que les mesures de faibles taux de martensite nécessitent des corrections ; selon Didieu [Didieu, 1952], cet effet magnétique de l'austénite est négligeable dans le cas des aciers inoxydables austénitiques.

La méthode choisie est l'une de ces méthodes. Nous la détaillons ci-dessous.

#### II.1.4.4 La méthode choisie

Le problème de dosage de la martensite reste encore délicat et nécessite une étude particulière à chaque cas. Une comparaison entre les incertitudes de résultats obtenues par les différentes méthodes décrites ci-dessus indique que pour des teneurs en martensite relativement faibles (inférieures à 10%) les méthodes magnétiques à champ d'induction saturant donnent des résultats très précis. C'est pourquoi, nous avons choisi l'une d'elles.

La méthode retenue est basée sur le moment magnétique spécifique à saturation de la martensite,  $(\sigma_s)_f$ , dans un alliage biphasé ( $\gamma + \alpha'$ ). Dans l'alliage biphasé ( $\gamma + \alpha'$ ), le moment magnétique spécifique (le moment magnétique par unité de masse) résultant  $(\sigma)_R$  peut être décomposé en deux moments [Bernier et al., 1979] :

$$(\sigma)_R = (\sigma)_f + (\sigma)_p \quad (\text{II.4})$$

où  $(\sigma)_f$  est le moment magnétique spécifique de la martensite  $\alpha'$ , et  $(\sigma)_p$  le moment magnétique spécifique dû au paramagnétisme de l'austénite. Ce dernier est défini par la relation :

$$(\sigma)_p = x_p \cdot H \quad (\text{II.5})$$

où  $x_p$  et  $H$  sont respectivement la susceptibilité magnétique de la phase  $\gamma$  et l'intensité du champ magnétique. Le moment magnétique spécifique de la martensite,  $(\sigma)_f$ , varie en fonction du champ magnétique, cette variation pouvant s'annuler lorsque l'intensité du champ dépasse un certain seuil appelé moment magnétique spécifique à saturation,  $(\sigma_s)_f$ , tandis que  $(\sigma)_p$  augmente linéairement en fonction du champ magnétique. En définitive, le moment magnétique résultant à saturation s'obtient par :

$$(\sigma_s)_R = (\sigma_s)_f + (\sigma)_p \quad (\text{II.6})$$

On observe, sur la figure II.10, l'évolution du moment magnétique pour une phase paramagnétique (courbe a), une phase ferromagnétique (courbe b) et le mélange de ces deux phases (courbe c), en fonction de l'intensité du champ magnétique.

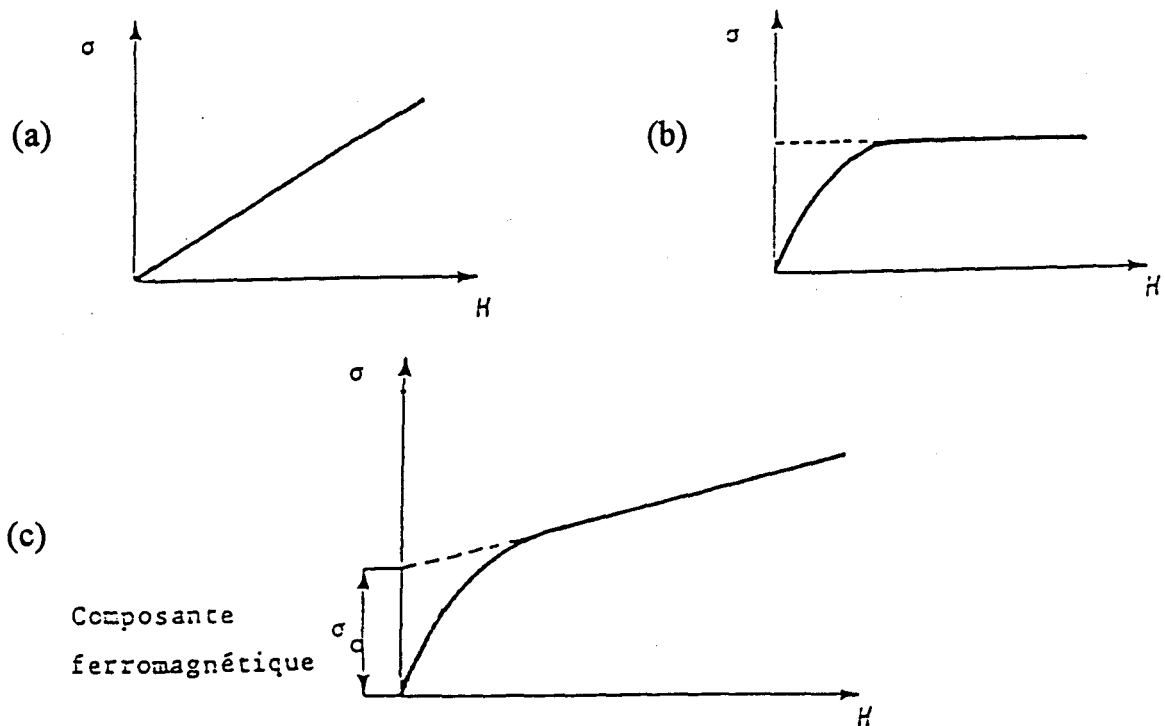


Figure II.10 Evolution du moment magnétique pour une phase paramagnétique (courbe a), pour une phase ferromagnétique (courbe b) et le mélange de ces deux phases (courbe c) en fonction de l'intensité du champ magnétique [Bernier et al., 1979]



A partir de la dernière courbe (c), et par extrapolation à  $H = 0$ , on peut retrouver la valeur  $\sigma_0$  correspondant au moment magnétique spécifique à saturation de la phase martensitique. L'influence de la composante paramagnétique est peu significative dans les aciers inoxydables austénitiques [Didieu, 1952]. Une relation linéaire entre le moment magnétique spécifique à saturation, et la fraction volumique de martensite  $\alpha'$  a été vérifiée expérimentalement par Rousseau et al. [Rousseau et al., 1970] dans le cas d'aciers inoxydables austénitiques type 18-8, en comparant les résultats obtenus par cette méthode avec ceux obtenus par diffraction des rayons X.

Les mesures du moment magnétique spécifique à saturation,  $(\sigma_s)_f$ , ont été effectuées à l'Université Nancy-I sur un magnétomètre de FONER, géré par le service commun de Magnétisme de cette Université. Cet appareil (voir schéma en figure II.11) est un magnétomètre à échantillon vibrant qui fonctionne sur le principe d'induction magnétique : quand un matériau est placé dans un champ magnétique uniforme, un moment magnétique  $y$  est induit. L'échantillon placé dans l'entrefer de l'électro-aimant, au centre des deux bobines excitatrices, est mis en mouvement par un système transducteur piloté par un oscillateur. Les bobines de mesure (bobines pick-up) sont placées dans ce champ magnétique et reliées à un lecteur digital (L). L'intensité de courant mesurée sur le lecteur, est proportionnelle au moment magnétique de l'échantillon. A l'aide de l'électro-aimant, on peut augmenter le champ magnétique de zéro à 20000 Oe (Oersted : unité de champ magnétique) ; en mesurant les moments magnétiques, on obtient alors les moments magnétiques spécifiques de l'échantillon, connaissant la masse de l'échantillon. Le moment magnétique minimal détectable par cet appareil est de  $5 \times 10^{-5}$  emu (emu, unité de moment magnétique en système C.G.S).

La fraction volumique de martensite,  $f$ , est alors obtenue par la relation :

$$f = \frac{(\sigma_s)_f}{(\sigma_s)_{f=1}} \quad (\text{II.7})$$

où  $(\sigma_s)_f$  est le moment magnétique spécifique à saturation de l'échantillon à doser, et  $(\sigma_s)_{f=1}$  est celui de l'échantillon à l'état entièrement martensitique ( $f = 1$ ).

La théorie de Didieu [Didieu, 1952] permet d'évaluer par le calcul le moment magnétique spécifique à saturation de l'acier étudié, à l'état entièrement martensitique. Cette théorie, expliquée en l'annexe I, est basée sur le moment magnétique à saturation par atome,  $R$ , des éléments constituant l'alliage.

L'application de cette théorie à notre acier donne  $(\sigma_s)_{f=1} = 80 \times 10^{-6} T.m^3.Kg^{-1}$ . A l'aide d'un témoin de fer pur  $\alpha$ , on peut directement étalonner l'appareil de mesure.

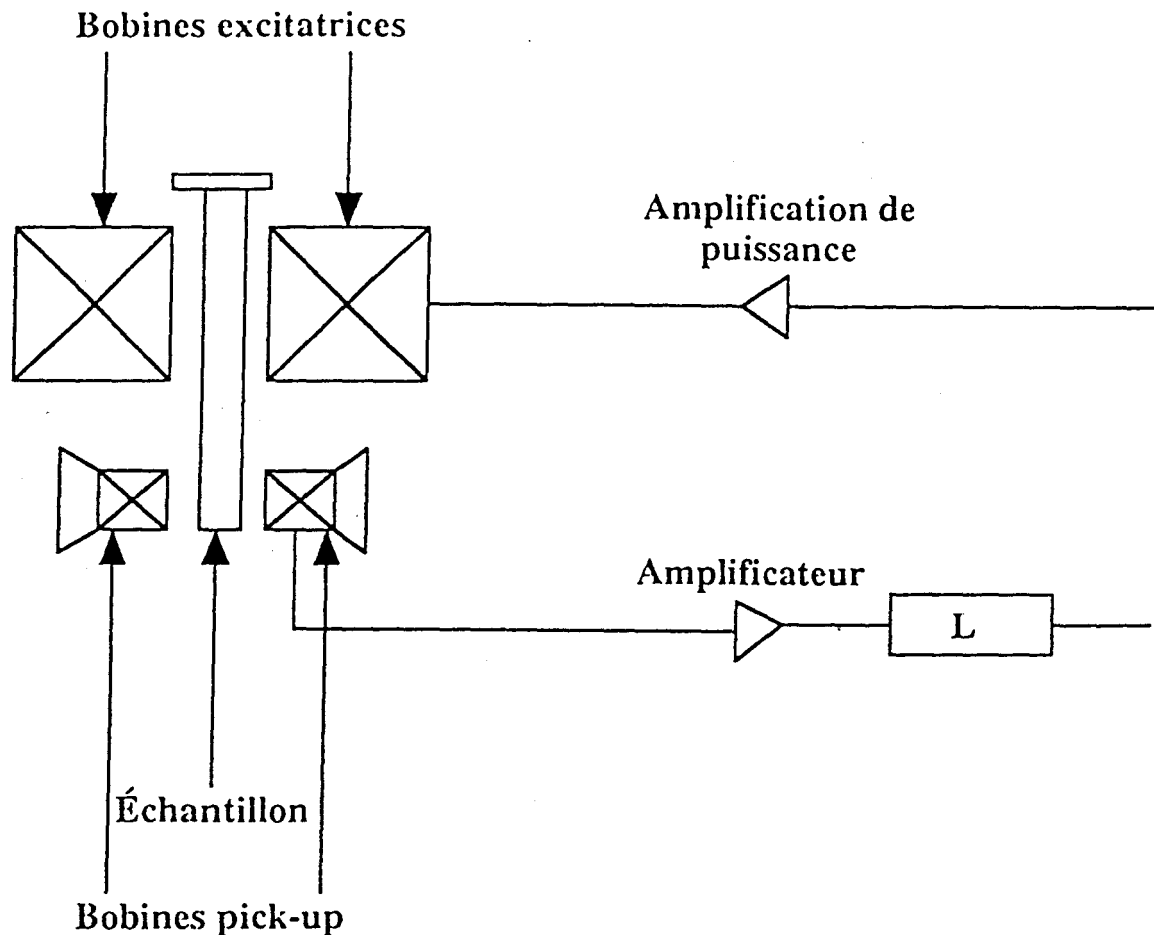


Figure II.11 Schéma de principe du magnétomètre de FONER

## II.2 CONDITIONS EXPERIMENTALES

### II.2.1 Machine d'essai

Pour effectuer les essais de traction monotone et de fatigue oligocyclique, à l'ambiante et basse température, nous avons utilisé une machine hydraulique de traction-compression, INSTRON 8501, servo-contrôlée, de capacité maximale 50 kN. Le pilotage de cette machine et l'acquisition des données d'essais sont effectués par un ordinateur à l'aide du logiciel FLAPS 5 (Fatigue Laboratory Applications Software) développé par INSTRON. Le vérin hydraulique de cette machine peut être piloté en charge, en déformation, ou en déplacement du vérin. Une photo de cette machine équipée du montage à froid conçu et réalisé au laboratoire pour cette étude, est donnée en Figure II.12.

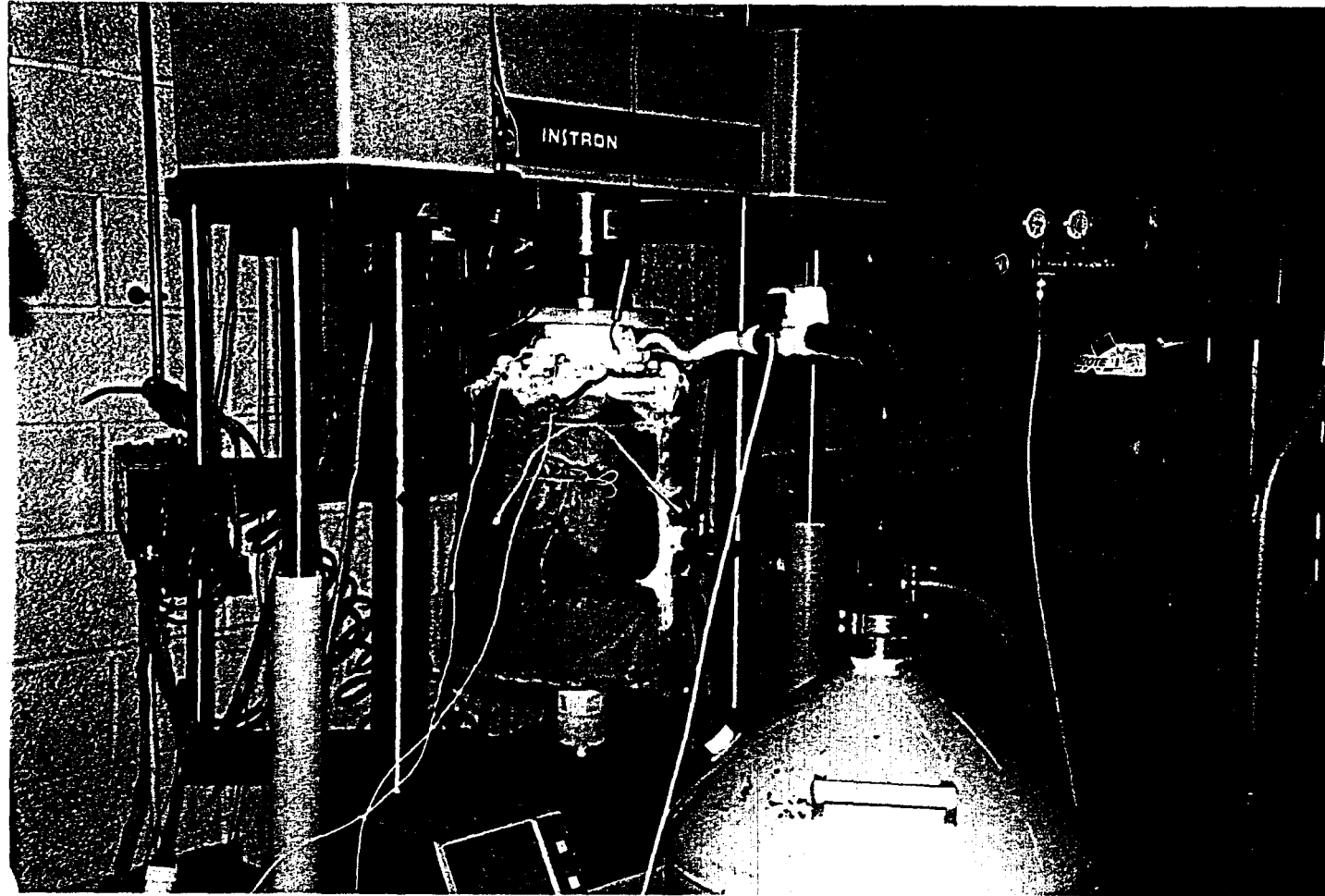


Figure II.12 Photo de la machine d'essai équipée du montage à froid

## II.2.2 Equipements expérimentaux

### II.2.2.1 à température ambiante

Pour fixer l'éprouvette sur la machine, nous avons utilisé les mors d'amarrage existants. Le mors supérieur est fixé à la cellule de charge et le mors inférieur est fixé sur la tête du vérin hydraulique. Les deux mors sont presque identiques : la seule différence est l'existence d'une pièce intermédiaire pour réaliser l'alignement du mors inférieur par rapport au mors supérieur. Le mors d'amarrage supérieur, utilisé pour les essais à la température ambiante, est présenté sur la figure II.13.

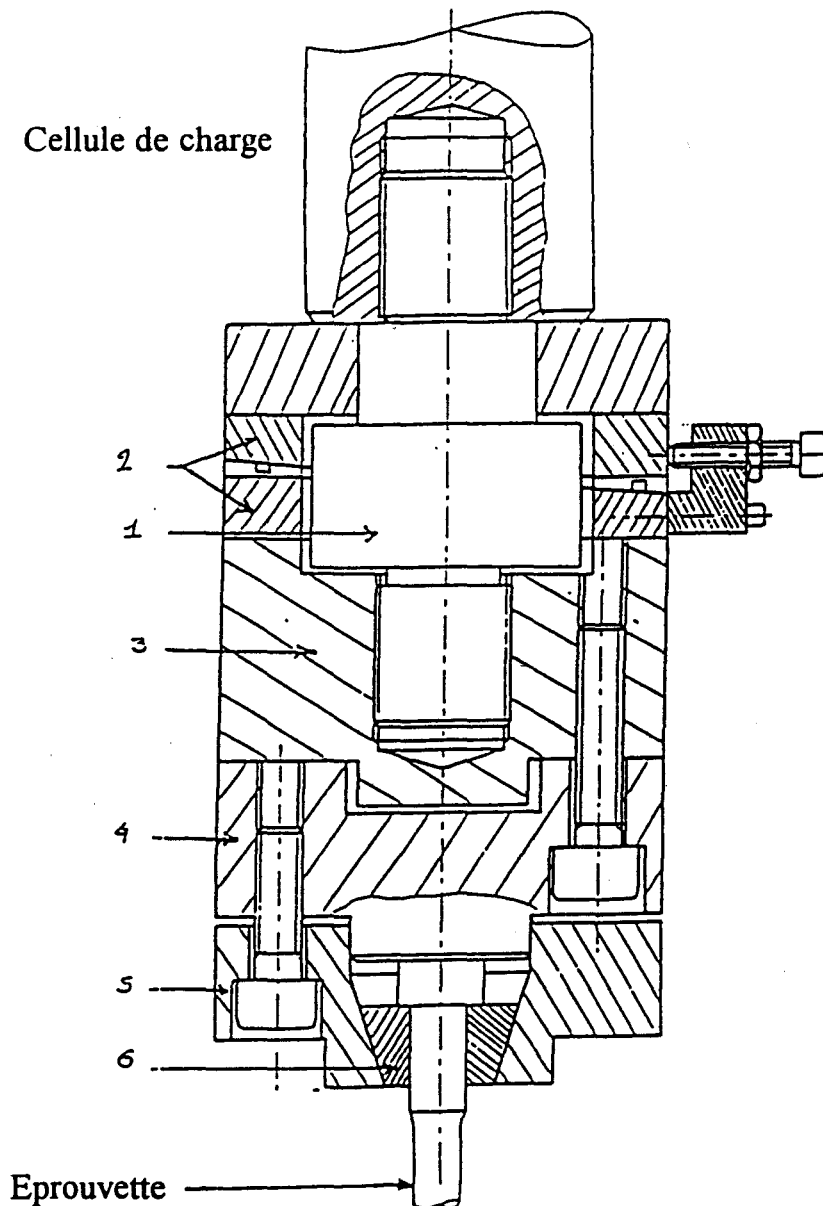


Figure II.13 Mors d'amarrage supérieur, utilisé pour les essais à 300K

Les pièces principales de ce dispositif sont un pied d'amarrage (1) avec deux filetages de pas inverses pour relier le socle (3) à la cellule de charge, deux cales pentées (2) pour bloquer le pied d'amarrage, le centreur (4) pour aligner les deux mors, la bride (5) et deux demi-coquilles (6) pour bloquer la tête de l'éprouvette sur la surface d'appui du centreur (4).

Les cales pentées servent à éliminer le jeu sous toute charge inférieure à la capacité nominale de la machine, soit inférieure ou égale à 48 kN. Ces cales sont réglées lors d'un essai de traction spécifique avec une éprouvette massive réservée à cet usage. Ce réglage évite l'apparition de tout jeu lors du déroulement des essais de fatigue en traction-compression purement alternée.

Afin d'éviter les risques de flambage lors des essais de fatigue en traction-compression alternée, il convient d'avoir un bon alignement des mors inférieur et supérieur (défaut d'alignement  $< 5/100$  mm), ce qui est réalisé grâce à la pièce (4). La procédure d'alignement des mors est détaillée en annexe II.

Lors des essais de traction et de fatigue plastique oligocyclique, les paramètres force, déformation et déplacement sont mesurés. La force est mesurée à l'aide d'une cellule de charge équipée de jauges de déformation, fixée à la traverse supérieure de la machine, et montée en série avec l'échantillon. A température ambiante, la déformation longitudinale de l'échantillon est mesurée, à l'aide d'un extensomètre à lames munies de jauges de déformation. La fixation de l'extensomètre sur la partie utile de l'éprouvette est assurée par des élastiques pour les essais de traction et à l'aide d'une colle cyanoacrylate pour les essais de fatigue. Cela évite tout glissement des lames et tout amorçage de fissure sous les lames lors de la mise en charge et au cours de l'essai.

### **II.2.2.2 à basse température**

La réalisation des essais à basse température (celle de l'azote liquide à la pression atmosphérique, 77K, ou  $-196^{\circ}\text{C}$ ) nécessite d'adapter, sur la machine INSTRON, un dispositif qui permet de maintenir l'éprouvette dans un bain d'azote liquide pendant l'essai.

Pour la conception d'un tel dispositif, les conditions suivantes devaient être respectées :

- 1 - l'obtention d'une température 77K dans toute l'éprouvette, durant toute la durée de l'essai ;
- 2 - la protection de la machine INSTRON (vérin et cellule de charge) contre le refroidissement par élimination de tout contact métallique entre l'éprouvette, le vérin et la cellule de charge ;
- 3 - un bon alignement de l'éprouvette par rapport aux mors de la machine ;
- 4 - une alimentation automatique en azote liquide ;
- 5 - une minimisation de la consommation d'azote liquide ;
- 6 - une utilisation simple de l'équipement (montage et démontage).

Le manque d'informations précises sur les caractéristiques physiques à basse température des différents matériaux de construction utilisés (isolants, joints d'étanchéité...) a conduit à une démarche itérative de conception. Nous décrivons brièvement ci-dessous le travail effectué pour la réalisation de ce dispositif.

#### **II.2.2.1 - Premier dispositif et ses modifications**

Un schéma du premier dispositif, conçu et réalisé par Leconte [Leconte T., rapport projet recherche 3<sup>ème</sup> année ECLille, 1994], est présenté sur la figure II.14.

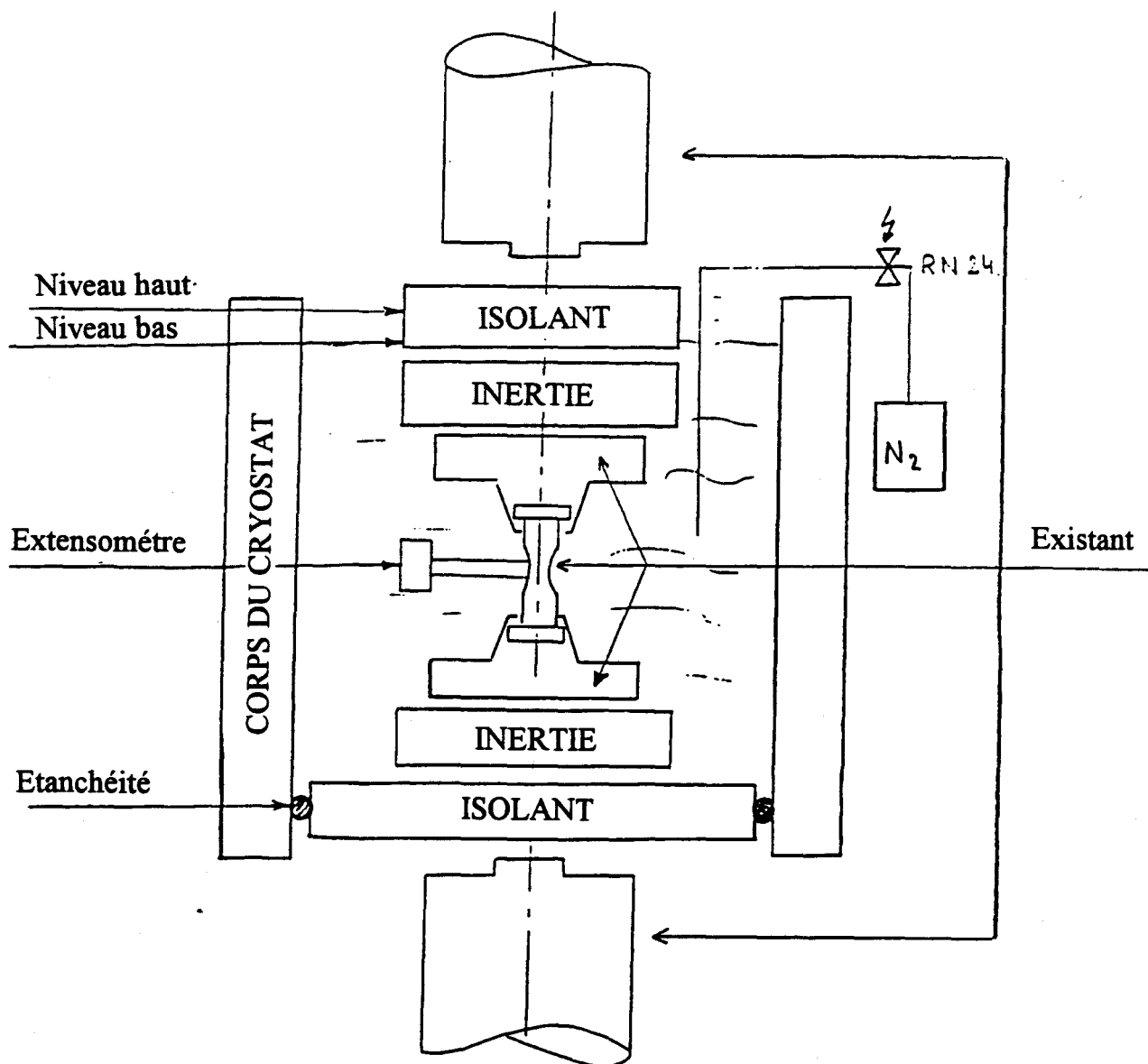


Figure II.14 Schéma du premier dispositif conçu et réalisé au laboratoire pour effectuer des essais à 77K

Dans ce dispositif, le cahier des charges suivant a été retenu :

- 1 - disposer de deux pièces métalliques au niveau de l'amarrage de l'éprouvette (pour obtenir une inertie thermique importante) qui baigneront totalement dans l'azote liquide ;
- 2 - disposer de deux barrières thermiques (isolants) pour limiter la conduction thermique entre l'éprouvette, le vérin et la cellule de charge de la machine (ces barrières permettront alors de minimiser la consommation d'azote liquide) ;

- 3 - disposer d'un corps de cryostat coulissant, qui permette un accès facile à l'éprouvette ;
- 4 - disposer d'un joint d'étanchéité de caoutchouc pour assurer l'étanchéité du cryostat.

Chaque barrière thermique est fixée d'une part au mors et d'autre part à l'éprouvette, par l'intermédiaire du corps d'inertie thermique. Elle fonctionne comme un écrou thermique complet : une face de cette barrière est chaude (température ambiante) et l'autre est froide (77K). Ces barrières doivent transmettre intégralement la charge (soit compression, soit traction). Etant donné que la conduction d'une pièce est proportionnelle à sa section  $S$  et à son coefficient de conduction  $\lambda$ , le matériau de cette barrière doit avoir un faible  $\lambda$ , mais néanmoins de bonnes propriétés mécaniques pour transmettre correctement les efforts.

Les matériaux choisis dans ce dispositif sont alors les suivants :

- un acier inoxydable martensitique Z30C13 ;
- un polyéthylène rigide haute densité (PE-HD) type HMG1000 pour les barrières thermiques et le corps du cryostat ; ce matériau est utilisable à des températures comprises entre  $-260^{\circ}\text{C}$  et  $+80^{\circ}\text{C}$ , il a un faible coefficient de conduction thermique ( $\lambda = 0,38 \text{ W/mK}$ ), mais la difficulté est que ses propriétés varient en fonction de la mise en oeuvre, de la fabrication et de la température d'utilisation.

La longueur optimale de l'isolant a été obtenue à partir du calcul des consommations d'azote. Pour cela, un modèle simple a été développé en assimilant le vérin à un cylindre plein de longueur 477 mm et de diamètre 60 mm, en contact avec un cylindre plein isolant ( $\Phi 100$ ) de longueur à optimiser. Le transfert de chaleur a lieu par conduction, entre la face inférieure de la tige du vérin ( $+40^{\circ}\text{C}$ , température de l'huile) et la face supérieure de l'isolant ( $-196^{\circ}\text{C}$ ) avec des coefficients de conduction de  $\lambda = 26,8 \text{ W/mK}$  pour le vérin et de  $0,38 \text{ W/mK}$  pour l'isolant respectivement. La convection naturelle avec l'air ambiant à  $20^{\circ}\text{C}$  est prise en compte le long des parois radiales du vérin avec un coefficient de transmission thermique de surface de  $h = 10 \text{ W/m}^2\text{K}$ . Ceci suppose bien sûr que le transfert de chaleur à travers le corps du cryostat est négligeable ; ce corps en effet, est constitué de deux tubes de PE-HD concentriques, et de la mousse polyuréthane a été injectée entre ces tubes. Le profil de température vérin-isolant le long de l'axe, obtenu dans le cas d'un régime stationnaire, et pour différentes longueurs d'isolant a été calculé à l'aide des lois de Fourier (conduction) et de Newton (convection) en considérant une



température constante dans chaque section horizontale des cylindres et en appliquant les conditions initiales suivantes :

- la face inférieure de la tige du vérin est en contact avec de l'huile ( $T = 40^{\circ}\text{C}$ ),
- la face supérieure de l'isolant est en contact avec l'azote liquide ( $T = -196^{\circ}\text{C}$ ),
- à l'interface, la température de la tige du vérin est égale à celle de l'isolant,
- à la traversée de l'interface, la dérivée première de la température,  $\partial\theta/\partial z$ , est continue.

A partir des profils de température obtenus, une faible consommation d'azote (1,5 litre/heure) a été obtenue pour une longueur de 100 mm de PH-ED (isolant). La figure II.15 donne le profil des températures obtenu pour une couche isolante de PH-ED de 100 mm ( $\Phi 100$ ), et le même profil obtenu pour une même longueur de 100 mm d'un tube d'acier Z30C13 ( $\Phi 60$  ; épaisseur : 2,7 mm). Au vu de cette figure, on remarque l'effet bénéfique de la couche isolante par rapport au tube d'acier : l'aire hachurée donne une image de la consommation d'azote en présence de la couche isolante.

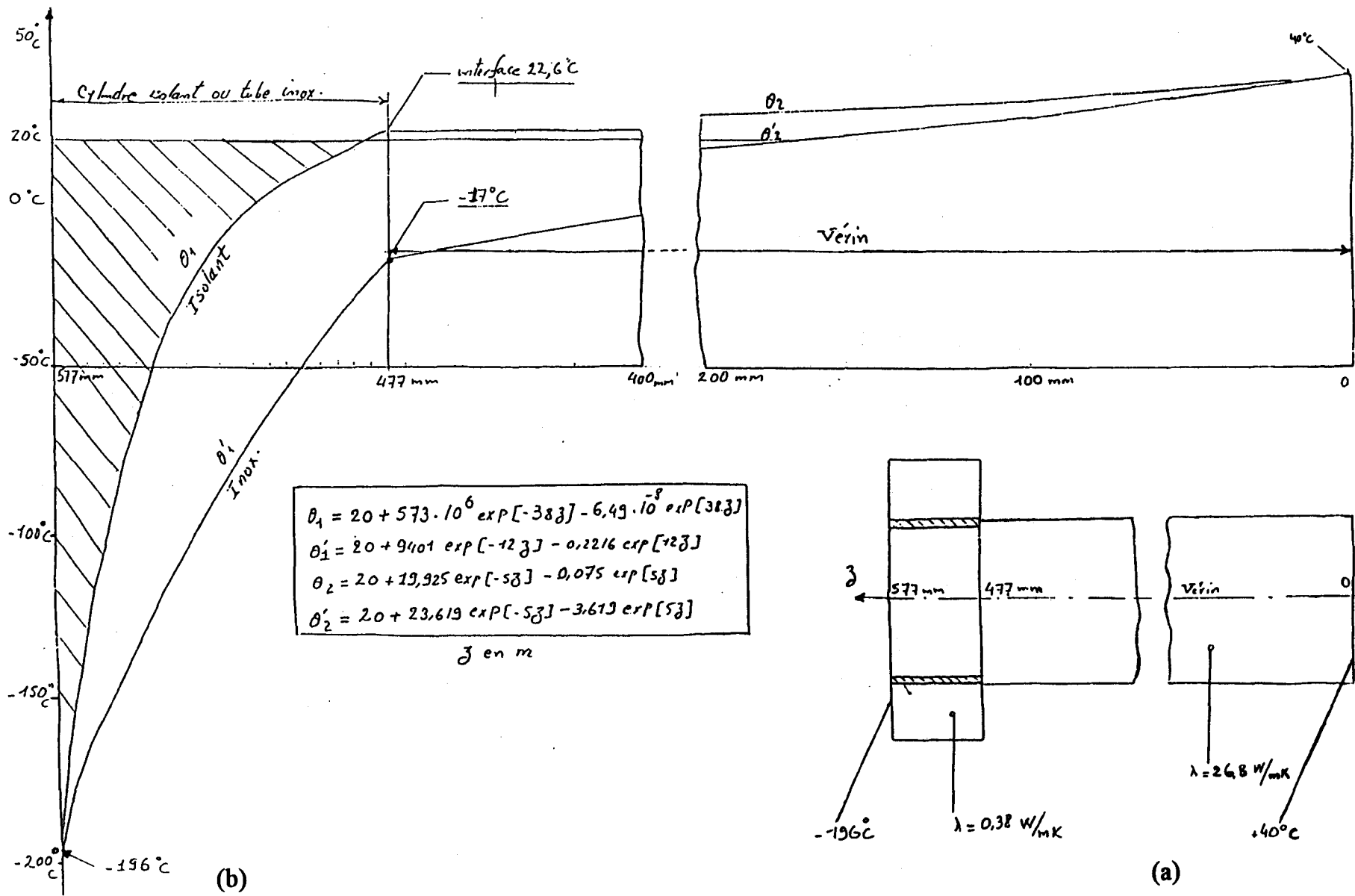


Figure II.15 Calcul du profil des températures sur l'axe vérin-isolant et vérin-tube d'inox.; (a) schématisation utilisée, (b) profil des températures

Après conception et réalisation, ce premier dispositif a été testé afin d'en effectuer la mise au point. Nous avons alors rencontré les difficultés suivantes :

- lors de la mise en froid initiale, une fuite d'azote engendrée par le dysfonctionnement du joint d'étanchéité utilisé, et un décollement de l'interface mousse-(PE-HD) au niveau du corps du cryostat, engendré par les différents coefficients de dilatation ( $\alpha_{inox} = 12 \times 10^{-6} K^{-1}$  ;  $\alpha_{isolant} = 1,8 \times 10^{-4} K^{-1}$ ) ;
- lors du déchargement en azote du cryostat, une durée importante d'évaporation de l'azote engendrée par l'inertie thermique importante.

Nous avons alors modifié le corps du cryostat au niveau de ses dimensions et de l'interface mousse-(PE-HD). Nous avons également essayé de trouver un joint d'étanchéité mieux adapté à cette application (une étanchéité radiale coulissant avec un diamètre important,  $\Phi 240$ ). Malheureusement, nous n'avons pas trouvé de joint réellement adapté à une telle application. De ce fait, nous avons décidé d'éliminer le joint d'étanchéité et de réaliser une étanchéité axiale directe par contact surfacique. Nous avons équipé ce dispositif d'un système de serrage manuel lors du refroidissement initial, comme indiqué sur la figure II.16.

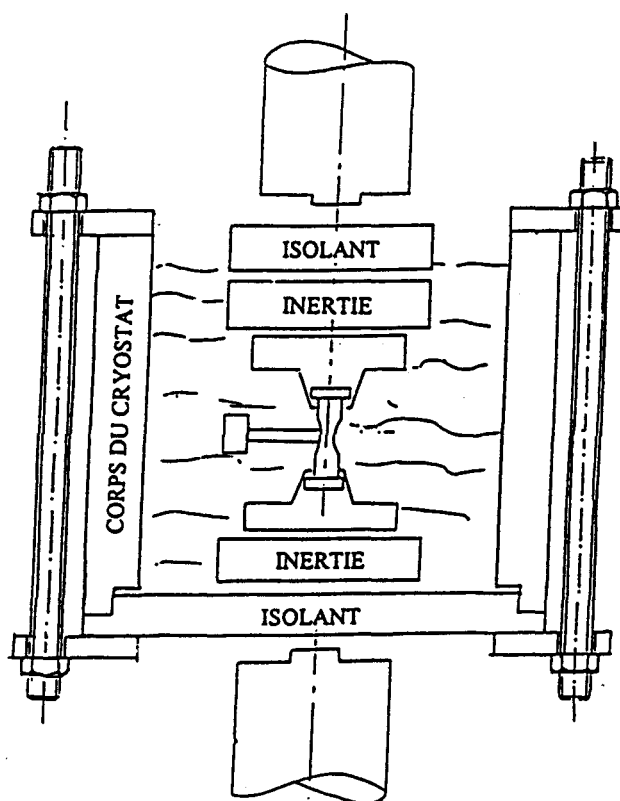


Figure II.16 Schéma du premier dispositif modifié, conçu et réalisé au laboratoire, pour effectuer des essais à 77K

Après modification, le dispositif a de nouveau été testé, afin d'en effectuer la mise au point. Pendant la mise en froid et jusqu'à quasi-stabilisation de la température, nous n'avons pas rencontré de difficulté particulière. Mais à ce stade du refroidissement, nous avons observé une fuite important d'azote liquide au fond du cryostat. Nous en avons conclu que la précontrainte appliquée lors du serrage initial de la barrière thermique, à température ambiante, n'était pas suffisante pour compenser la dilatation différentielle acier/(PE-HD) à 77K. D'autre part, nous avons testé le matériau PE-HD en compression, à température ambiante et à 77K, en enregistrant la charge en fonction du temps. Nous avons observé une diminution de la charge en fonction du temps plus marquée à température ambiante (relaxation) qu'à basse température. Aussi, avec les dimensions existantes de la barrière thermique, il n'était pas possible d'assurer une précharge axiale suffisante pour assurer l'étanchéité. C'est pourquoi nous avons modifié les dimensions des barrières thermiques (dispositif final).

#### II.2.2.2.2 - Dispositif final

Ce dispositif comporte un cryostat, des mors d'amarrage, et un système d'alimentation en azote liquide.

Le dessin d'ensemble du cryostat et des mors d'amarrage est présenté sur la figure II.17. L'épaisseur choisie pour la barrière thermique (fond du cryostat "2") résout le problème d'étanchéité précédent. Les pièces métalliques importantes (les pièces d'inertie thermique "10" et "17", les brides "11" et "14" et le centreur "16"), qui sont en contact avec l'éprouvette et qui baignent dans l'azote liquide, jouent le rôle d'inertie thermique. Le centreur "17" permet d'effectuer un alignement secondaire, et donc d'assurer un bon alignement des deux mors. L'étanchéité du cryostat est assurée par un dispositif de serrage manuel comprenant les couronnes de bridage "1" et "5" et six tirants "6". La protection de la cellule de charge est assurée par le flasque de protection thermique "22" ; un courant d'air chaud fourni par un séchoir placé au-dessus de ce flasque permet de maintenir la température de la cellule de charge supérieure à 10°C. Les perçages effectués simultanément dans le socle "19", la barrière thermique "18" et la pièce d'inertie thermique "17" permettent le passage d'un thermocouple et donc de mesurer la température à proximité de l'éprouvette. Le couvercle du cryostat "4" réduit considérablement l'évaporation de l'azote liquide. Cette pièce dispose de 4 perçages pour le passage du tube d'alimentation en azote liquide, des indicateurs de niveau et du cablage de l'extensomètre. L'utilisation d'un isolant supplémentaire (de la laine de roche) autour

du corps du cryostat après stabilisation de la température et donc stabilisation de la dilatation différentielle, permet encore de réduire la consommation d'azote liquide pendant l'essai.

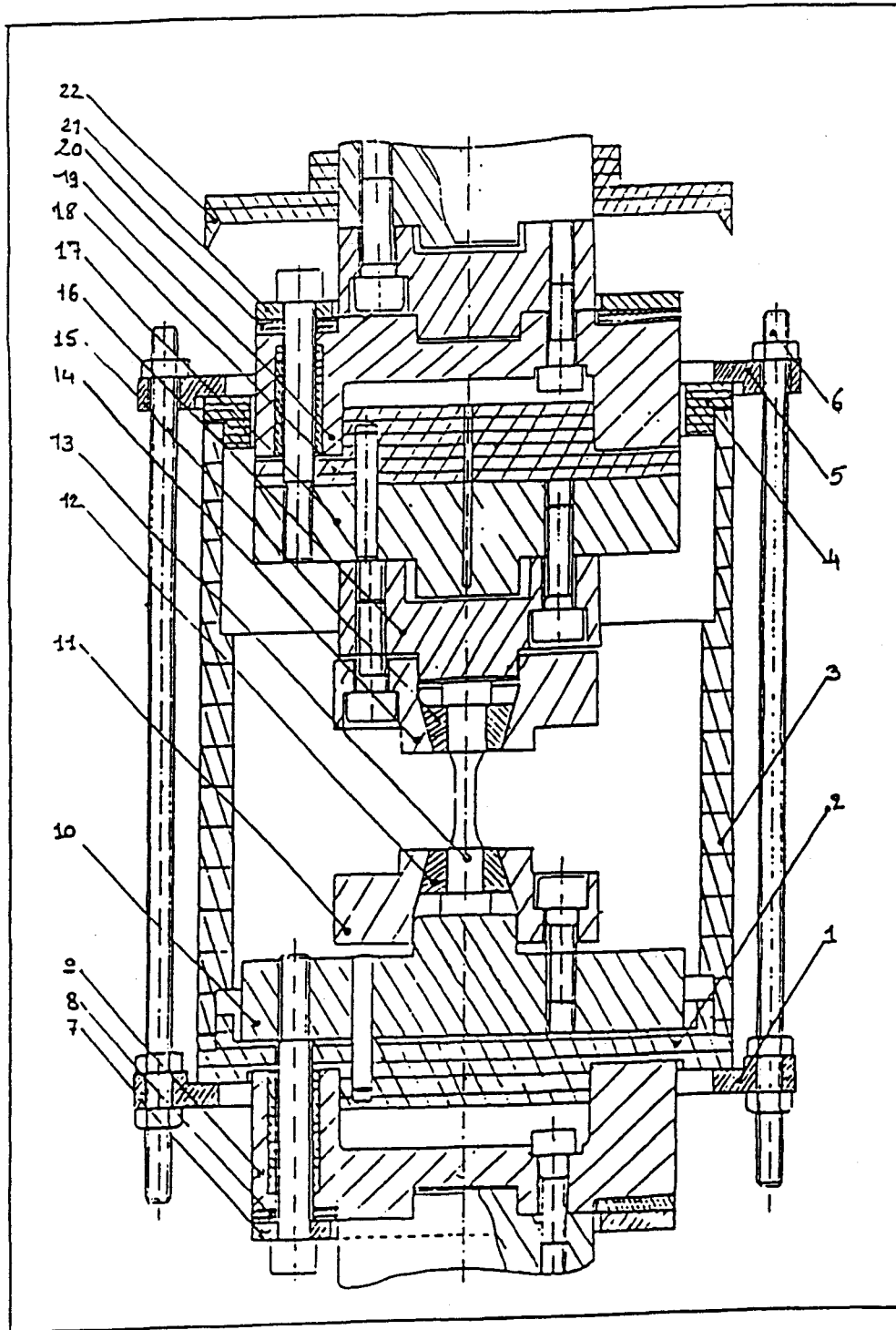


Figure II.17 Dessin d'ensemble du cryostat et des mors d'amarrage

Un schéma du système d'alimentation automatique en azote liquide est donné en figure II.18. Il fait apparaître un système de soutirage d'azote liquide et un système de régulation du niveau d'azote dans le cryostat.

Le système de soutirage d'azote comporte un réservoir de 100 litres d'azote liquide "R" (un autre réservoir est également disponible pour échange), une bonbonne d'azote gazeux "B", une canne de soutirage et un régulateur de pression. Le soutirage d'azote liquide s'effectue par la mise sous pression du réservoir d'azote liquide. Le régulateur de pression permet de faire varier la pression d'azote gazeux sur l'azote liquide et donc de contrôler le débit d'azote liquide. La pression relative optimale nécessaire est de 0,1 bar pour la mise en froid et de 0,15 bar lors de la phase de stabilisation.

Le système de régulation du niveau d'azote comporte deux détecteurs du niveau d'azote liquide, une électrovanne (E) et une commande de l'électrovanne (C). Chaque détecteur est une résistance en carbone de 470 Ohms. Le fonctionnement de ces détecteurs est basé sur l'existence d'un coefficient d'échange thermique différent entre le liquide et le gaz. Ces détecteurs sont capables de piloter l'électrovanne (E) à l'aide de la commande de l'électrovanne (C).

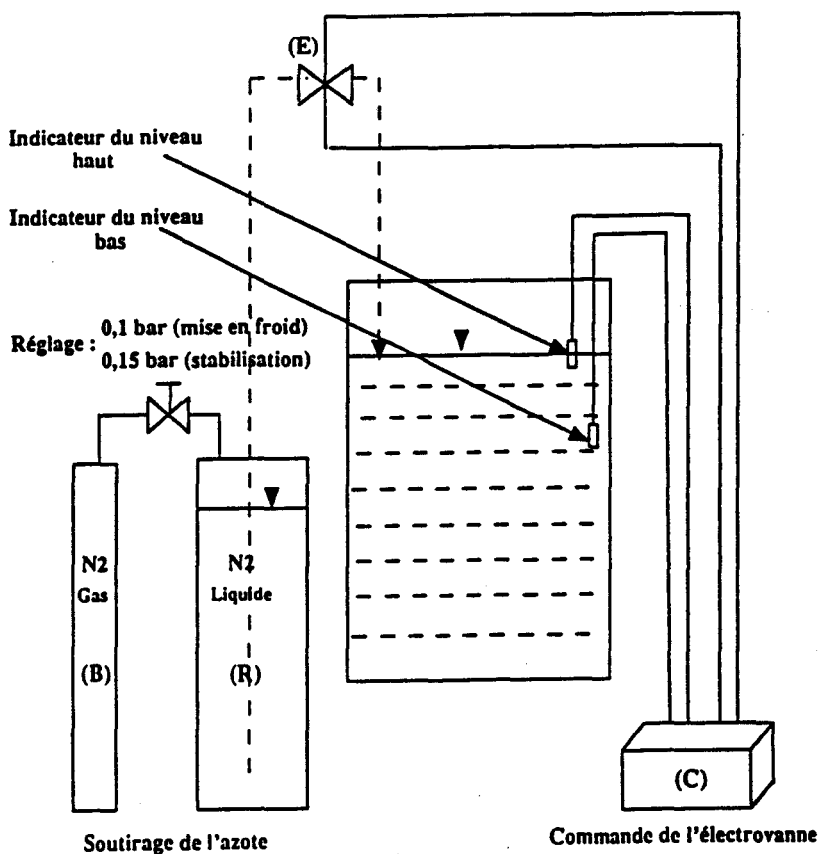


Figure II.18 Schéma du système d'alimentation automatique en azote liquide

L'expérience a montré qu'en présence d'un isolant supplémentaire (la laine de roche) autour du corps du cryostat, après stabilisation de la température, la consommation d'azote liquide est 8,5 litre/heure. Pour la mise en froid de l'ensemble du cryostat et des mors d'amarrage, il faut compter 15 litres d'azote.

Ce dispositif a permis de réaliser à la fois des essais de traction monotone et des essais de fatigue plastique oligocyclique, à 77K.

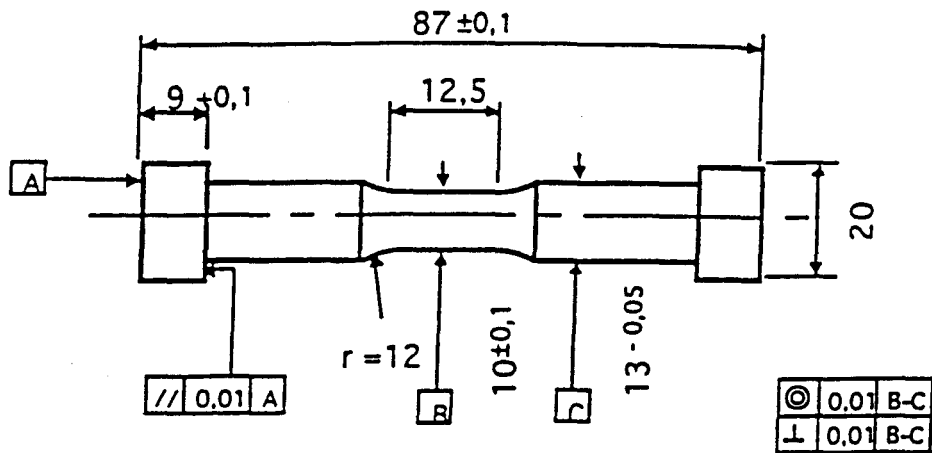
Les différents paramètres (charge, déformation, déplacement et température) sont mesurés durant les essais. Comme à température ambiante, la force est mesurée à l'aide d'une cellule de charge équipée de jauges de déformation, fixée à la traverse supérieure de la machine, et montée en série avec l'échantillon. La déformation longitudinale de l'échantillon est mesurée à l'aide d'un extensomètre à lames et jauges de déformation qui résiste aux basses températures et supporte des variations thermiques importantes ; il est fixé sur la partie utile de l'éprouvette et plongé dans l'azote liquide. Sa fixation sur la partie utile de l'éprouvette est assurée par des ressorts métalliques. La température est mesurée pendant les essais à l'aide d'un thermocouple.

La procédure de montage de l'éprouvette, d'instrumentation et de mise en froid de ce système est détaillée en annexe III.

### **II.2.3 Eprouvettes**

Le prélèvement des éprouvettes de traction et de fatigue a été effectué à partir d'un parallélépipède de dimensions  $250*110*55\text{mm}^3$ , conformément au schéma de la figure II.1a. Les éprouvettes ont été usinées sur un tour à commande numérique. Le plan des éprouvettes est donné en figure II.19. Les diamètres utiles des éprouvettes de fatigue à basse température et à température ambiante sont de 7 et 10 mm respectivement, la longueur utile étant de 12,5 mm pour toutes les éprouvettes.

Eprouvette de traction et de fatigue plastique oligocyclique  
(pour essais à 300K)



Eprouvette de traction et de fatigue plastique oligocyclique  
(pour essais à 77K)

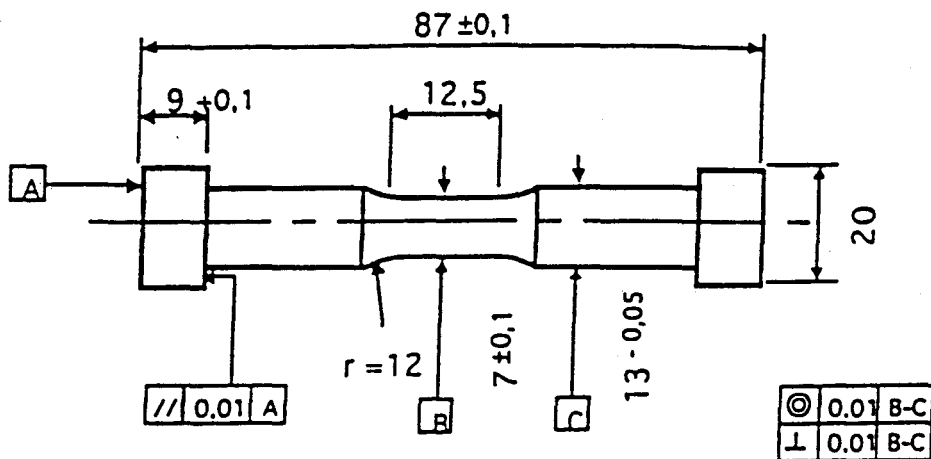


Figure II.19 Plan des éprouvettes de fatigue et de traction monotone, à 300K et à 77K



Un polissage des éprouvettes de fatigue avant cyclage évite l'amorçage prématuré de fissures induites par des concentrations de contrainte sur les irrégularités de la surface latérale (raies d'usinage en particulier).

Pour polir le fût cylindrique des éprouvettes de fatigue, une petite machine a été conçue et réalisée au laboratoire [Chieragatti et al., 1991]. Un schéma de fonctionnement de cette machine est présenté en figure II.20.

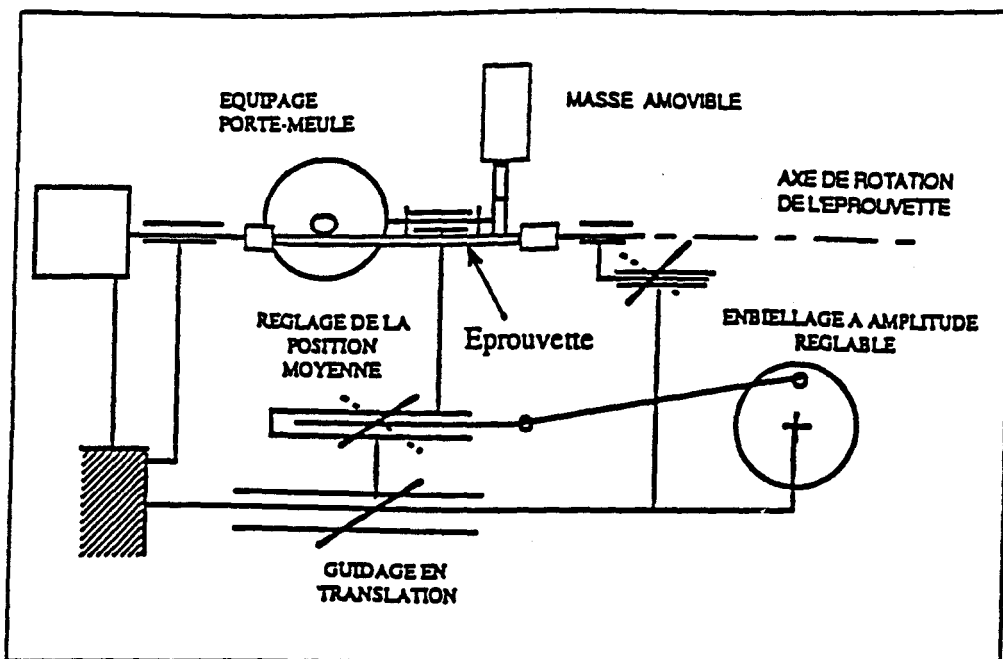


Figure II.20 Schéma de fonctionnement de la polisseuse [Chieragatti et al., 1991]

Le polissage des échantillons est effectué grâce à des meules de SiC de grades respectifs successifs 180, 400, 600 et 1000, avec une lubrification à l'eau, puis grâce à des meules en feutre et des pâtes diamant de grades respectifs  $15\mu\text{m}$ ,  $6\mu\text{m}$ ,  $3\mu\text{m}$  et  $1\mu\text{m}$ , avec une lubrification spécifique à chaque grade. Notre acier étant un matériau fortement écrouissable, une assez longue opération de polissage doux lui a été appliquée, afin d'éliminer l'écrouissage surfacique induit par l'usinage des éprouvettes. Les phases de polissage suivantes ont été définies :

- 40mn à la meule SiC, grade 180
- 15mn à la meule SiC, grade 600
- 10mn à la meule SiC, grade 400
- 10mn à la meule SiC, grade 1000

- 10mn à la pâte diamant, grade  $15\mu\text{m}$
- 10mn à la pâte diamant, grade  $6\mu\text{m}$
- 10mn à la pâte diamant, grade  $3\mu\text{m}$
- 10mn à la pâte diamant, grade  $1\mu\text{m}$ .

## II.2.4 Conditions d'essais

Les essais de traction monotone, à température ambiante et à 77K, ont été effectués à la vitesse de déformation totale constante  $\dot{\varepsilon}_t = 4 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$ . En raison de la limite d'ouverture de l'extensomètre, ces essais ont été divisés en deux phases, avec démontage de l'extensomètre pour la deuxième phase. Dans la première phase, l'essai a été piloté en mode "déformation", c'est à dire à partir du signal de l'extensomètre monté sur la partie utile de l'éprouvette. La déformation, la charge et le déplacement du vérin ont été mesurés. Dans la seconde phase, l'essai a été piloté en mode "position", c'est à dire en déplacement du vérin. Le déplacement du vérin et la charge ont été mesurés, jusqu'à rupture. Pour tracer la courbe contrainte-déformation complète, la deuxième partie est raccordée à la première de la manière suivante : à partir des résultats obtenus dans la deuxième phase, on convertit le déplacement du vérin en déformation de la partie utile de l'éprouvette, en tenant compte de la rigidité de la machine et de l'allongement des différentes parties de l'éprouvette, autres que la partie utile.

Afin d'étudier l'effet de la déformation totale imposée sur la transformation martensitique induite à 77K, deux essais de traction monotone interrompus à 8% (au cours de la première phase de l'essai de traction) et 40% (au cours de la deuxième phase) de déformation totale ont été également effectués.

Les essais de fatigue oligocyclique, à température ambiante et à 77K, ont été effectués à la même vitesse de déformation totale  $\dot{\varepsilon}_t = 4 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$ . Ces essais étaient menés à variation de déformation totale imposée,  $\Delta\varepsilon_t$ . Le signal appliqué était triangulaire avec un rapport de déformation  $R_\varepsilon = \frac{\varepsilon_{\min}}{\varepsilon_{\max}} = -1$ . A température

ambiante, les essais ont tous été menés jusqu'à rupture, tandis qu'à basse température, deux types d'essais, interrompus et jusqu'à rupture, ont été menés. Les essais interrompus, à basse température, étaient destinés d'une part à étudier l'effet de la déformation plastique cumulée ( $2N\Delta\varepsilon_p$ ) sur la transformation martensitique, et d'autre part à étudier l'effet d'un vieillissement à température ambiante de la martensite induite lors du cyclage à basse température, sur la durée de vie résiduelle à 77K.

Comme nous l'avons dit auparavant (§ II.1.1), le traitement thermique d'hypertrempe a été effectué par nous même sur 4 éprouvettes avant leur usinage. Ces éprouvettes ont été soumises à une sollicitation cyclique sous  $\Delta\varepsilon_t = 2,5\%$  et  $3,2\%$ . Le comportement cyclique de ces éprouvettes a été comparé au comportement cyclique des autres éprouvettes sous les mêmes conditions de sollicitation (voir annexe IV).

Les plages de variation de déformation étudiées à l'ambiante et à 77K sont respectivement  $1,6\% \leq \Delta\varepsilon_t \leq 3,2\%$  et  $2\% \leq \Delta\varepsilon_t \leq 5\%$ . Ces hauts niveaux de déformation ont été choisis dans le but d'obtenir de la transformation martensitique par cyclage à 77K et d'en étudier l'effet. Par ailleurs, il est difficile de réaliser des essais de longue durée à 77K avec notre montage ; en effet, celui-ci nécessite une surveillance permanente de la machine et du système de soutirage d'Azote.

Pour chaque niveau de déformation imposé, au moins deux essais ont été effectués, au cours desquels la déformation, le déplacement du vérin, la charge et le nombre de cycles ont été enregistrés.

La figure II.21 définit les différentes notations utilisées en traction monotone et en fatigue plastique oligocylique.

a) EPROUVETTE

$l_0$  = longueur initiale du corps d'essai

$l = l_0 (1 + \Delta l) =$  longueur pour un allongt  $\Delta l$

$l_u$  = longueur ultime (à rupture)

$d_0$  = diamètre initial

$S_0$  = section initiale

$d$  = diamètre pour un allongt  $\Delta l$

$S$  = section pour un allongt  $\Delta l$

$S_u$  = section ultime (à rupture)

b) ESSAI DE TRACTION

$E$  = module d'élasticité ( $N/mm^2$ )

$\nu_e$  = coef. de Poisson élastique

$\nu_p$  = coef. de Poisson plastique

$F$  = charge appliquée

$R_{0,0002}$  ( $N/mm^2$ )  
 $R_{0,002}$  ( $N/mm^2$ )  
 $R_m$  ( $N/mm^2$ )  
 $A$  (%)  
 $Z$  (%)

} grandeurs conventionnelles  
 } définies selon la norme  
 } NF A.03.151

$\sigma = \frac{F}{S_0}$  contrainte

$\epsilon = \frac{\Delta l}{l_0}$  déformation

$\sigma_v = \frac{F}{S} = \sigma(1+\epsilon)$  contrainte rationnelle ou vraie

$\epsilon_v = \ln \frac{l}{l_0} = \ln(1+\epsilon)$  déformation rationnelle ou vraie

$\sigma_f$  = contrainte vraie à rupture

$\epsilon_f = \ln \frac{S_0}{S_u} = \ln(\frac{100-Z}{100})$  ductilité vraie à rupture

$n$  exposant de la loi d'écroutissement monotone  $\sigma_v = k \epsilon_v^n$

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

$\Delta F$  = variation de charge

$\Delta \sigma = \frac{\Delta F}{S_0}$  = variation de contrainte

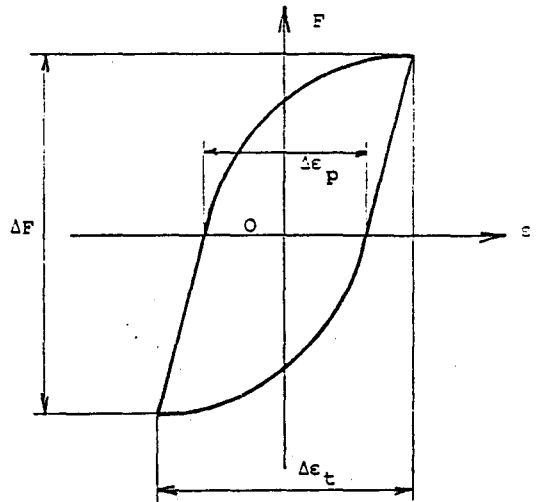
$\sigma_a = \frac{\Delta \sigma}{2}$  amplitude de contrainte

$\epsilon_a = \frac{\Delta \epsilon}{2}$  amplitude de déformation

$N_R$  = nombre de cycles à rupture

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

valeurs au cycle stabilisé conventionnel



$c$  = exposant de la loi de COFFIN-MANSON

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

$b$  = exposant de la loi  $\Delta \epsilon_e = C_e \times N_R^{-b}$

$n'$  = exposant de la loi de consolidation

$$\text{cyclique } \sigma_{a_v} = K' \cdot \epsilon_{pa_v}^{n'}$$

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

d) UNITES

charges en  $N$ , contraintes en  $N/mm^2$ , déformations en %, longueurs en  $mm$ , sections en  $mm^2$ .

Figure II.21 Notations et paramètres utilisés en traction monotone et en fatigue

## II.2.5 Moyens d'observation

Dans cette étude, quatre techniques d'observation ont été utilisées : la loupe binoculaire, la Microscopie Optique (MO), la Microscopie Electronique à Balayage (MEB) et la Microscopie Electronique à Transmission (MET).

La loupe binoculaire a été utilisée pour vérifier l'état de la surface latérale des échantillons après polissage ou après attaque chimique et pour observer les faciès de rupture.

Le Microscope Optique (MO) a été utilisé pour les observations microstructurales et pour identifier la phase martensitique (par la méthode du ferrofluide). En raison de la faible résolution du MO et surtout de son absence de profondeur de champ par rapport au MEB, cette technique ne donne pas de bons résultats pour les surfaces non planes telles que la surface latérale des échantillons.

Le MEB a été utilisé pour l'observation de l'endommagement en surface (sur les surfaces latérales des éprouvettes), l'observation des faciès de rupture et pour l'observation de la phase martensitique sur les sections polies des éprouvettes. L'endommagement en surface a été observé sur les surfaces latérales des échantillons, soit après rupture afin d'observer l'apparition et le développement des fissures secondaires, soit après une certaine fraction de durée de vie, afin d'observer l'apparition des bandes de glissement et des sites d'amorçage des microfissures.



## II.3 RESULTATS EXPERIMENTAUX

### II.3.1 Traction monotone

#### II.3.1.1 Courbes de traction monotone à 300K et 77K

Les courbes conventionnelles de traction monotone,  $\sigma = f(\varepsilon)$ , obtenues pour le matériau étudié à 300 K et à 77 K, sont données respectivement sur les figures II.22 et II.23.

A partir de ces courbes, les caractéristiques mécaniques suivantes ont été calculées et sont données dans le tableau II.2 :

- le module d'élasticité,  $E$
- la limite d'élasticité à 0.02%,  $R_{e0,02\%}$
- la limite d'élasticité à 0.2%,  $R_{e0,2\%}$
- la résistance à la rupture,  $R_m$
- l'allongement à rupture,  $A\%$

Les aciers inoxydables austénitiques ne présentant pas de partie linéaire clairement définie sur leur courbe de traction monotone, à la température ambiante et au-delà, la valeur du module d'élasticité est très difficile à obtenir. Nous l'avons mesurée à partir d'un essai de fatigue à faible déformation totale imposée ( $\Delta\varepsilon_t / 2 = 0.02\%$ ) à la fréquence de 5Hz. La fréquence d'acquisition était de 1000Hz.

Température K	$E$ (MPa)	$R_{e0,02\%}$ (MPa)	$R_{e0,2\%}$ (MPa)	$R_m$ (MPa)	$A$ (%)
300	193500	305	370	670	62
77	205000	760	860	1350	78

Tableau II.2 Caractéristiques de traction monotone de l'acier étudié,  
à 300K et 77K

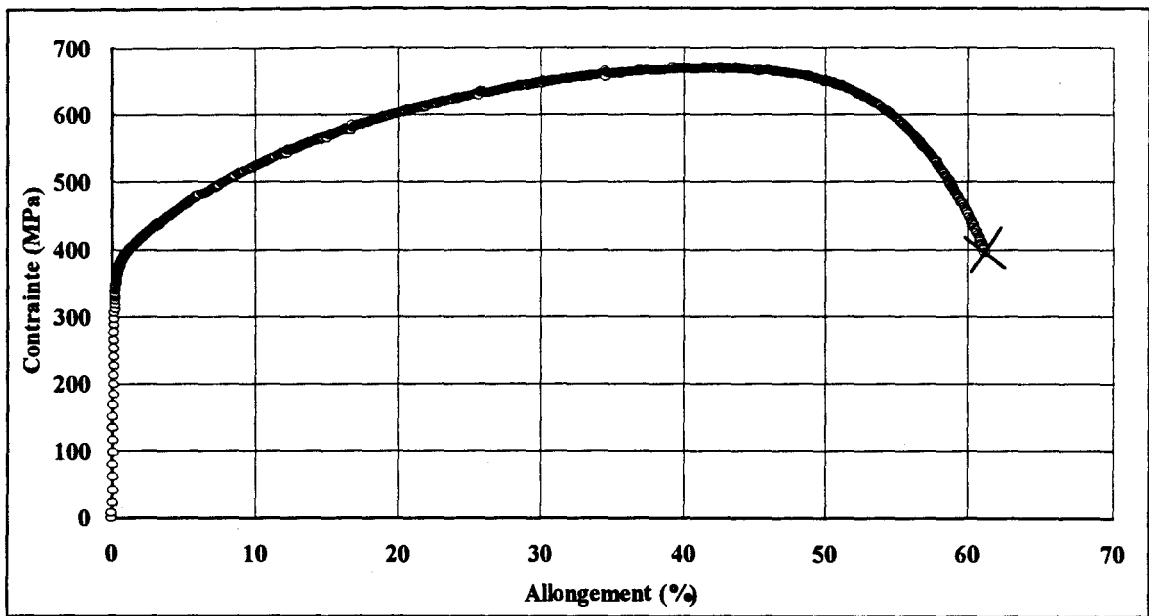


Figure II.22 Courbe conventionnelle de traction monotone de l'acier étudié à 300K

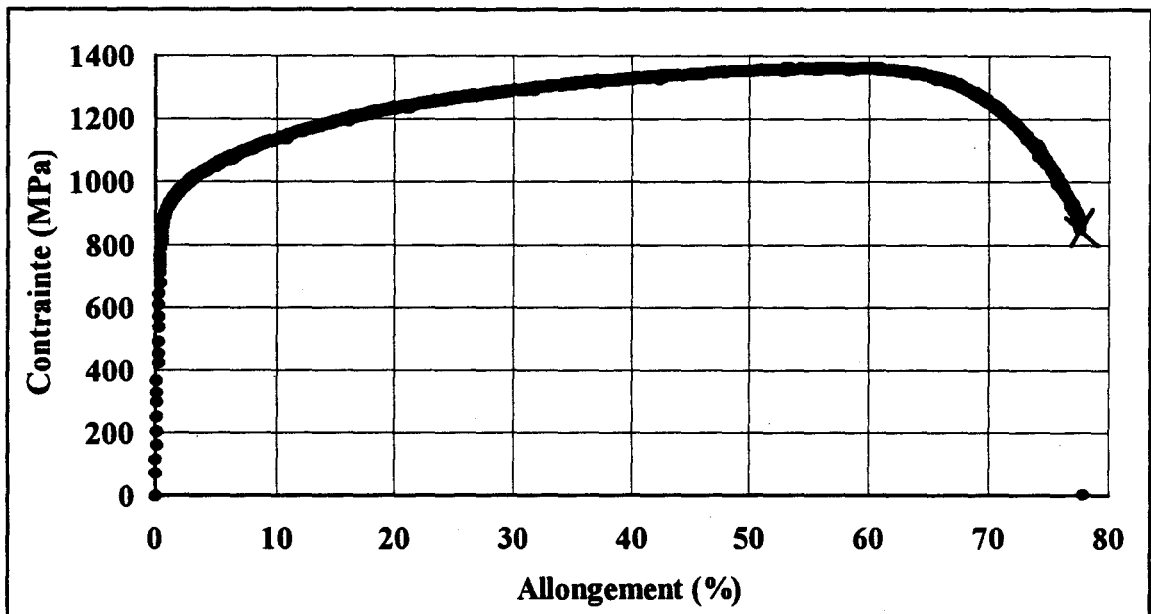


Figure II.23 Courbe conventionnelle de traction monotone de l'acier étudié à 77K

### II.3.1.2 Courbes d'érouissage monotone à 300K et 77K

Les courbes rationnelles de traction monotone de l'acier étudié, dans un diagramme bilogarithmique  $\text{Log } \sigma_V - \text{Log } \varepsilon_{pV}$  sont présentées sur les figures II.24 et II.25, à 300K et 77K respectivement.

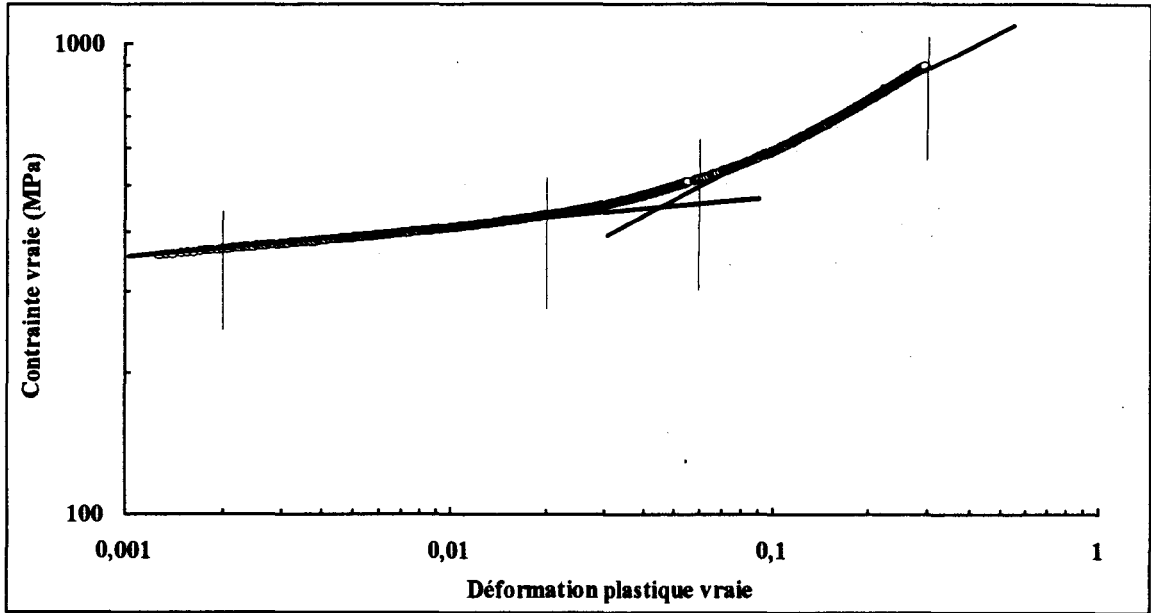


Figure II.24 Courbe d'érouissage monotone, comparée à des lois puissance du type  $\sigma_V = K \varepsilon_{pV}^n$ , dans les domaines  $0,2\% \leq \varepsilon_{pV} \leq 2\%$  et  $6\% \leq \varepsilon_{pV} \leq 30\%$  pour l'acier étudié à 300K

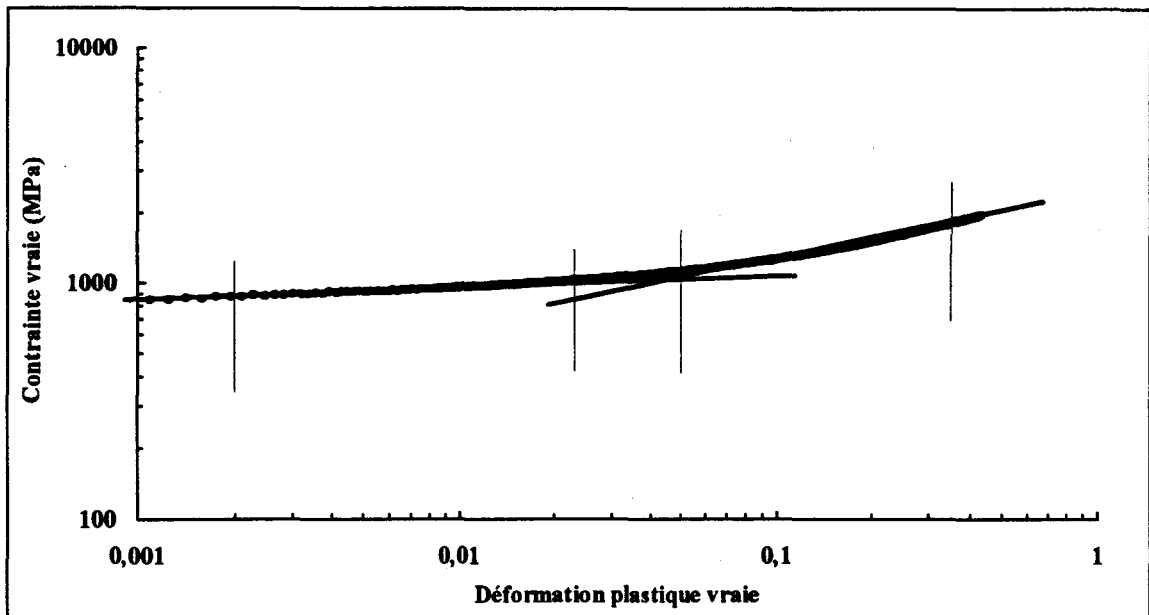


Figure II.25 Courbe d'érouissage monotone, comparée à des lois puissance du type  $\sigma_V = K \varepsilon_{pV}^n$ , dans les domaines  $0,2\% \leq \varepsilon_{pV} \leq 2,5\%$  et  $4\% \leq \varepsilon_{pV} \leq 35\%$  pour l'acier étudié à 77K



On constate que ces courbes peuvent être approximées par des droites, comme proposé par Soussan [Soussan, 1989]. On peut alors définir des lois du type "loi de Ludwik" :

$$\sigma_v = K \varepsilon_{pv}^n \quad (\text{II.8})$$

où  $\sigma_v$  est exprimé en MPa et  $\varepsilon_{pv}$  en %, dans deux domaines, basses et hautes déformations. Ces domaines sont légèrement différents à température ambiante et à 77K. Ils sont définis, ainsi que les paramètres K et n des lois de Ludwik correspondantes, dans le chapitre III (§ III.1.3).

### II.3.1.3 Taux de martensite induite par sollicitation monotone

A température ambiante, nous n'avons pas détecté de transformation martensitique après essais de traction monotone (figure II.26). Ceci s'explique par la basse température  $M_{d30}$  de notre acier (120K).

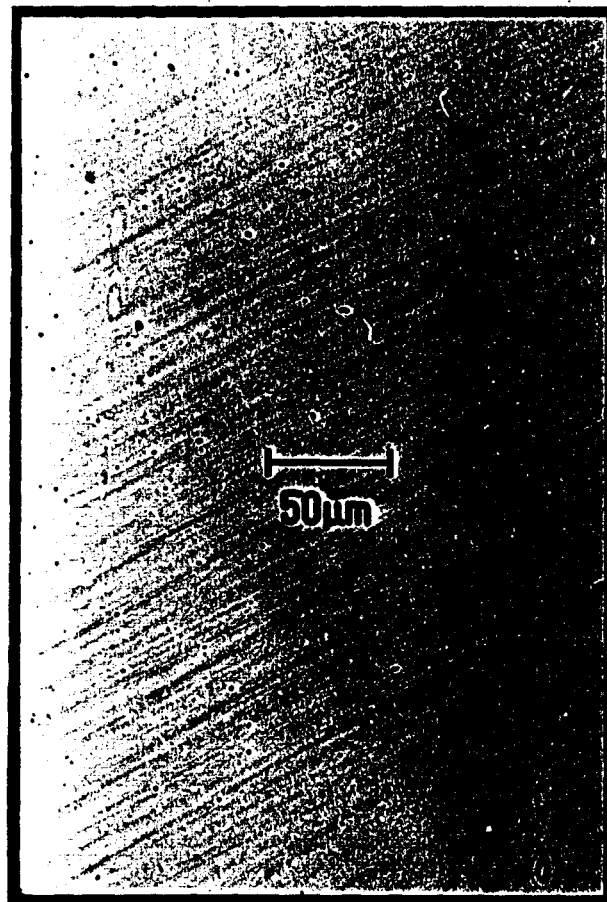


Figure II.26 Micrographie obtenue par la méthode du ferrofluide sur le plan SL poli d'une éprouvette rompue par traction monotone à 300K

A 77K, de la transformation martensitique a été identifiée sur des éprouvettes ayant subi des essais de traction monotone, interrompus à 8% et 40%, et continu jusqu'à rupture (figure II.27). Le taux de martensite induite, a été mesuré par la méthode magnétique à champ d'induction saturant (cf. § II.1.4.4).



Figure II.27 Micrographie obtenue par la méthode du ferrofluide, sur le plan SL poli d'une éprouvette rompue par traction monotone à 77K

Les évolutions du moment magnétique en fonction du champ appliqué, avant sollicitation, après 8% et 40% de déformation totale, et après rupture, sont présentées sur la figure II.28.

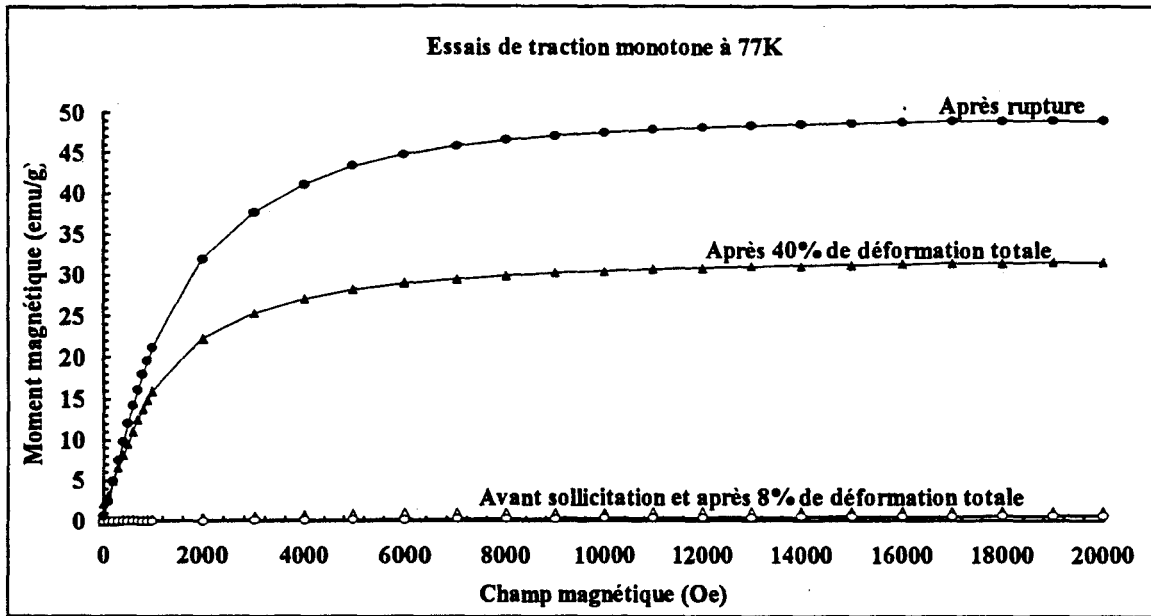


Figure II.28 Evolution du moment magnétique de l'acier étudié en fonction du champ appliqué, avant sollicitation, après 40% de déformation totale et après rupture (A% = 78%)

Dans cette méthode, on suppose qu'il existe une relation linéaire entre l'aimantation spécifique à saturation  $(\sigma_s)_f$  et la fraction volumique  $f$  de martensite  $\alpha'$ . Les fractions volumiques de martensite  $f$  sont alors obtenues par la relation II.7 (cf. § II.1.4.4), données dans le tableau II.3 et représentées en fonction du niveau de déformation sur la figure II.29.

Niveau de déformation	$(\sigma_s)_f$ (emu/g)	$(\sigma_s)_{f=1}$ (emu/g)	$f$ (%)
8%	1,64	143	1,15
40%	38,03	143	26,6
78%	52,62	143	36,8

Tableau II.3 Taux de martensite induite sous sollicitation monotone à 77K

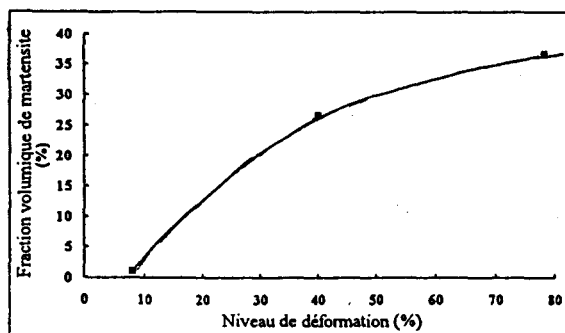


Figure II.29 Evolution du taux de martensite induite sous sollicitation monotone à 77K en fonction de la déformation appliquée

## II.3.2 Fatigue plastique oligocyclique

Les essais de fatigue plastique oligocyclique menés sur l'acier 316LN étudié, à 300K et 77K, sont définis dans le tableau II.4. Certains essais ont été effectués sans interruption jusqu'à rupture et d'autres ont été menés jusqu'à rupture, après une interruption.

Température d'essai	Type d'essai	$\Delta\varepsilon_f$ (%)	Nombre d'essais
300K	R	1,6	1
300K	R	2	2
300K	R	2,5	2
300K	R	2,8	1
300K	R	3	1
300K	R	3,2	2
77K	R	2	1
77K	R	2,5	2
77K	I + R	2,8	1
77K	R	3	2
77K	I + R	3,2	2
77K	I + R	4,5	2
77K	I + R	5	2

Tableau II.4 Essais de fatigue plastique oligocyclique effectués à 300K et 77K (R = essai mené jusqu'à rupture ; I+R = essai interrompu, puis poursuivi jusqu'à rupture)

### II.3.2.1 Evolution des contraintes à 300K et 77K

Les évolutions de l'amplitude de contrainte  $\sigma_a$  (définie comme la demi-variation de contrainte,  $\Delta\sigma/2$ ) lors des cyclages à 300K et 77K sont présentées respectivement en Figures II.30 et II.31 (a : diagramme semi-logarithmique ; b : diagramme bilinéaire). L'échelle logarithmique des nombres de cycles, permet de dilater la phase d'accommodation, tandis que l'échelle linéaire permet de bien voir la phase de stabilisation.

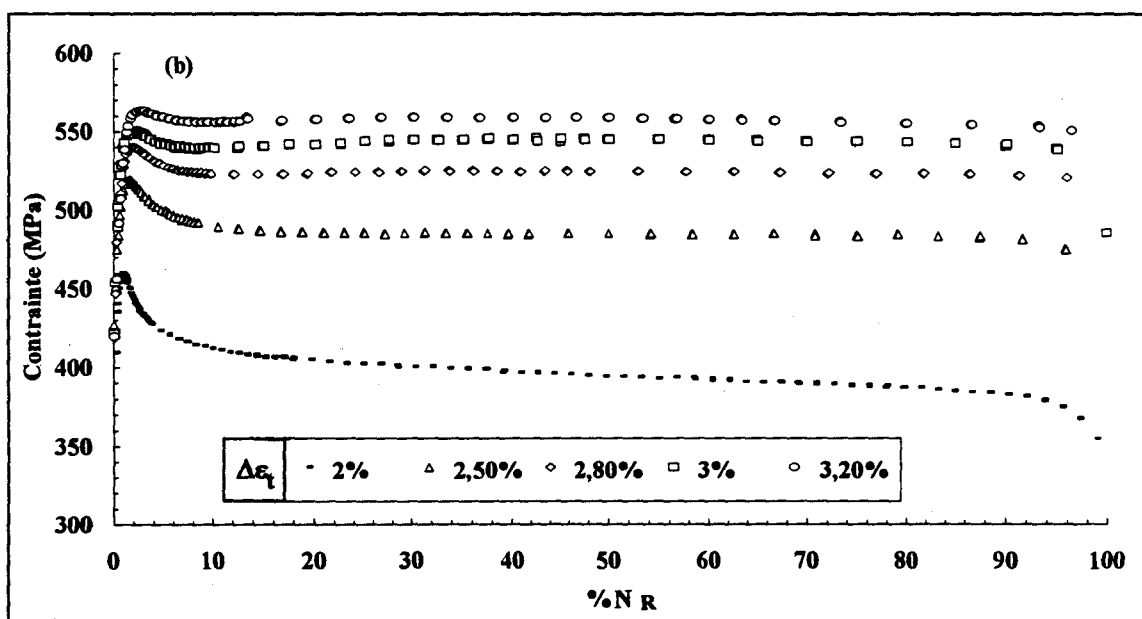
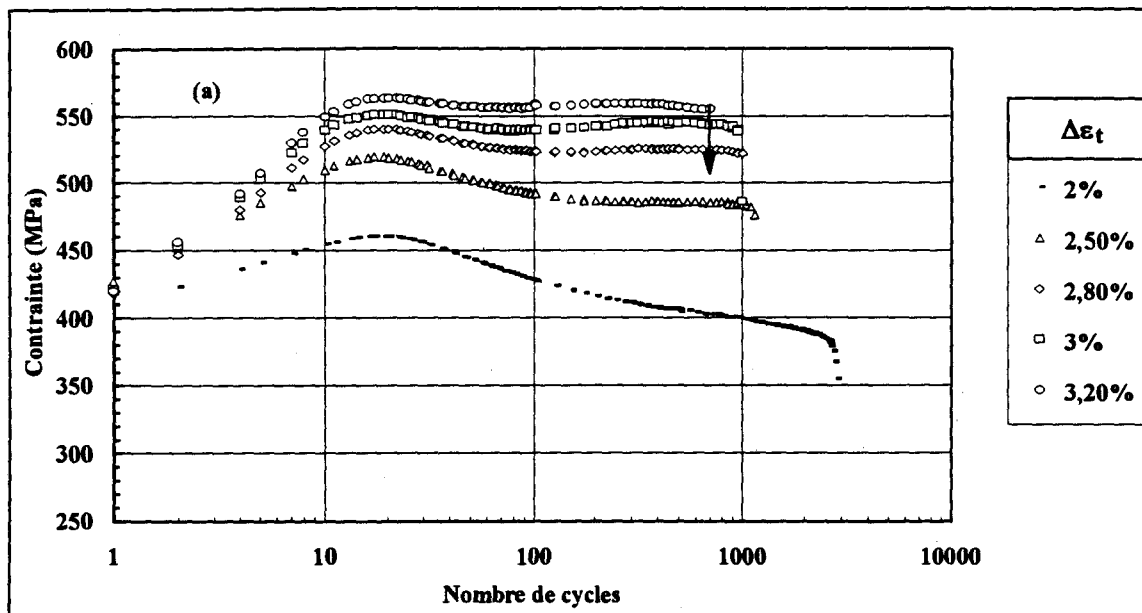


Figure II.30 Courbes d'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles, pour l'acier étudié, à 300K

(a) diagramme semi-logarithmique

(b) diagramme bilinéaire

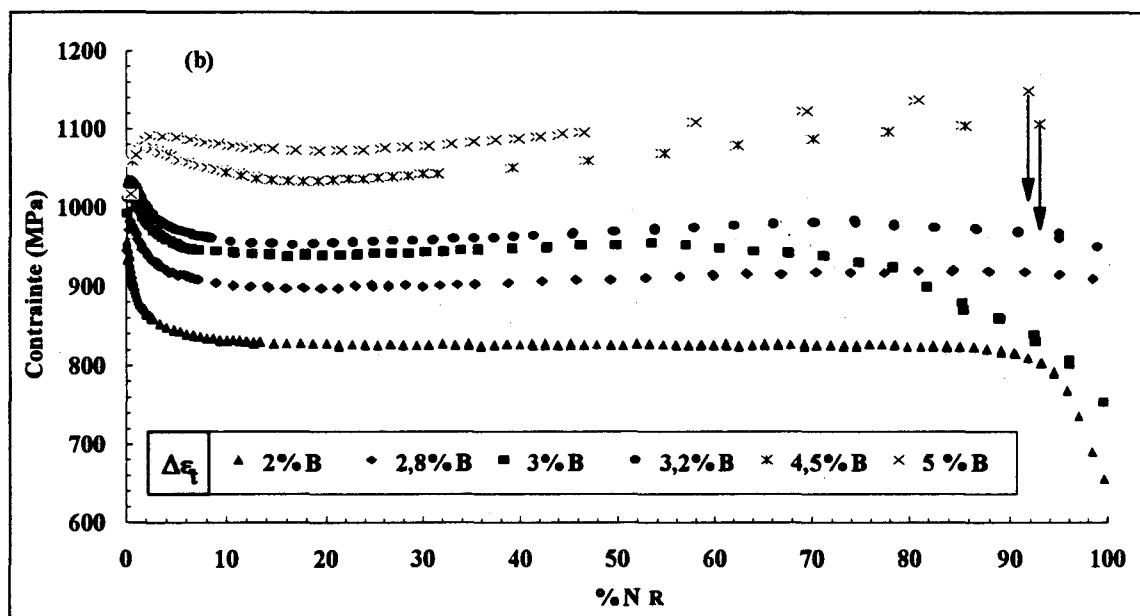
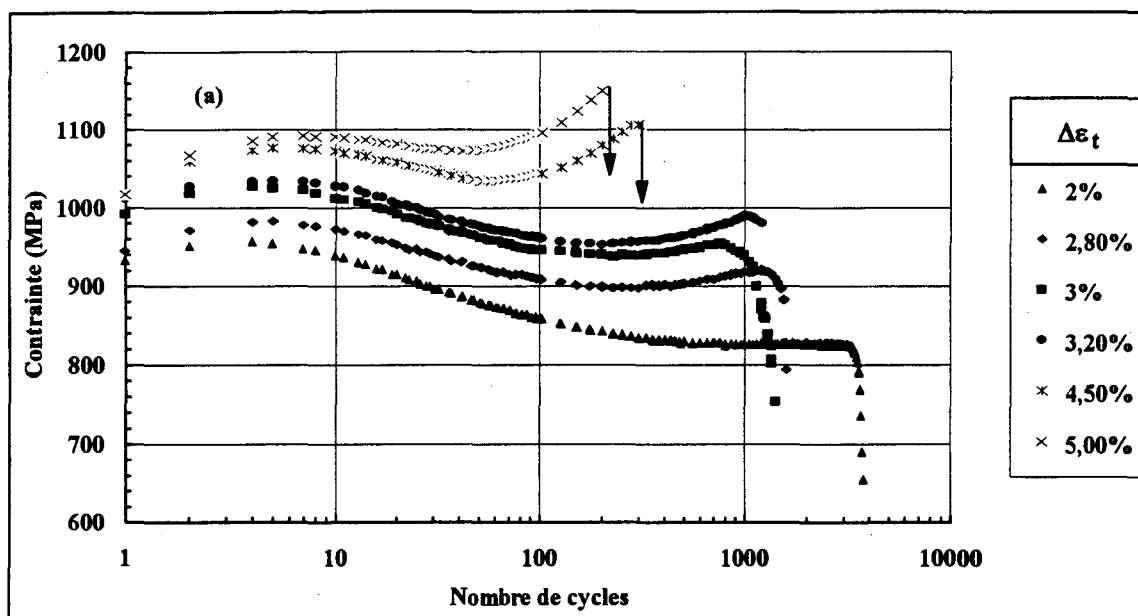


Figure II.31 Courbes d'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles, pour l'acier étudié, à 77K  
 (a) diagramme semi-logarithmique  
 (b) diagramme bilinéaire

Les caractéristiques obtenues lors des essais en fatigue plastique oligocyclique, à 300K et 77K, sont regroupées dans les tableaux II.5 et II.6 respectivement. Ces caractéristiques sont :

- $N_R$  : le nombre de cycles à rupture
- $\Delta\varepsilon_t$  : la variation de déformation totale imposée
- $(\Delta\varepsilon_e)_s$  : la variation de déformation élastique sur le cycle stabilisé (défini à mi-durée de vie)
- $(\Delta\varepsilon_p)_s$  : la variation de déformation plastique sur le cycle stabilisé
- $(\frac{\Delta\sigma}{2})_s$  : l'amplitude de contrainte au cycle stabilisé
- $(\frac{\Delta\sigma}{2})_o$  : l'amplitude de contrainte initiale
- $(\frac{\Delta\sigma}{2})_{\max}$  : l'amplitude de contrainte maximale au cours du cyclage

Le nombre de cycles à rupture  $N_R$  peut être défini de manière différente suivant le critère de rupture choisi. Ces critères sont en général définis par l'apparition d'un certain phénomène (séparation de l'éprouvette en deux parties distinctes, par exemple), ou par la diminution d'un certain pourcentage d'un des paramètres enregistrés (contrainte maximale de traction, différence entre les contraintes maximales en traction et en compression, module d'élasticité...) par rapport à un niveau prédéfini, cette diminution résultant de l'endommagement en fatigue. Nous avons choisi de définir  $N_R$  comme le nombre de cycles correspondant à la séparation complète de l'éprouvette en deux parties.

$N_R$	$\Delta\varepsilon_t$ (%)	$(\Delta\varepsilon_e)_s$ (%)	$(\Delta\varepsilon_p)_s$ (%)	$(\Delta\sigma/2)_s$ (MPa)	$(\Delta\sigma/2)_o$ (MPa)	$(\Delta\sigma/2)_{\max}$ (MPa)
752	3,2	0,6	2,6	561	418	558
725	3,2	0,68	2,52	559	420	563
1002	3	0,67	2,33	545	421	551
1043	2,8	0,65	2,15	525	419	540
1203	2,5	0,6	1,9	486	428	519
1178	2,5	0,55	1,95	489	424	521
2834	2	0,536	1,464	394	410	460
2620	2	0,530	1,47	421	408	462
3700	1,6	0,52	1,08	390	405	451

Tableau II.5 Résultats des essais de fatigue oligocyclique menés jusqu'à rupture à 300K

$N_R$	$\Delta\varepsilon_t$ (%)	$(\Delta\varepsilon_e)_s$ (%)	$(\Delta\varepsilon_p)_s$ (%)	$(\Delta\sigma/2)_s$ (MPa)	$(\Delta\sigma/2)_o$ (MPa)	$(\Delta\sigma/2)_{\max}$ (MPa)
219	5	1,23	3,77	1105	1019	1149
199	5	1,18	3,82	1095	1021	1158
324	4,5	1,13	3,37	1070	1016	1107
316	4,5	1,09	3,41	1083	1018	1110
1214	3,2	1,095	2,105	955	994	1027
1119	3,2	1,054	2,146	974	997	1032
1408	3	1,05	1,95	925	990	994
1385	3	1,02	1,98	935	991	998
1633	2,8	0,972	1,828	914	945	983
1941	2,5	0,908	1,592	886	953	985
1824	2,5	0,898	1,602	890	951	981
3763	2	0,76	1,24	827	934	957

Tableau II.6 Résultats des essais de fatigue oligocyclique menés jusqu'à rupture à 77K



### II.3.2.2 Ecrouissage cyclique à 300K et 77K

Les courbes définissant l'amplitude de contrainte au cycle stabilisé (NR/2) en fonction de l'amplitude de déformation totale imposée sont appelées courbes d'écrouissage cyclique ; elles sont présentées, pour le matériau étudié, sur les figures II.32 et II.33, à 300K et 77K respectivement. Sur ces mêmes figures, et pour comparaison, sont tracées également les courbes d'écrouissage monotone (correspondant au premier quart de cycle en fatigue).

Les mêmes courbes d'écrouissage monotone (en terme de grandeurs vraies) et cyclique sont définies en diagramme bilogarithmique, à 300K et à 77K, sur les figures II.34 et II.35 respectivement ; notons qu'à bas niveau de déformation ( $\epsilon_t < 2\%$ ), les différences entre les grandeurs vraies et conventionnelles sont négligeables.

Les courbes d'écrouissage cyclique peuvent également être représentées par une loi puissance du type  $(\Delta\sigma/2)_s = K'(\Delta\epsilon_p/2)_s^{n'}$  où  $(\Delta\sigma/2)_s$  est exprimé en MPa et  $\Delta\epsilon_p/2$  en %. Les valeurs de  $K'$  et  $n'$ , déterminées par régression linéaire (méthode des moindres carrés) sont données dans le tableau II.7, ainsi que les coefficients de corrélation  $r$  correspondants.

Température	$K'$	$n'$
300K	493 ( $r=0,969$ )	0,585
77K	939,2 ( $r=0,993$ )	0,254

Tableau II.7 Coefficients et exposants des lois d'écrouissage cyclique :

$$(\Delta\sigma/2)_s = K'(\Delta\epsilon_p/2)_s^{n'} \text{ de l'acier étudié, à 300K et 77K}$$

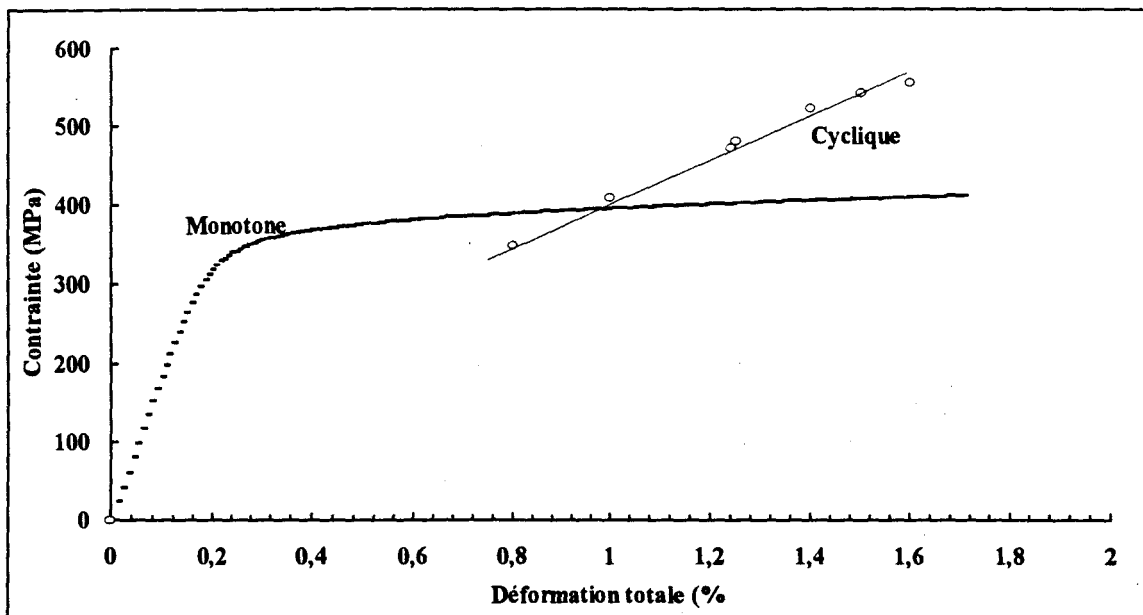


Figure II.32 Courbes d'érouissage cyclique et monotone de l'acier étudié à 300K

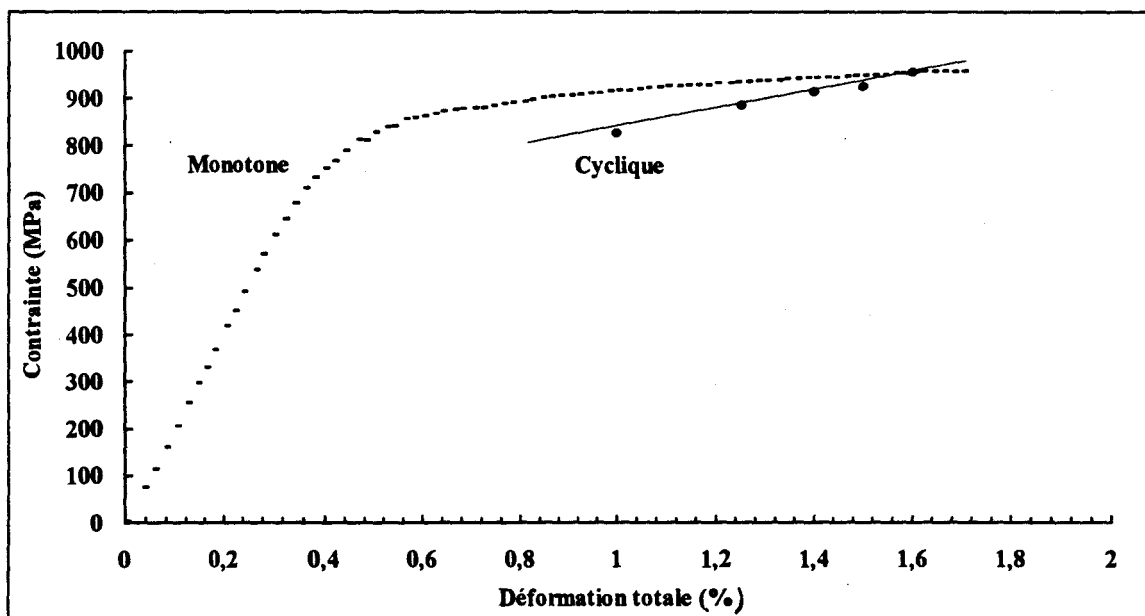


Figure II.33 Courbes d'érouissage cyclique et monotone de l'acier étudié à 77K

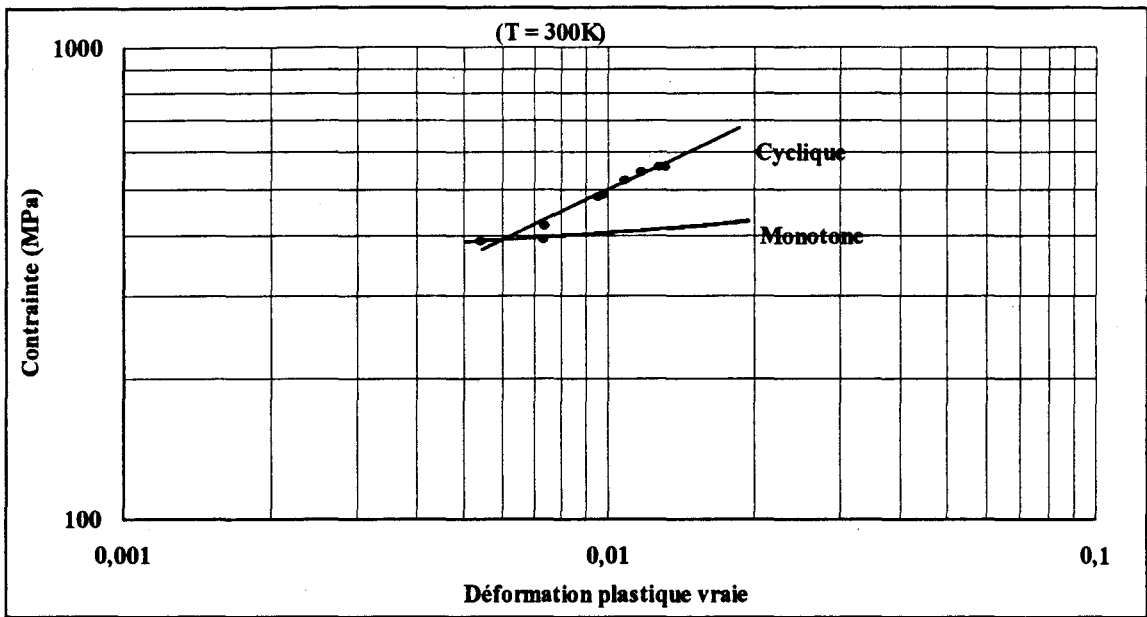


Figure II.34 Courbes d'écroissage cyclique ( $\Delta\sigma/2 - \Delta\varepsilon_p/2$ ) et monotone ( $\sigma_V - \varepsilon_{pV}$ ) de l'acier étudié à 300K

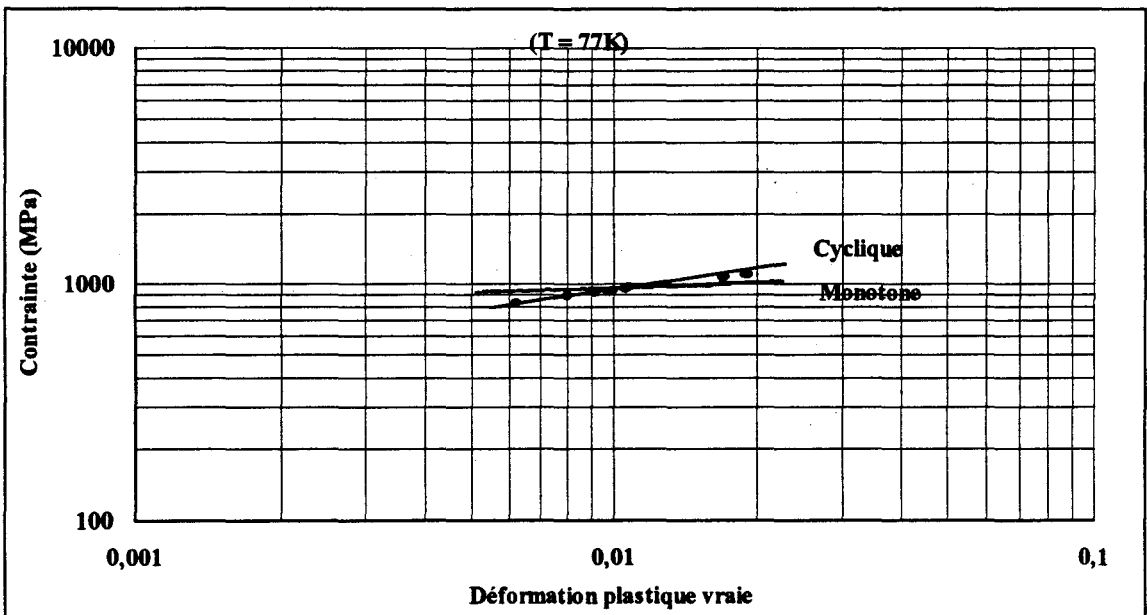


Figure II.35 Courbes d'écroissage cyclique ( $\Delta\sigma/2 - \Delta\varepsilon_p/2$ ) et monotone ( $\sigma_V - \varepsilon_{pV}$ ) de l'acier étudié à 77K

### II.3.2.3 Résistance à la fatigue à 300K et 77K

Les courbes de résistance à la fatigue sont définies comme les variations de déformation totale, plastique et élastique au cycle stabilisé, en fonction du nombre de cycles à la rupture. Ces courbes sont présentées, pour le matériau étudié, dans un diagramme bilogarithmique ( $\text{Log } \Delta\varepsilon - \text{Log } N_R$ ), à 300K et 77K, sur les figures II.36 et II.37 respectivement.

Les courbes de résistance à la fatigue en termes de déformation plastique et de déformation élastique peuvent être modélisées respectivement par les lois puissances proposées par Manson-Coffin ( $\Delta\varepsilon_p = C_p N_R^{-c}$ ) et par Basquin ( $\Delta\varepsilon_e = C_e N_R^{-b}$ ). La résistance à la fatigue plastique oligocyclique s'exprime alors par une expression de la forme :

$$(\Delta\varepsilon_t / 2) = (\Delta\varepsilon_e / 2) + (\Delta\varepsilon_p / 2) = (C_e / 2) N_R^{-b} + (C_p / 2) N_R^{-c}$$

où  $C_e$  est appelé coefficient de résistance en fatigue ;

$b$  est appelé exposant de résistance en fatigue ;

$C_p$  est appelé coefficient de ductilité en fatigue;

$c$  est appelé exposant de ductilité en fatigue.

Les valeurs de  $C_e$ ,  $C_p$ ,  $b$  et  $c$ , déterminées par régression linéaire (méthode des moindres carrés), sont données dans le tableau II.8, ainsi que les coefficients de corrélation associés.

Température	$C_p$	$c$	$C_e$	$b$
300K	40,85 ( $r=0,961$ )	0,420	1,76 ( $r=0,630$ )	0,154
77K	30,61 ( $r=0,987$ )	0,384	2,306 ( $r=0,757$ )	0,119

Tableau II.8 Paramètres des lois de Manson-Coffin et de Basquin pour l'acier étudié, à 300K et 77K

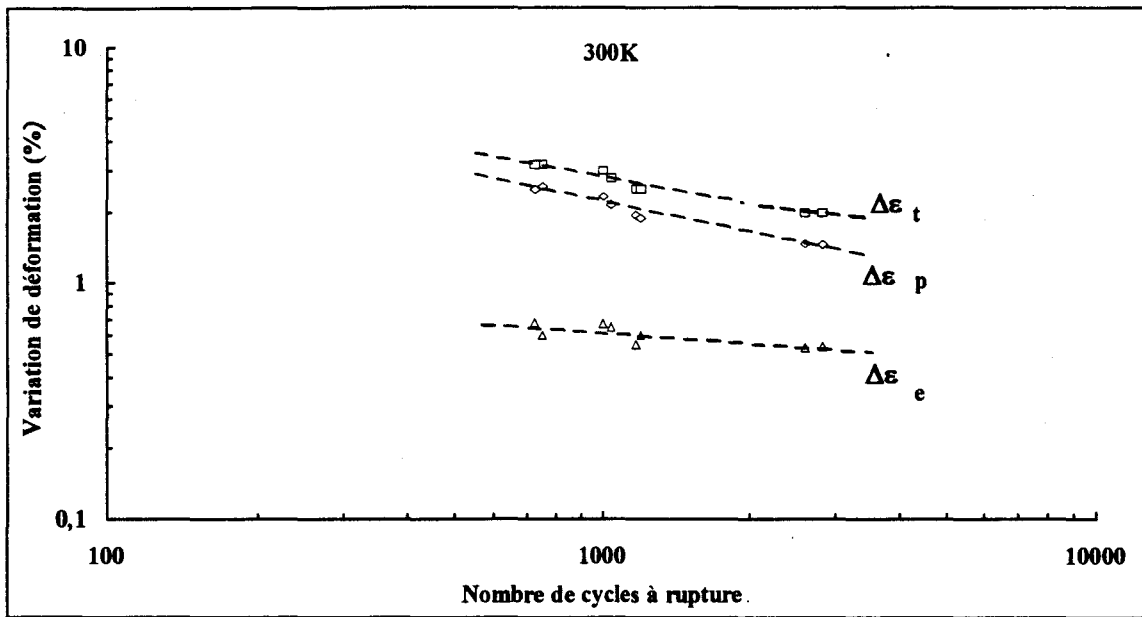


Figure II.36 Courbes de résistance à la fatigue plastique oligocyclique du 316LN à 300K

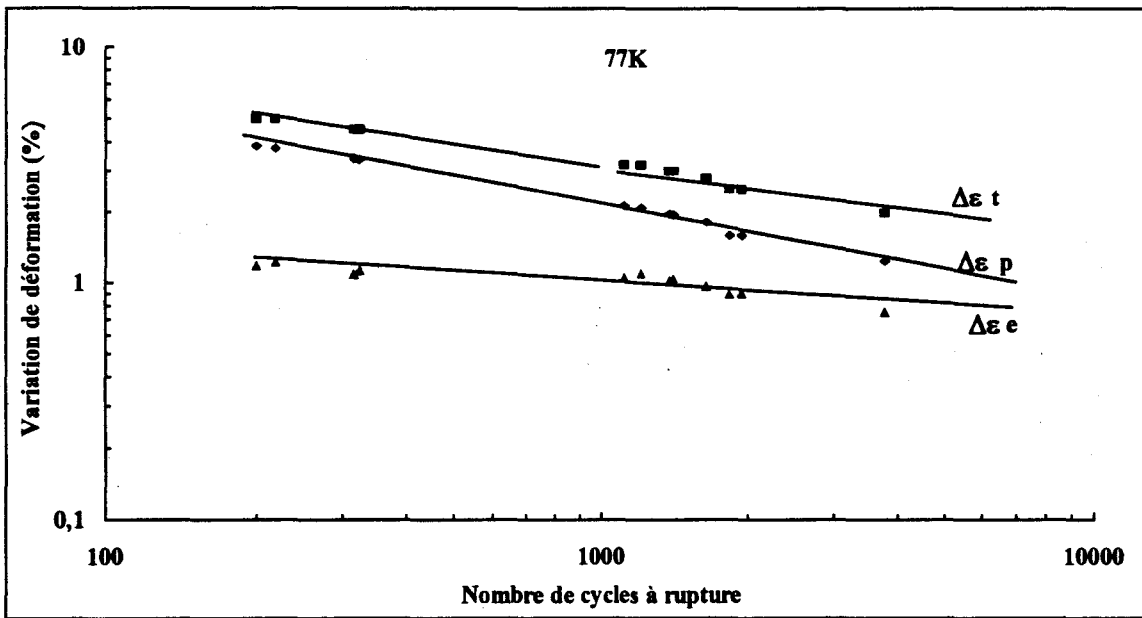


Figure II.37 Courbes de résistance à la fatigue plastique oligocyclique du 316LN à 77K

Les courbes d'endurance sont définies comme les variations de l'amplitude de contrainte au cycle stabilisé en fonction du nombre de cycles à la rupture. Ces courbes sont présentées, pour le matériau étudié, dans un diagramme bilogarithmique ( $\text{Log } \Delta\sigma/2 - \text{Log } N_R$ ), à 300K et 77K, sur la figure II.38.

Les courbes d'endurance peuvent être également modélisées par des lois puissances de la forme  $\Delta\sigma/2 = DN_R^{-d}$ . Les valeurs de  $D$  et  $d$ , obtenues également par régression linéaire en diagramme bilogarithmique (méthode des moindres carrés) sont données dans le tableau II.9.

Température	$D$	$d$
300K	2724 ( $r=0,968$ )	0,239
77K	1878 ( $r=0,975$ )	0,098

Tableau II.9 Paramètres des lois puissance des courbes d'endurance,  $\Delta\sigma/2 = DN_R^{-d}$ , de l'acier étudié à 300K et 77K.

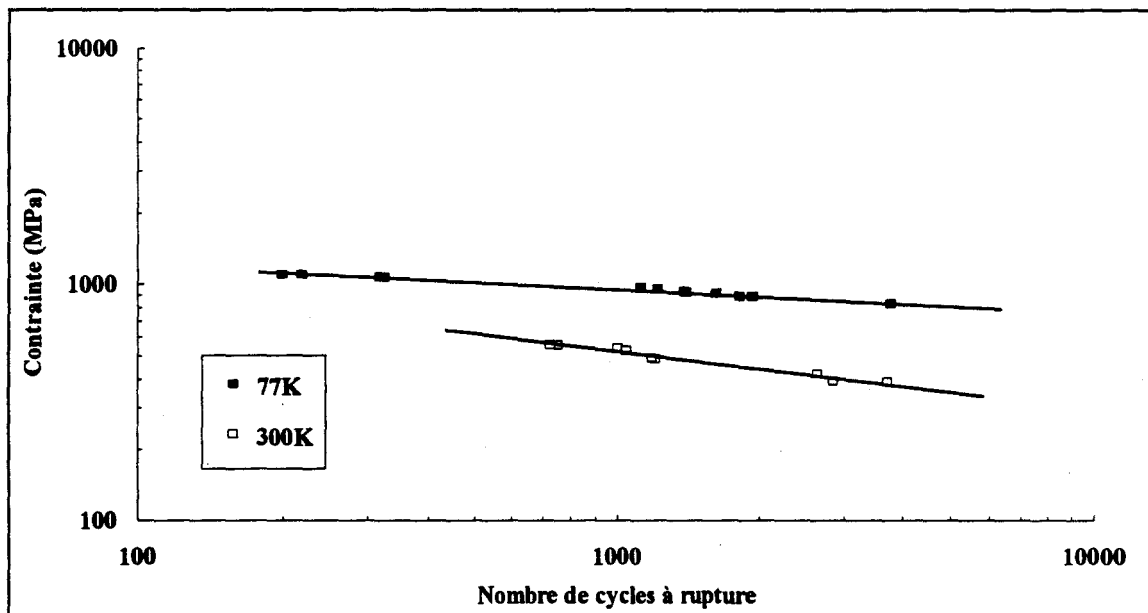


Figure II.38 Courbes d'endurance de l'acier étudié, à 300K et 77K

### II.3.2.4 Taux de martensite induite par sollicitation cyclique

A température ambiante, nous n'avons pas détecté de transformation martensitique après les essais de fatigue plastique oligocyclique (figure II.39),

toujours en raison de la température d'essai ( $\cong 300\text{K}$ ) supérieure à  $M_{d30}$  ( $\cong 120\text{K}$ ) (cf. § II.1.4).

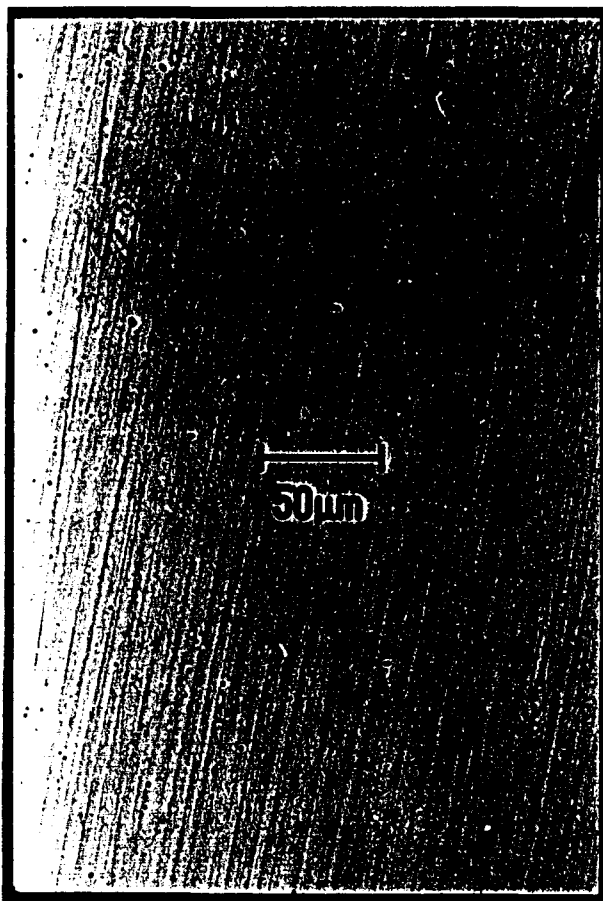


Figure II.39 Micrographie obtenue par la méthode du ferrofluide sur le plan SL poli d'une éprouvette rompue par fatigue plastique oligocyclique ( $\Delta\varepsilon_t = 3,2\%$ ) à 300K

A 77K, de la transformation martensitique a été détectée, en quantité d'autant plus importante que le niveau de déformation appliquée était élevé. Les mesures de teneur en martensite ont là encore été effectuées par la méthode magnétique à champ d'induction saturant. L'évolution du moment magnétique en fonction du champ appliqué, pour une éprouvette de fatigue plastique oligocyclique cyclée à 77K, sous  $\Delta\varepsilon = 3,2\%$  jusqu'à rupture ( $N_R = 1214$  cycles), est présentée sur la figure II.40. Les résultats obtenus pour les différents niveaux de déformation imposée (essais jusqu'à rupture ou interrompus), sont présentés dans le tableau II.10.

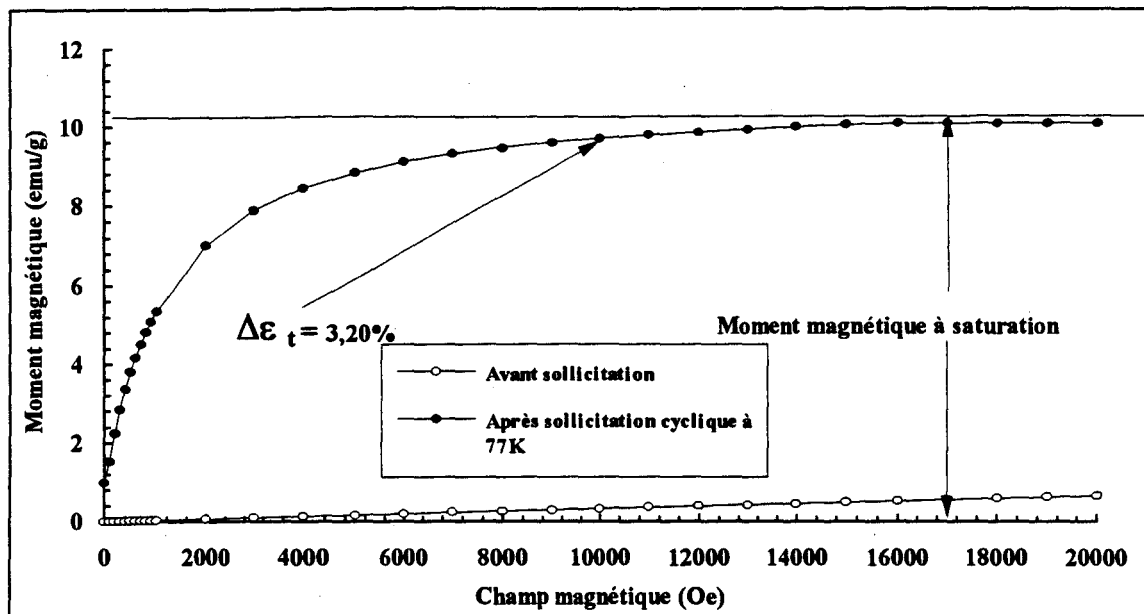


Figure II.40 Evolution du moment magnétique de l'acier étudié en fonction du champ appliqué, pour une éprouvette fatiguée à 77K ( $\Delta\varepsilon_t = 3,2\%$ ) jusqu'à rupture

Sollicitation cyclique	Nombre de cycles	$(\sigma_s)_f$ (emu/g)	$(\sigma_s)_{f=1}$ (emu/g)	$f$ (%)
$\Delta\varepsilon_t = 3,2\%$	1214 (R)	9,72	143	6,8
$\Delta\varepsilon_t = 3,2\%$	1119 (R)	8,88	143	6,21
$\Delta\varepsilon_t = 3,2\%$	607 (I)	5,23	143	3,66
$\Delta\varepsilon_t = 3,2\%$	550 (I)	4,11	143	2,88
$\Delta\varepsilon_t = 2,8\%$	1633 (R)	4,53	143	3,17
$\Delta\varepsilon_t = 2,8\%$	816 (I)	3,17	143	2,22
$\Delta\varepsilon_t = 2,8\%$	500 (I)	2,65	143	1,85
$\Delta\varepsilon_t = 2,5\%$	1941 (R)	3,08	143	2,16
$\Delta\varepsilon_t = 2\%$	3763 (R)	0,715	143	0,5

Tableau II.10 Taux de martensite induite en fatigue plastique oligocyclique à 77K



### **CHAPITRE III : Discussion et interprétations**

Dans ce chapitre, les résultats de traction monotone et de fatigue plastique oligocyclique obtenus sur l'acier 316LN étudié sont discutés et interprétés. Pour cela, deux points de vue ont été envisagés : le point de vue macroscopique et le point de vue microscopique.

Dans la première partie de ce chapitre, nous décrivons et interprétons les caractéristiques mécaniques macroscopiques sous sollicitations monotones à 300K et 77K ; les effets de diminution de la température, et de la transformation martensitique y sont discutés.

Dans la deuxième partie, nous décrivons les caractéristiques mécaniques macroscopiques et microscopiques sous sollicitations cycliques à 300K et 77K ; les effets de diminution de la température, et de la transformation martensitique sur l'évolution de l'amplitude de contrainte et sur la résistance à la fatigue plastique oligocyclique y sont discutés.

#### *Remarque*

Comme nous l'avons vu dans la partie bibliographique (§ I.1.3.1), la martensite  $\alpha'$  peut apparaître par transformation  $\gamma \rightarrow \alpha'$  ou  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ . Pour les aciers à faible EFE, en particulier ceux chargés en azote interstitiel comme le nôtre, la martensite  $\varepsilon$  est susceptible d'apparaître sous sollicitation monotone ou cyclique. Cette phase apparaît dès le début de la sollicitation, passe par un maximum, puis diminue vers zéro. Selon Baudry, cette phase influe très peu sur les propriétés mécaniques de l'acier. Dans cette étude, seul le taux de martensite  $\alpha'$  a pu être mesuré par la méthode de détection utilisée.

## III.1 COMPORTEMENT EN TRACTION MONOTONE

Le comportement en traction monotone est étudié à l'aide des courbes de traction monotone, des courbes d'écrouissage monotone, à 300K et 77K, et de l'évolution de la fraction volumique de martensite induite au cours du chargement monotone à 77K.

### III.1.1 Courbes de traction monotone à 300K et 77K

Les essais de traction monotone ont été réalisés comme complémentaires des essais de fatigue plastique oligocyclique, et constituent une base de référence pour

ces derniers. Les caractéristiques mécaniques  $E$ ,  $R_{e0,02\%}$ ,  $R_{e0,2\%}$ ,  $R_m$  et  $A$ , pour chaque température, ont été présentées dans le tableau II.2 du chapitre II. On y observe que l'abaissement de la température conduit à une faible augmentation du module d'élasticité ( $E_{300K} = 193500$  MPa et  $E_{77K} = 205000$  MPa), donc à une faible sensibilité de ce module à la diminution de la température.

Sur la figure III.1, nous comparons les courbes de traction monotone ( $\sigma - \varepsilon$ ) à 300K et 77K. Cette figure montre que l'abaissement de la température conduit à :

- une augmentation des niveaux de contrainte très importante, pour un même niveau de déformation,
- une augmentation importante de la limite d'élasticité et de la charge à rupture,
- une augmentation de l'allongement à rupture.

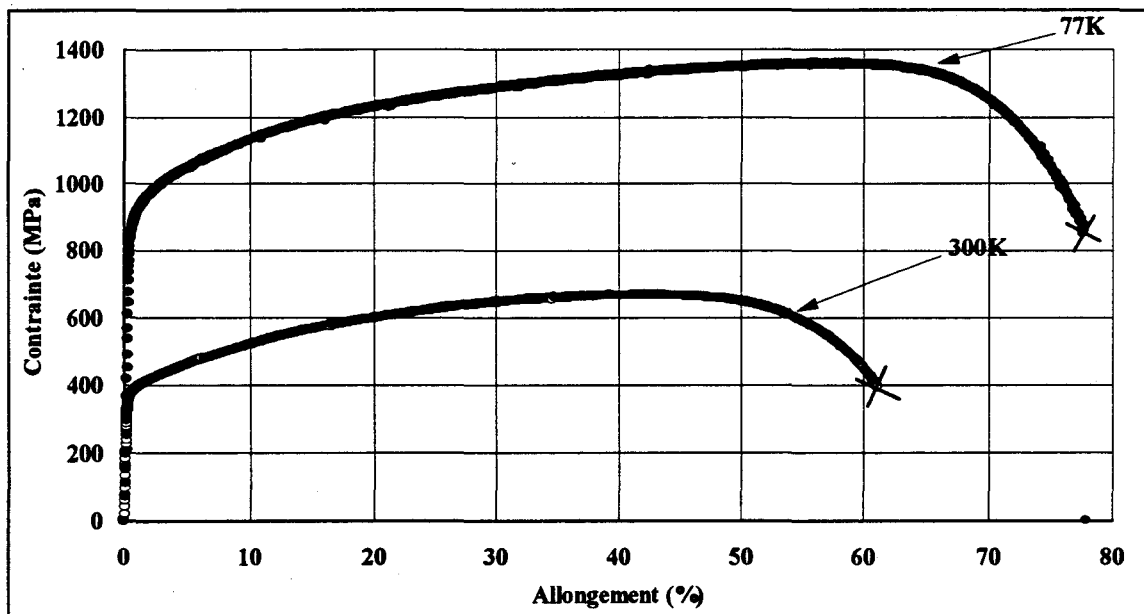


Figure III.1 Courbes de traction monotone de l'acier 316LN à 300K et à 77K

### III.1.1.1 Effet d'une diminution de la température sur le module d'élasticité

Les modules d'Young mesurés à 300K et 77K sont comparables à ceux obtenus par Ledbetter [Ledbetter et al., 1981] (tableau III.1).

	$E_{300K}$ (MPa)	$E_{77K}$ (MPa)
Nos résultats	193500	205000
Résultats de Ledbetter	194050	204500

Tableau III.1 Modules d'élasticité obtenus sur l'acier étudié (nos résultats) et sur un acier type 316 [Ledbetter et al., 1981] à 300K et 77K

L'étude de ce dernier, sur des aciers AISI 304, 316 et 310, montre une augmentation quasi-linéaire du module d'Young lorsqu'on diminue la température de 300K à 100K (figure III.2). A plus basse température, il observe une anomalie sur l'évolution du module d'Young, plus marquée pour les aciers AISI 304 et 316. Il attribue cette anomalie à la transformation martensitique au cours du chargement, l'acier type 310 ne présentant, lui, aucune transformation martensitique, au moins au delà de 5K.

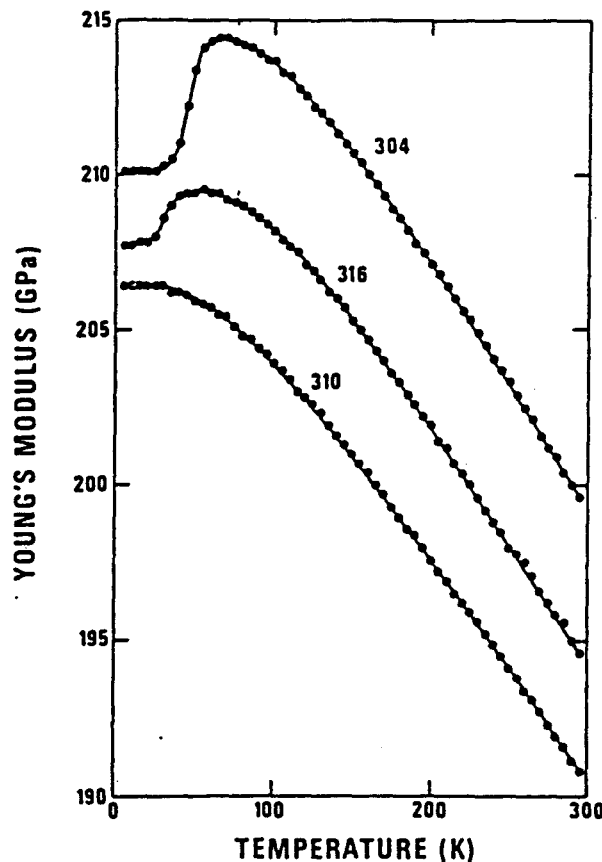


Figure III.2 Module d'Young des aciers inoxydables austénitiques types 304, 316 et 310 en fonction de la température [Ledbetter et al., 1981]

Si on admet cette variation linéaire entre 300K et 77K pour l'acier 316LN étudié, on peut alors définir son module d'Young à la température T en fonction de celui à 300K, dans le domaine 77K-300K, par :

$$E_T = E_{300K} + 0,051(300 - T) \quad (\text{III.1})$$

### III.1.1.2 Effet de l'azote interstitiel et d'une diminution de la température sur les caractéristiques de résistance $R_m$ et $R_{e0,02\%}$

La résistance à la rupture,  $R_m$ , et la limite d'élasticité à 0.02%,  $R_{e0,02\%}$ , obtenues à 300K et à 77K, sont cohérentes avec les résultats obtenus par Vogt [Vogt, 1991] sur des aciers type 316L alliés à différentes teneurs en azote (tableau III.2 et figure III.3).

Température d'essai	N (% pds)	$R_{e0,02\%}$ (MPa)	$R_m$ (MPa)
300K	0,033	258	565
	0,077	259	580
	0,135	264	612
	<b>0,16*</b>	<b>305*</b>	<b>670*</b>
	0,235	322	700
77K	0,033	394	1145
	0,077	635	1274
	0,135	710	1290
	<b>0,16*</b>	<b>760*</b>	<b>1350*</b>
	0,235	870	1400

Tableau III.2 Résistance à la rupture et Limite d'élasticité de l'acier étudié (\*) et d'autres aciers 316L alliés à l'azote, à 300K et 77K [Vogt, 1991]

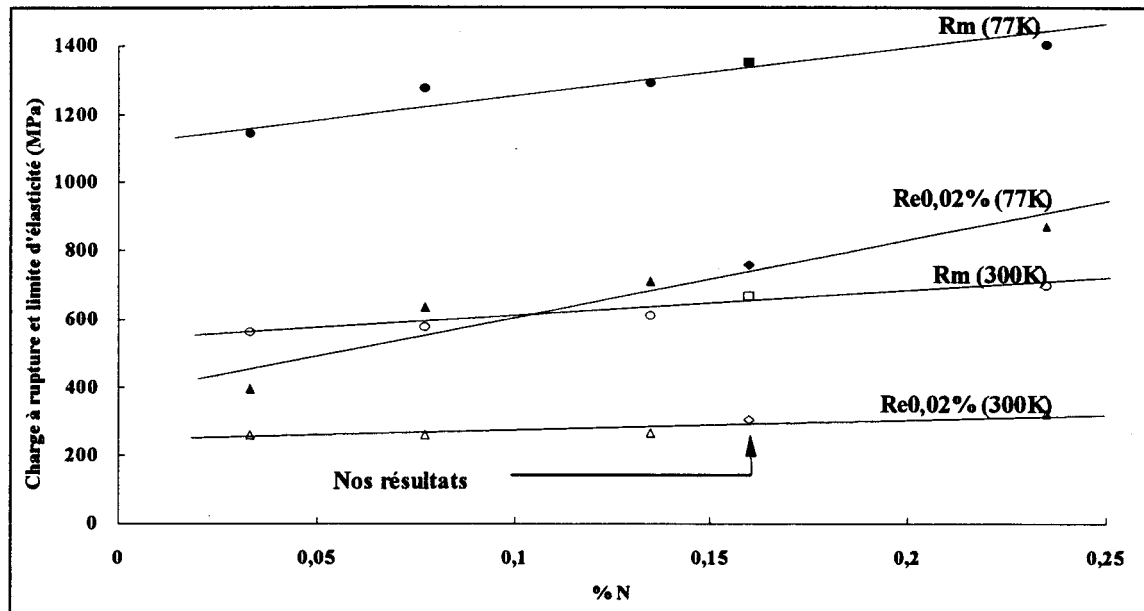


Figure III.3 Résistance à la rupture et Limite d'élasticité d'aciers 316L-316LN en fonction de leur teneur en azote, à 300K et 77K ([Vogt, 1991] et nous-même)

Ces résultats indiquent l'effet important d'augmentation de la limite d'élasticité et de la résistance à la rupture des aciers AISI 316L-316LN avec la teneur en azote, aux deux températures, 300K et 77K, avec cependant un effet plus important à 77K.

Simon [Simon et al., 1986] a proposé la formule suivante pour prévoir la limite d'élasticité  $R_{e0,02\%}$  à 4K (en MPa) du 316L allié à l'azote, en fonction de la teneur en azote (N en % pds) et du diamètre moyen des grains d (en  $\mu\text{m}$ ) :

$$R_{e0,02\%} = 381 + 2776 N + 811 d^{-1/2} \quad \text{à 4K} \quad (\text{III.2})$$

Les résultats de Vogt et les nôtres peuvent être donnés par les relations :

$$R_{e0,02\%} = 395 + 2176 N \quad \text{à 77K} \quad (\text{III.3})$$

$$R_{e0,02\%} = 237 + 345 N \quad \text{à 300K} \quad (\text{III.4})$$

Les trois dernières relations indiquent que le taux de variation de la limite d'élasticité avec la teneur en azote est environ 6 fois plus important à 77K qu'à 300K, et 8 fois à 4K. Ceci signifie également que ce taux de variation augmente peu quand on diminue la température de 77K à 4K.

Une étude des évolutions de la résistance à la rupture et de la limite d'élasticité en fonction de la diminution de la température, pour des aciers du type 316LN, indique des augmentations linéaire dans le domaine de température 300K-80K [Pattanayak, 1984], et non-linéaire au-delà, comme indiqué sur la figure III.4. Cette non-linéarité à très basse température est attribuée à une intense transformation martensitique.

En admettant cette évolution linéaire entre 300K et 77K, nous proposons les relations suivantes, à partir de nos résultats :

$$R_{e0,02\%(T)} = R_{e0,02\%(300K)} + 2,04 (300 - T) \quad (\text{III.5})$$

$$R_m(T) = R_m(300K) + 3,05 (300 - T) \quad (\text{III.6})$$

où  $R_{e0,02\%(T)}$  et  $R_m(T)$  sont respectivement la limite d'élasticité et la résistance à la rupture à la température T.

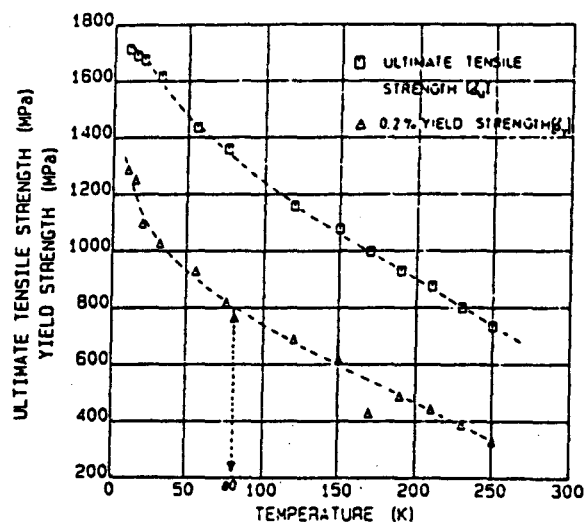


Figure III.4 Evolutions de la résistance à la rupture et de la limite d'élasticité d'un acier type 316LN en fonction de la température [Pattanayak, 1984]

### III.1.1.3 Effet d'une diminution de la température sur l'allongement à rupture

L'allongement à rupture,  $A$ , de l'éprouvette dépend de la forme et des dimensions de celle-ci ;  $A = A_r + A_z$ ,  $A_r$  étant l'allongement réparti jusqu'au maximum de la charge, et  $A_z$  l'allongement localisé à la striction ;  $A_r$  dépend de la longueur de l'éprouvette, et  $A_z$  de sa section. L'utilisation d'éprouvettes normalisées

( $L_0 = 5d_0$  pour une éprouvette cylindrique) permet de comparer divers allongements à rupture. Dans notre cas,  $L_0 = 1,25d_0$  et  $L_0 = 1,76d_0$ , pour les essais à 300K et 77K respectivement, c'est pourquoi, nous avons obtenu des allongements à rupture très importants à 300K et 77K comparativement à ceux de la littérature (la composante d'allongement localisé à la striction étant très importante).

Un allongement à la rupture important est par ailleurs caractéristique d'un phénomène de plasticité induite par transformation martensitique (Transformation-Induced Plasticity, ou TRIP). Cette plasticité peut être à l'origine d'une différence de volume entre la phase mère ( $\gamma$ ) et la phase produit ( $\alpha'$ ), ou d'une orientation préférentielle des aiguilles de martensite sous la contrainte appliquée ; ces deux mécanismes sont actifs dans le cas des alliages ferreux, car ces alliages mettent en jeu à la fois une déformation de cisaillement macroscopique importante et une variation volumique (cf. § I.1.2).

L'allongement à rupture du matériau étudié, plus important à 77K qu'à 300K, est alors attribué à la transformation martensitique, détectée et mesurée à cette température (cf. § II.3.1.3).

### **III.1.2 Evolution de la fraction volumique de martensite au cours de la traction monotone à 77K**

#### *Influence de la température*

En traction monotone, nous avons observé et mesuré une fraction volumique de martensite non négligeable à 77K. En revanche, nous n'en avons détectée aucune à 300K.

En général, la température diminue la stabilité de la phase austénitique vis à vis de la transformation martensitique. Ainsi, des études relatives à un acier Z3CN18-10 (AISI 304L) sous chargement monotone [Reed et al., 1964] indiquent que la transformation martensitique est très fortement activée par la contrainte, et est presque complète à 77K (87% de martensite est obtenue sous une déformation de 12%).

La transformation martensitique en cours de sollicitation mécanique nécessite une différence positive entre la température  $M_d$  et la température d'essai. Pour l'acier étudié, l'application de la relation de Pickering (relation I.6 du chapitre I) donne une température  $M_{d30}$  égale à 120K, indiquant qu'effectivement une



transformation martensitique est susceptible d'apparaître sous sollicitation à température inférieure à 120K, à fortiori à 77K.

Une étude de Pattanayak [Pattanayak, 1984] montre que le taux de martensite induite dans des éprouvettes rompues d'un acier type AISI 316LN déformé à température inférieure à  $M_d$  varie de manière non linéaire dans le domaine de 300K-4K (figure III.5). Nous ne pouvons donc pas conclure sur le sens de variation du taux de martensite avec la température entre 77K et 300K, à partir de nos seuls essais à ces deux températures.

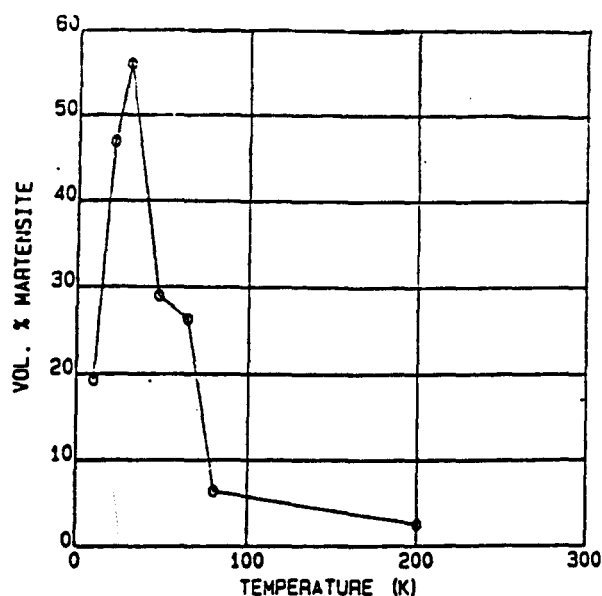


Figure III.5 Variation du taux de martensite induite dans un acier type AISI 316LN à rupture sous traction monotone, en fonction de la température [Pattanayak, 1984]

#### *Influence du niveau de déformation*

Nos résultats montrent une relation non linéaire entre la fraction volumique  $f$  de martensite induite par traction monotone à 77K et la déformation imposée (cf. figure II.29). Comme nous l'avons vu précédemment (§ I.1.3.3), la relation entre la fraction volumique  $f$  de martensite et la déformation rationnelle  $\varepsilon$  peut s'exprimer par :

$$\frac{f}{1-f} = A \cdot \varepsilon^B \quad (\text{modèle de Angel}) \quad (\text{III.7})$$

A partir des fractions volumiques de martensite  $f$  mesurées (cf. tableau II.3), la figure III.6 représente l'évolution de  $[f/(1-f)]$  en fonction de  $\varepsilon$ , en diagramme bilogarithmique. La quasi-linéarité observée montre que le modèle de Angel est correctement vérifiée.

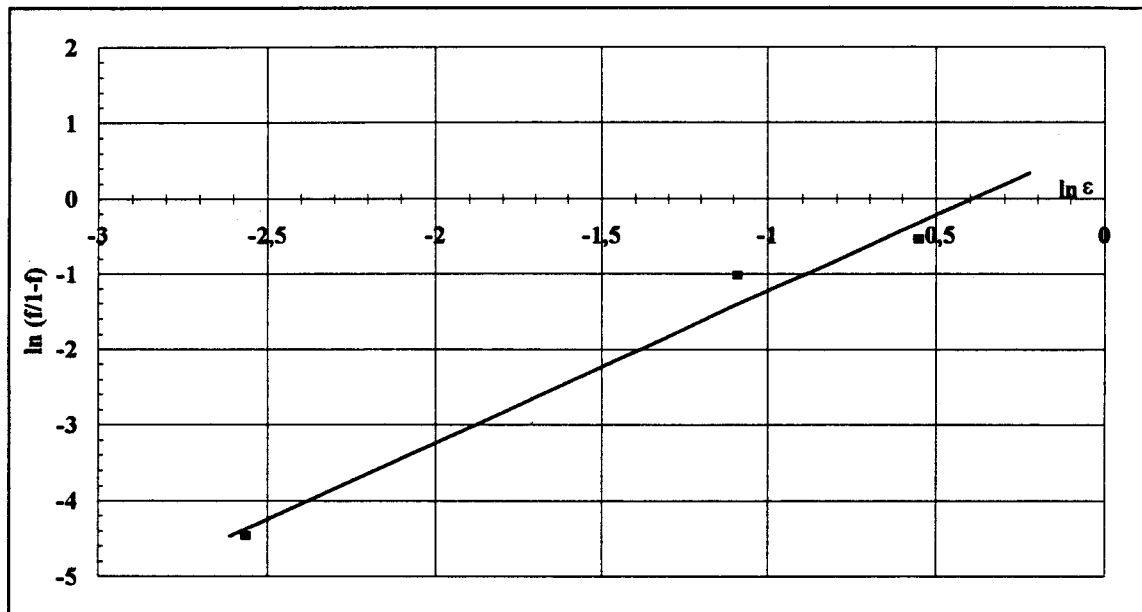


Figure III.6 Vérification graphique du modèle de Angel :  $f / (1 - f) = A \cdot \varepsilon^B$   
 ( $A = 0,83$ ,  $B = 2,025$ ,  $r = 0,997$ , obtenus par régression linéaire, méthode des moindres carrés)

### III.1.3 Courbes d'écroutissement monotone à 300K et 77K

Les courbes d'écroutissement monotone ( $\sigma_V - \varepsilon_{PV}$ ) sont comparées en diagramme bilogarithmique sur la figure III.7. Chacune de ces courbes est approximée par deux lois type loi de Ludwig ( $\sigma_V = K \varepsilon_{PV}^n$ ), dont les paramètres et intervalles de définition sont définis dans le tableau III.3.

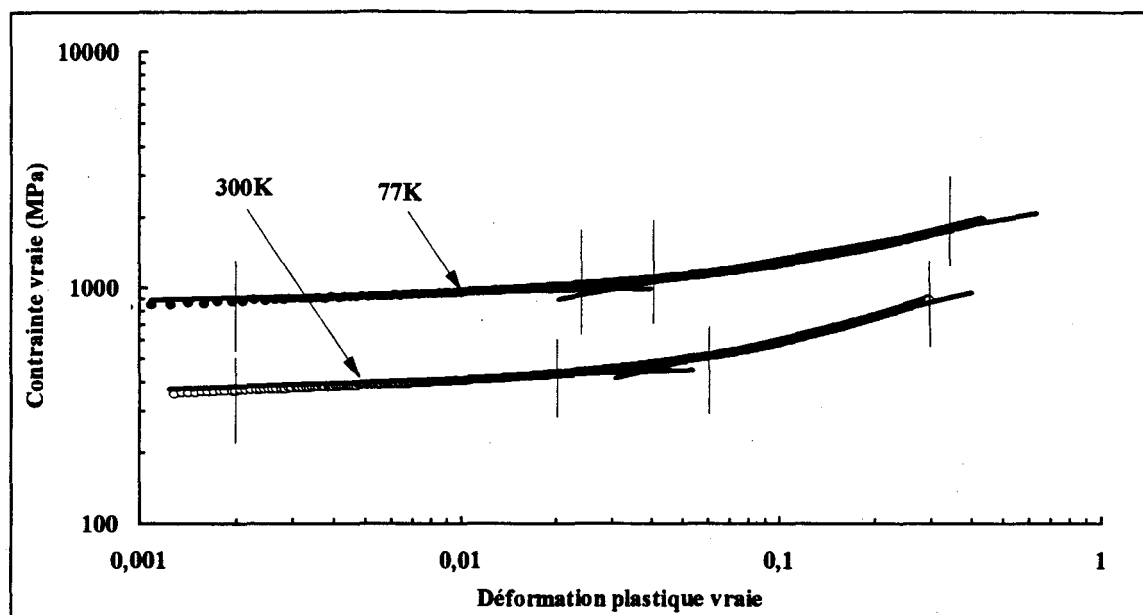


Figure III.7 Courbes d'érouissage monotone de l'acier 316LN étudié, à 300K et 77K. Comparaison avec des lois du type loi de Ludwig ( $\sigma_v = K \epsilon_{pv}^n$ )

Température	Domaine du $\epsilon_{pv}$	K (MPa)	n	r
300K	(0,2% ≤ $\epsilon_{pv}$ ≤ 2%)	407,5	0,066	0,994
300 K	(6% ≤ $\epsilon_{pv}$ ≤ 30%)	259	0,360	0,994
77 K	(0,2% ≤ $\epsilon_{pv}$ ≤ 2,5%)	966	0,066	0,989
77 K	(4% ≤ $\epsilon_{pv}$ ≤ 35%)	721,5	0,251	0,985

Tableau III.3 Valeurs des paramètres des lois de Ludwig ( $\sigma_v = K \epsilon_{pv}^n$ ) pour l'acier 316LN étudié, à 300K et 77K (obtenues par régression linéaire, méthode des moindres carrés)

Cette double linéarité a été préalablement observée par Soussan [Soussan et al., 1991] à 300K sur des aciers 316L à différentes teneurs en azote et par Vogt [Vogt, 1991], à 300K et 77K, sur le même type d'aciers.

Dans les aciers inoxydables austénitiques métastables (type Z2CND17-08), l'écart à la loi de Ludwig unique est attribué à la transformation martensitique induite par déformation [Low et al., 1947 ; Seethraman et al., 1981].

## III.2 COMPORTEMENT EN FATIGUE PLASTIQUE OLIGOYCLIQUE

Le comportement en fatigue plastique oligocyclique à 300K et 77K est étudié en terme d'évolution des contraintes au cours du cyclage, d'écrouissage cyclique, et de résistance à la fatigue ; l'évolution du taux de martensite induite lors du cyclage à 77K et l'effet d'un vieillissement à 300K sur la résistance à la fatigue sont également analysés.

### III.2.1 Evolutions des contraintes à 300 K et 77K

Les courbes d'évolution de l'amplitude de contrainte au cours du cyclage à 300K et 77K, sous  $\Delta\epsilon_t = 2\%$  et  $3,2\%$ , sont comparées, en diagramme semi-logarithmique, sur la figure III.8.

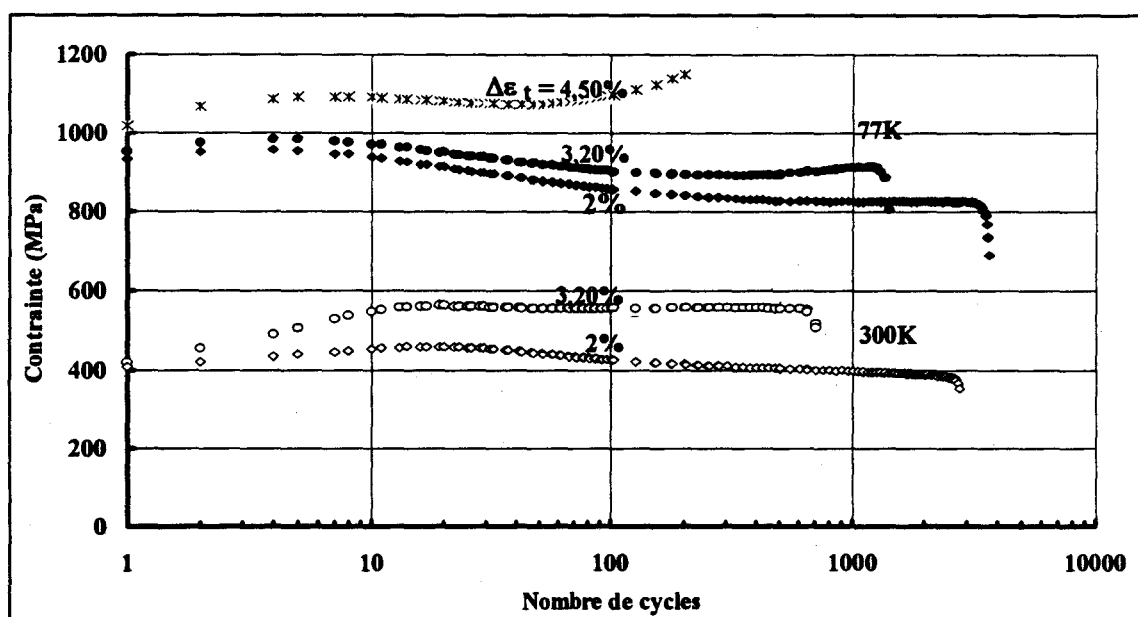


Figure III.8 Comparaison des courbes d'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles, à 300 K et 77K

Comme en traction monotone, les niveaux de contrainte sont nettement plus élevés à 77K qu'à 300K (quasiment d'un facteur 2).

A 300K, on constate que toutes les courbes (Figure III.8 et Figure II.30) sont semblables du point de vue forme : les trois phases successives d'accommodation, de stabilisation et de rupture brutale (cf. § I.2.1) sont observables. La phase d'accommodation est constituée d'un durcissement rapide, suivi d'un adoucissement nettement plus marqué à  $\Delta\varepsilon_t = 2\%$ . La phase de stabilisation, qui couvre plus de 50% de la durée de vie, présente une stabilisation à  $\Delta\varepsilon_t = 3,2\%$  et une très légère diminution de la contrainte à  $\Delta\varepsilon_t = 2\%$ .

Le comportement de durcissement-adoucissement cyclique à température ambiante a été préalablement analysé dans des aciers inoxydables austénitiques types AISI 304, 316 et 310 alliés à l'azote par différents auteurs [Vogt, 1991 ; Degallaix S., 1986 ; Shibata et al., 1985]. La présence d'azote résulte en une intensité d'adoucissement cyclique d'accommodation plus importante ; cet adoucissement, également observé en présence de carbone interstitiel, est beaucoup plus intense en présence d'azote qu'en présence de carbone [Shibata et al., 1985].

A basse température (77K), il faut distinguer les essais à bas niveau de déformation ( $\Delta\varepsilon_t = 2\%$ ) et à haut niveau de déformation ( $\Delta\varepsilon_t > 2\%$ ). Dans le premier cas, l'évolution de l'amplitude de contrainte au cours du cyclage consiste en un durcissement rapide, suivi d'un adoucissement puis d'une quasi-stabilisation de la contrainte. Dans le second cas, l'évolution de l'amplitude de contrainte au cours du cyclage consiste en un durcissement-adoucissement initial semblable au précédent, suivi d'une quasi-stabilisation, puis d'un durcissement secondaire d'autant plus intense que le niveau de déformation est élevé.

A  $\Delta\varepsilon_t = 2\%$ , étant donné le peu de martensite observée après cyclage à 77K ( $< 1\%$ ), nous pouvons comparer le comportement de durcissement-adoucissement cyclique de l'acier 316LN étudié avec celui d'aciers stables (ne manifestant pas de transformation martensitique). Comme nous l'avons vu précédemment (§ I.2.1.1.2), l'intensité d'adoucissement cyclique dans ces aciers augmente lorsque la température diminue [Shibata et al., 1985]. Ceci a également été observé par Vogt [Vogt, 1991] sur un acier inoxydable austénitique type 316L allié à 0,235% d'azote ; la figure III.9 présente l'évolution de l'amplitude des contraintes de cet acier soumis à des essais de fatigue plastique oligocyclique sous  $\Delta\varepsilon_t = 2,5\%$  et  $0,6\%$ , à 300K et 77K. Sous  $\Delta\varepsilon_t = 2,5\%$ , cet acier présente très peu de transformation martensitique après cyclage à 77K (1 à 2%) : la modification de l'évolution des contraintes induites à basse température par rapport à celle à température ambiante peut donc être essentiellement attribuée à la diminution de la température et son influence sur le mode de glissement des dislocations, et non à la transformation martensitique.

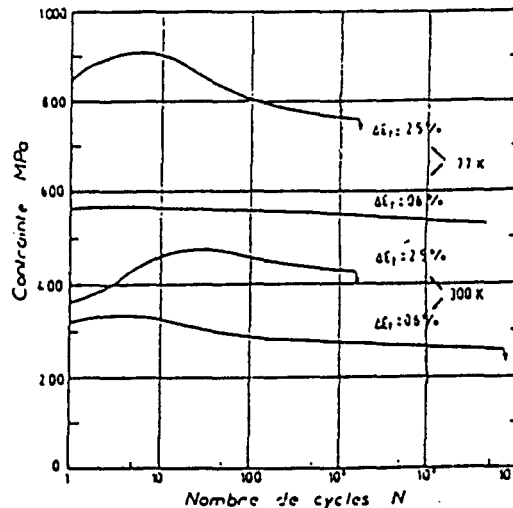


Figure III.9 Evolution de l'amplitude de contrainte avec le nombre de cycles dans un acier 316L allié à 0,235% d'azote ( $\Delta\varepsilon_t = 2,5\%$  et  $0,6\%$ , à 300K et 77K) [Vogt, 1991]

Sous  $\Delta\varepsilon_t = 3,2\%$  à 77K, essais au cours desquels on observe de la transformation martensitique, nous pouvons comparer le comportement de durcissement-adoucissement cyclique de l'acier 316LN (figure III.8) étudié avec celui d'aciers instables vis à vis de la transformation martensitique. Pour ces aciers, un durcissement cyclique secondaire a été observé par plusieurs auteurs [Baudry et al., 1977 ; Ogata et al., 1990 ; Vogt, 1991 ; Sadough, 1994] (cf. figure I.28). Selon Baudry, ce durcissement secondaire est caractéristique de l'existence de transformation martensitique [Baudry et al., 1977].

### III.2.2 Evolution de la fraction volumique de martensite au cours du cyclage à 77K

Préalablement à notre étude, et sur le même acier 316LN que le nôtre, Prioul a effectué quelques essais de fatigue plastique oligocyclique à 77K contrôlés en charge ( $\sigma_a = 611$  et  $736$  MPa ;  $R\sigma = -1$ ) [Prioul, 1987] ; notons tout d'abord que ces niveaux de contrainte sont nettement inférieurs aux niveaux de contrainte stabilisés rencontrés dans notre étude ( $\Delta\varepsilon_t = 2\% \rightarrow (\Delta\sigma/2)_s = 827$  MPa à 77K). Prioul n'a observé aucune transformation martensitique à rupture de ces éprouvettes. En revanche, aux niveaux de déformation étudiés ici ( $\Delta\varepsilon_t \geq 2\%$ ), de la transformation martensitique a été observée.

La figure III.10 présente, sur les courbes d'évolution des contraintes sous  $\Delta\varepsilon_t = 2,8\%$  et  $3,2\%$  à  $77\text{K}$ , les différents taux de martensite mesurés au cours du cyclage (cf. tableau II.10). On constate, durant la phase de "quasi-stabilisation" des contraintes, en fait caractérisée par un léger durcissement secondaire pour les 2 niveaux de déformation étudiés, une augmentation du taux de martensite avec la contrainte, et un maximum de ce taux à rupture de l'éprouvette. Comme d'autres auteurs [Baudry et al., 1977], nous attribuons le durcissement secondaire à l'augmentation du taux de martensite.

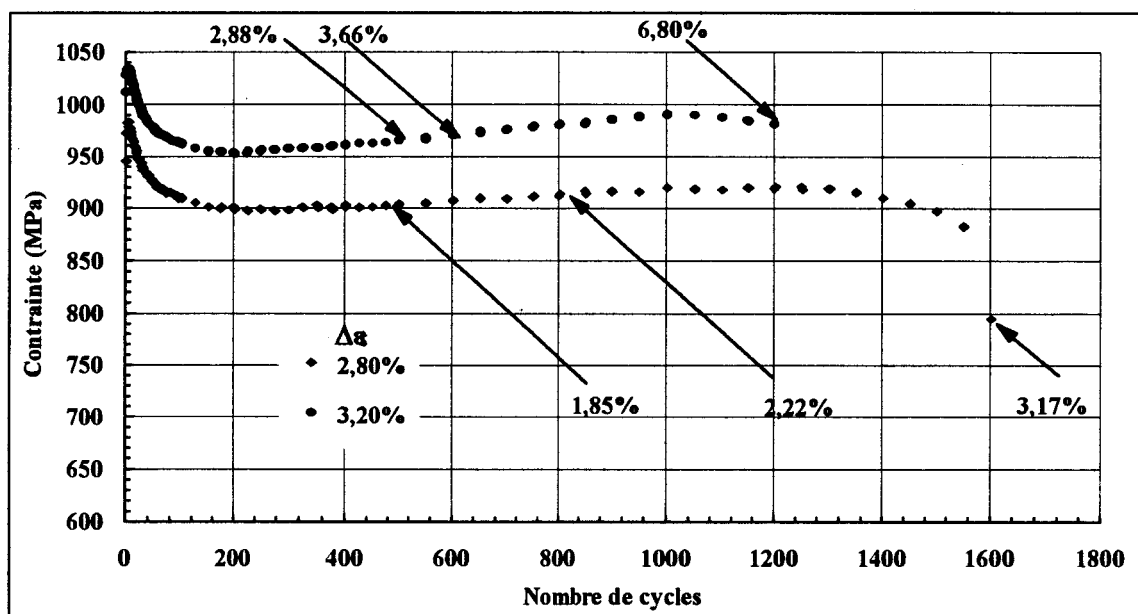


Figure III.10 Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles à  $77\text{K}$ , et fractions volumiques de martensite mesurées à différents stades

Nous nous sommes proposés d'analyser l'évolution du taux de martensite avec la déformation plastique cumulée ( $2N\Delta\varepsilon_p$ ). Le tableau III.4 définit les conditions ( $N$ ,  $\Delta\varepsilon_p$ ,  $2N\Delta\varepsilon_p$ ) et la fraction volumique  $f$  de martensite  $\alpha'$  induite sous sollicitation cyclique à  $77\text{K}$ , à partir des données des tableaux II.6 et II.10.

$\Delta\epsilon_t$ (%)	N (cycles)	$\Delta\epsilon_p$ (%)	$2N\Delta\epsilon_p$	$f$ (%)
3,2	1214 (NR)	2,11	51,23	6,8
3,2	1119 (NR)	2,14	47,89	6,21
3,2	607 (I)	2,08	25,25	3,66
3,2	550 (I)	2,05	22,55	2,88
2,8	1633 (NR)	1,83	59,76	3,17
2,8	816 (I)	1,91	31,17	2,22
2,8	500 (I)	1,98	19,8	1,85
2,5	1941 (NR)	1,59	61,72	2,16
2	3763 (NR)	1,24	93,32	0,5

Tableau III.4 Conditions ( $N$ ,  $\Delta\epsilon_p$ ,  $2N\Delta\epsilon_p$ ) et taux de martensite induite sous sollicitation cyclique à 77K

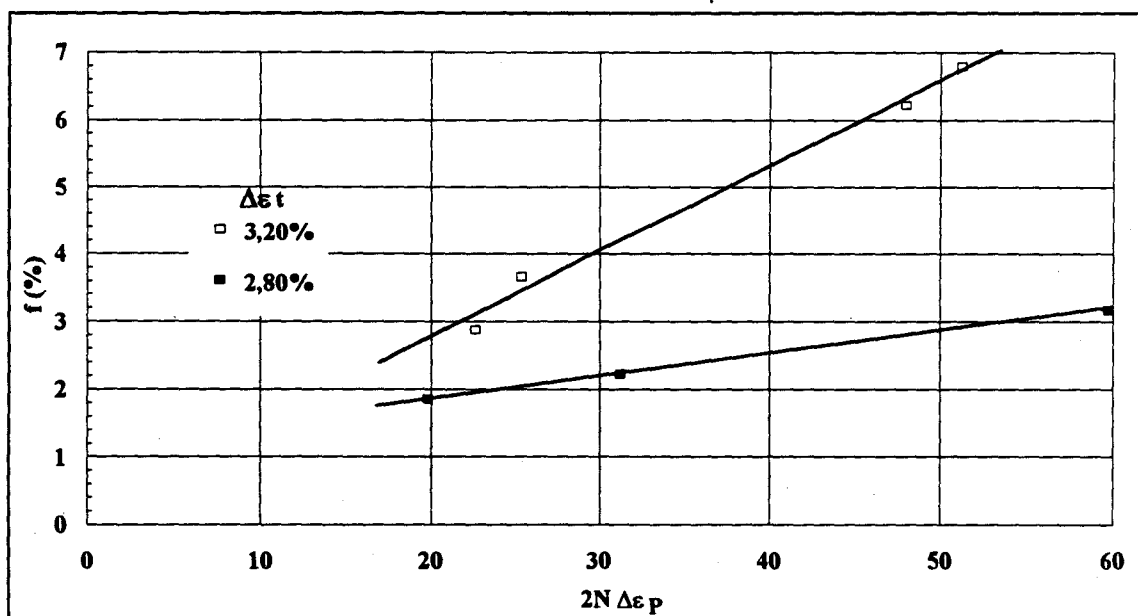


Figure III.11 Evolution du taux de martensite  $f$  induite par cyclage à 77K en fonction de la déformation plastique cumulée ( $2N\Delta\epsilon_p$ )

La figure III.11, qui représente l'évolution du taux de martensite induite lors du cyclage à 77K sous déformation cyclique ( $\Delta\epsilon_t = 2,8\%$  et  $3,2\%$ ) en fonction de la déformation plastique cumulée. Cette figure montre une augmentation quasi-linéaire du taux de martensite, pour chaque niveau de déformation imposé. L'augmentation de la fraction volumique de martensite  $\alpha'$  avec la déformation et avec la



déformation plastique cumulée a été également observée par Baudry [Baudry et al., 1977] (cf. § I.1.3.3).

### III.2.3 Influence de la transformation martensitique sur la forme des boucles d'hystérésis

Comme nous l'avons vu précédemment (§ III.1.1.3), la plasticité induite par transformation martensitique lors d'un essai de traction monotone résulte en un allongement à la rupture accru. En conséquence, nous pensons que la transformation martensitique induite au cours d'un cyclage en fatigue plastique oligocyclique peut jouer un rôle important sur la forme des boucles d'hystérésis  $\sigma - \varepsilon$ .

Les figures III.12 et III.13 présentent, pour différents niveaux de déformation, les boucles d'hystérésis à mi-durée de vie, à 300K et à 77K respectivement. On y observe les résultats suivants :

- à 300K, lorsqu'on augmente le niveau de déformation, les boucles d'hystérésis se dilatent de façon quasi-isotrope et le taux de déformation plastique au cycle stabilisé,  $(\Delta\varepsilon_p/\Delta\varepsilon_t)_s$ , reste quasiment constant (cf. figure III.14),
- à 77K, lorsqu'on augmente le niveau de déformation, on constate une dilatation des boucles, principalement parallèlement à l'axe des déformations ; simultanément, le taux de déformation plastique  $(\Delta\varepsilon_p/\Delta\varepsilon_t)_s$  augmente (figure III.14).

A  $\Delta\varepsilon_t = 2\%$ , étant donné la quasi-absence de martensite après cyclage à 77K ( $f < 1\%$ ) et l'absence de celle-ci à 300K, nous attribuons essentiellement la modification de la forme des boucles à la variation de température et à son influence sur le mode de glissement des dislocations. A ce niveau de déformation imposé, le niveau de contrainte est environ 2 fois plus élevé à 77K qu'à 300K, et il s'en suit un taux de déformation plastique nettement inférieur.

A  $\Delta\varepsilon_t > 2\%$ , étant donné l'existence de transformation martensitique et donc de plasticité induite à 77K, nous attribuons la modification de la forme de la boucle d'hystérésis et l'augmentation du taux de déformation plastique  $(\Delta\varepsilon_p/\Delta\varepsilon_t)_s$  à cette transformation martensitique.

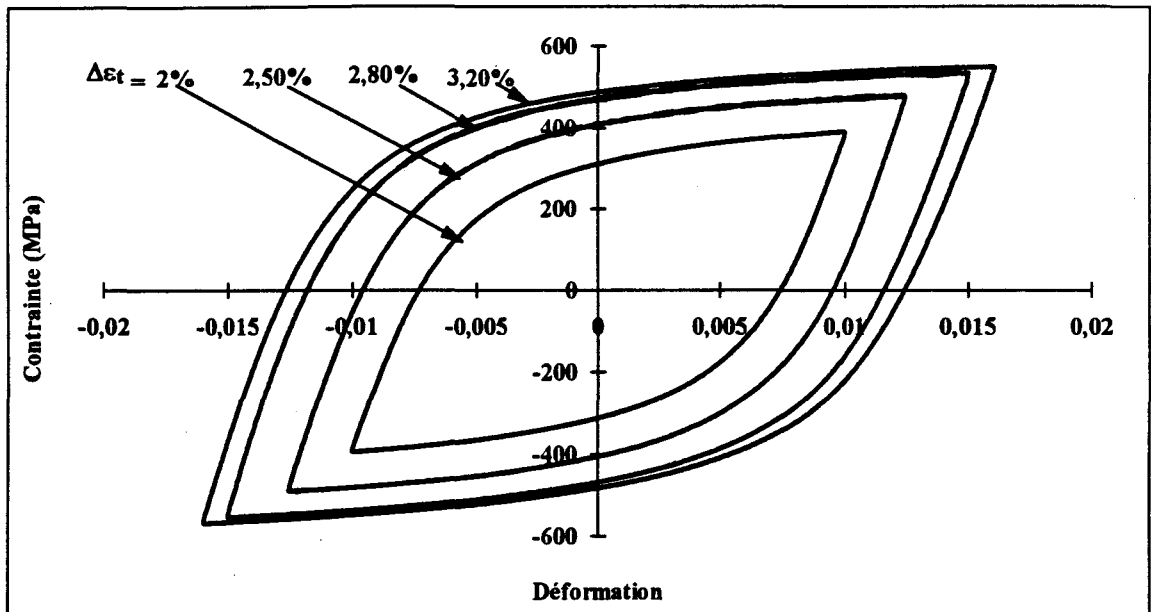


Figure III.12 Boucles d'hystérésis  $\sigma - \varepsilon$  à mi-durée de vie, à 300K, à différents niveaux de déformation imposés

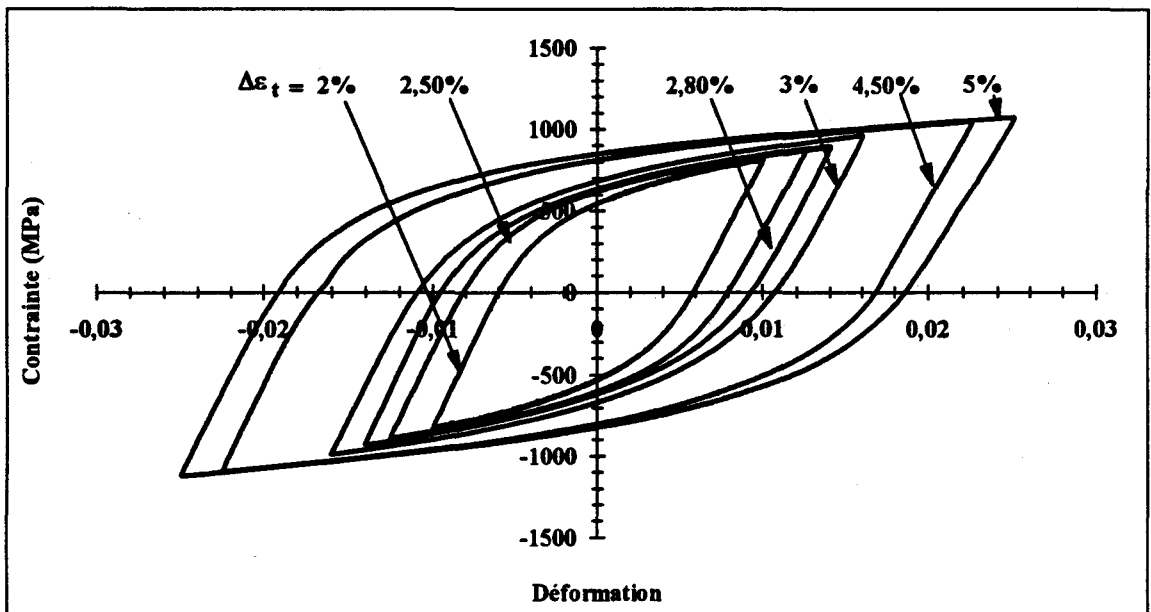


Figure III.13 Boucles d'hystérésis  $\sigma - \varepsilon$  à mi-durée de vie, à 77K, à différents niveaux de déformation imposés

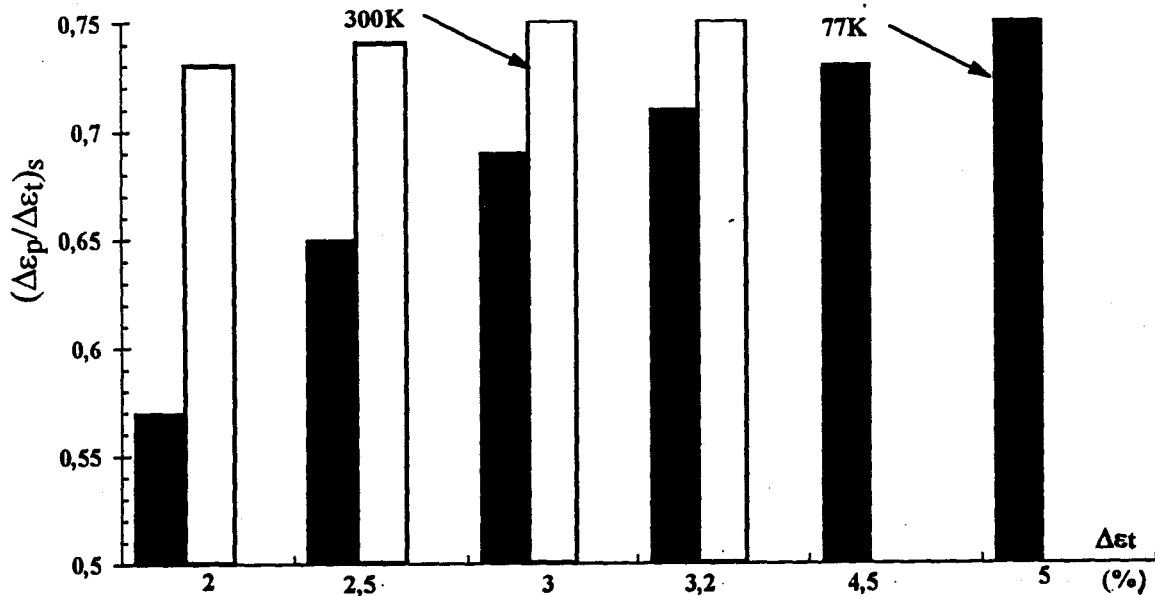


Figure III.14 Taux de déformation plastique au cycle stabilisé,  $(\Delta\varepsilon_p/\Delta\varepsilon_t)_s$ , en fonction du niveau de déformation imposé, à 300K et 77K

### III.2.3 Courbes d'érouissage cyclique à 300K et 77K

Les courbes d'érouissage cyclique à 300K et 77K définissent la réponse en amplitude de contrainte stabilisée (à  $N_R/2$ ) du matériau à l'amplitude de déformation totale imposée. Elles sont comparées aux courbes d'érouissage monotone (premier quart de cycle en fatigue), sur la figure III.15, dans le domaine de déformation  $\varepsilon_{ta}$ ,  $\varepsilon_t < 1,6\%$ .

A température ambiante, la courbe d'érouissage cyclique est au dessus de la courbe d'érouissage monotone dans le domaine  $\varepsilon_{ta} \geq 1\%$ . Ceci s'explique par le durcissement d'accommodation plus important que l'adoucissement d'accommodation qui lui succède immédiatement, et par l'adoucissement croissant lorsque le niveau de déformation diminue (cf. figure II.29).

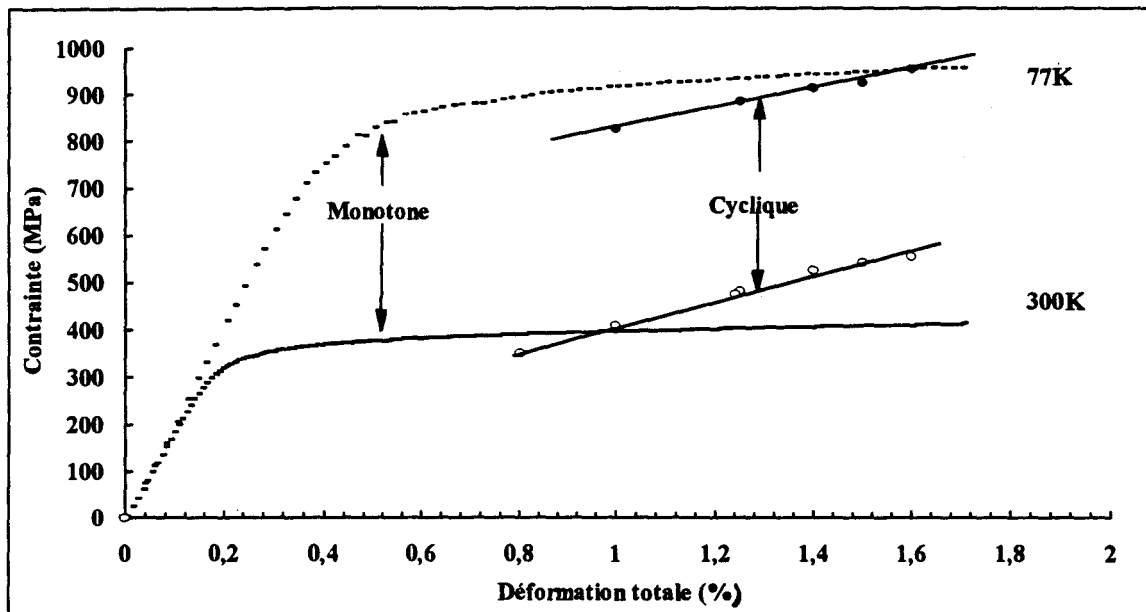


Figure III.15 Courbes d'érouissage cyclique et monotone de l'acier étudié à 300K et 77K

En revanche, à 77K, la courbe d'érouissage cyclique est au dessous de la courbe d'érouissage monotone dans le domaine  $\epsilon_{ta} < 1,6\%$ . Ceci s'explique par l'adoucissement d'accommodation plus important que le durcissement qui le précède immédiatement, et par le durcissement croissant avec le niveau de déformation (cf. figure II.30).

Au vu de la figure III.15, on observe des courbes d'érouissage cyclique quasiment linéaires, tant à 300K qu'à 77K, avec une diminution de pente lorsque la température diminue. Cette diminution du taux d'érouissage cyclique est probablement à rapprocher de la transformation martensitique induite dans ce domaine ( $\epsilon_t < 1,6\%$ ). Dans ce même domaine, nous n'avons pas observé de diminution du taux d'érouissage monotone (cf. § III.1.3), probablement du à l'absence de transformation martensitique.

## III.2.4 Résistance à la fatigue à 300K et 77K

### III.2.4.1 Courbes de résistance à la fatigue

Les courbes de résistance à la fatigue obtenues à 300K et 77K sont comparées sur la figure III.16 en terme de variation des déformations totale,  $\Delta\epsilon_t$ , plastique,  $\Delta\epsilon_p$  et élastique,  $\Delta\epsilon_e$ , en fonction de la durée de vie  $N_R$ .

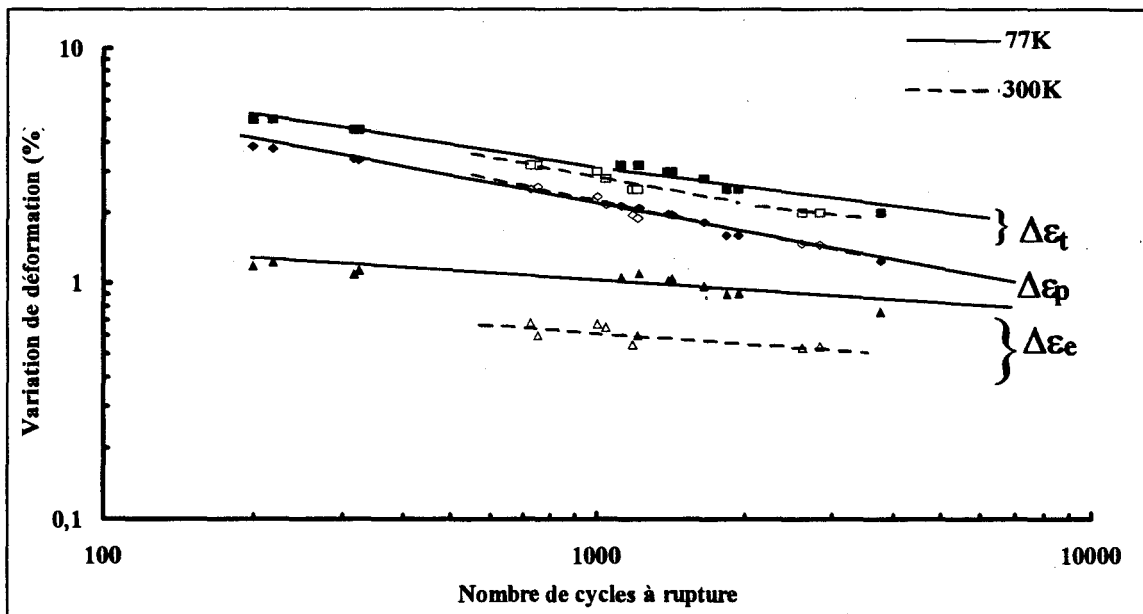


Figure III.16 Courbes de résistance à la fatigue à 300K et 77K

La quasi-superposition des courbes de résistance à la fatigue à 300K et 77K, en terme de déformation plastique confirme que dans le domaine étudié, c'est la déformation plastique qui gouverne la durée de vie en fatigue.

A même  $\Delta\epsilon_t$ , les durées de vie observées à 77K sont plus élevées qu'à 300K (Figure III.17). Etant donné l'existence de transformation martensitique à haut niveau de déformation ( $\Delta\epsilon_t > 2\%$ ) et la nature de l'environnement (milieu d'azote liquide), à 77K, cette différence est due non seulement à l'abaissement de la température, mais aussi à la présence de transformation martensitique et à l'effet d'environnement.

Un environnement d'air peut avoir un effet défavorable sur les durées de vie en fatigue plastique oligocyclique. Cet effet défavorable s'explique par l'oxydation possible en surface de l'éprouvette au cours du cyclage, oxydation susceptible d'agir

sur les deux phases d'amorçage et de propagation. Le phénomène d'oxydation est essentiellement fonction du milieu ambiant, de la composition chimique du matériau, et de la température. Sur un acier 316LN tel que le notre, l'effet défavorable de l'environnement est négligeable à 300K.

A  $\Delta\varepsilon_t = 2\%$ , très peu de martensite a été observée après cyclage à 77K ( $f < 1\%$ ) et aucune à 300K ; nous attribuons alors essentiellement l'amélioration de la résistance à la fatigue à une diminution de la température qui résulte en fait en une homogénéisation de la répartition de la déformation plastique. Cet effet favorable d'une diminution de température de 300K à 77K a été préalablement constaté par plusieurs auteurs (cf. § I.2.2) [Miura, 1984 ; Ogata et al., 1990 ; Vogt, 1991]. Les études bibliographiques (cf. § I.2.2.1 et I.2.2.2), tendent à montrer que cette amélioration de la résistance à la fatigue à basse température se manifeste à la fois sur la phase d'amorçage et sur la phase de propagation.

A plus haut niveau de déformation ( $\Delta\varepsilon_t > 2\%$ ), étant donné l'apparition de la martensite au cours du cyclage à 77K, la différence entre la durée de vie à 77K et 300K résulte de :

- l'homogénéisation de la répartition de la déformation plastique induite par l'abaissement de la température ;
- la transformation martensitique induite à 77K.

Les travaux de Kovneristy [Kovneristy, 1969] sur un acier type 304 et de Baudry [Baudry et al., 1976] sur un acier inoxydable austénitique Fe-18Cr-6,5Ni-0,19C montrent que la transformation martensitique a un effet défavorable sur la durée de vie totale en fatigue. En revanche, selon plusieurs auteurs, la transformation martensitique a un effet favorable sur la résistance à la propagation de fissures ; autrement dit si la transformation martensitique apparaît après la phase d'amorçage, c'est à dire en cours de propagation de fissure, essentiellement dans la zone plastique en fond de fissure, alors la transformation martensitique doit avoir un effet favorable sur la durée de vie. L'analyse de l'effet de la transformation martensitique sur la résistance à l'amorçage et à la propagation des fissures dans notre acier est présentée ci-dessous.

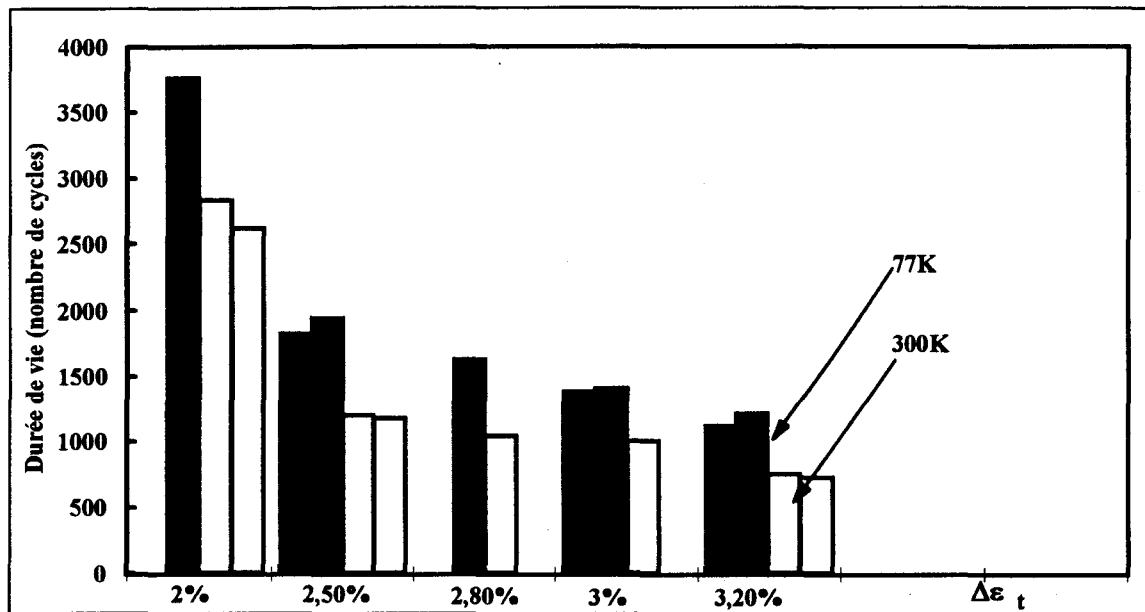


Figure III.17 Comparaison entre les durées de vie de l'acier étudié, à 300K et 77K

### III.2.4.2 Effet de la transformation martensitique

#### a) sur la résistance à l'amorçage des fissures

Comme nous l'avons vu précédemment (§ I.2.2.1), très peu d'études publiées à ce jour portent sur l'effet d'une transformation martensitique sur la résistance à l'amorçage dans des aciers inoxydables austénitiques, mais cet effet est complexe [Maier et al., 1993].

Nos observations, effectuées par Microscopie Electronique à Balayage (MEB), sur des surfaces latérales d'éprouvettes fatiguées sous  $\Delta \epsilon_t = 2\%$  et  $3,2\%$ , indiquent la même morphologie des bandes de glissement quelque soit la température, souvent orientées à  $45^\circ$  de l'axe du chargement (figures III.18 et III.19). A bas niveau de déformation ( $\Delta \epsilon_t = 2\%$ ) (figure III.18), on observe des bandes de glissement plus nombreuses à 77K qu'à 300K. Etant donné le faible taux de martensite apparu après cyclage à 77K ( $< 1\%$ ) et son absence à 300K, nous pouvons essentiellement attribuer cette augmentation du nombre des bandes de glissement à une diminution de la température, indiquant l'effet bénéfique d'une diminution de température sur l'homogénéisation de la déformation plastique et donc sur la résistance à l'amorçage des fissures (cf. I.2.1).

A haut niveau de déformation ( $\Delta\varepsilon_t = 3,2\%$ ) (figure III.19), on observe également les bandes de glissement plus nombreuses à 77K. A ce niveau de déformation, étant données l'apparition de martensite au cours du cyclage à 77K et l'absence de celle-ci à 300K, nous pouvons essentiellement attribuer le plus grand nombre de bandes de glissement à basse température à la diminution de température et à la transformation martensitique. Pour distinguer l'effet de la martensite, nous avons observé des sections longitudinales d'éprouvettes fatiguées, après polissage et attaque chimique pour y révéler les lattes martensitiques dans la matrice austénitique. Ces observations au MEB montrent essentiellement l'existence de lattes martensitiques autour des microfissures amorçées en surface (figure III.20), indiquant que les lattes martensitiques sont des lieux privilégiés d'amorçage des microfissures ; nous pensons donc que la transformation martensitique a un effet défavorable sur la résistance à l'amorçage des microfissures. Au vu de la figure III.20, on constate de plus que les zones plastiques en fond de fissure sont des lieux privilégiés pour la transformation martensitique.

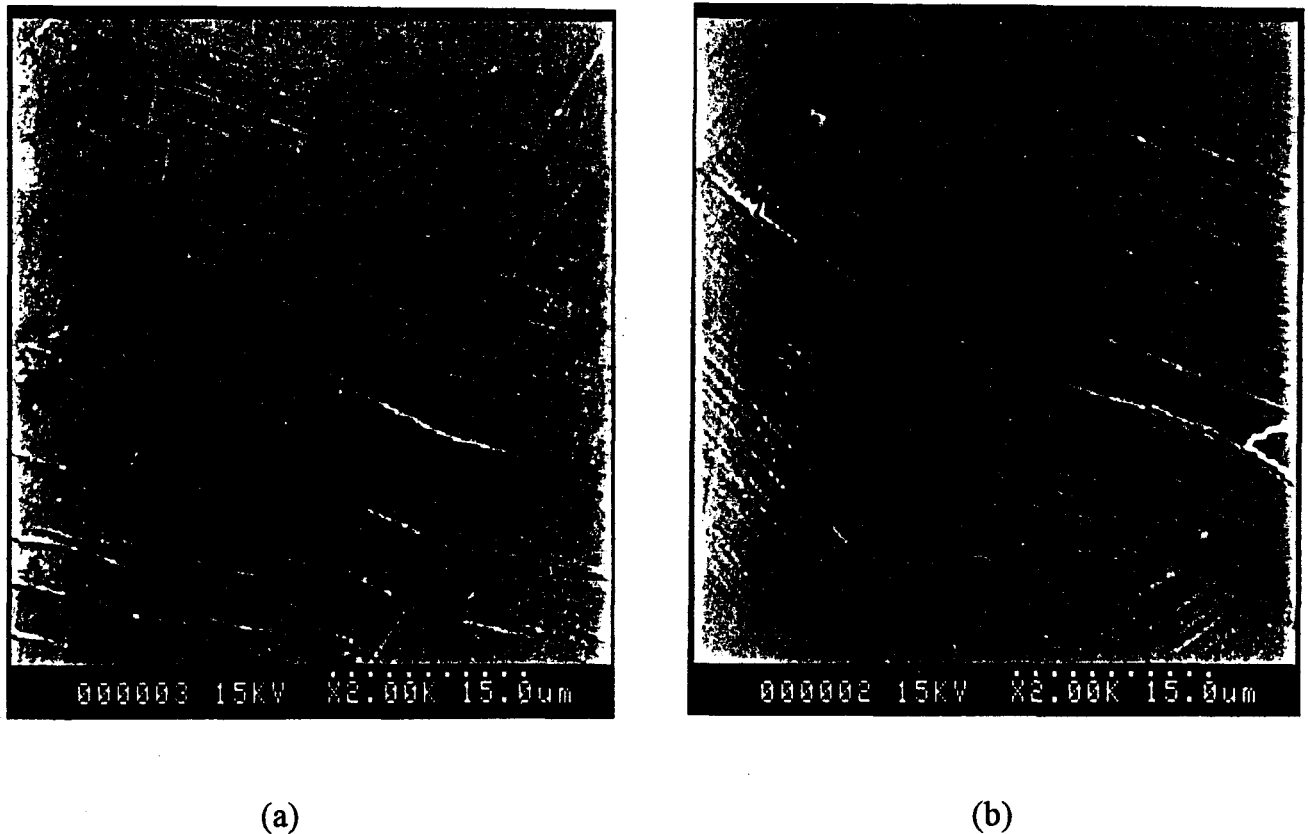
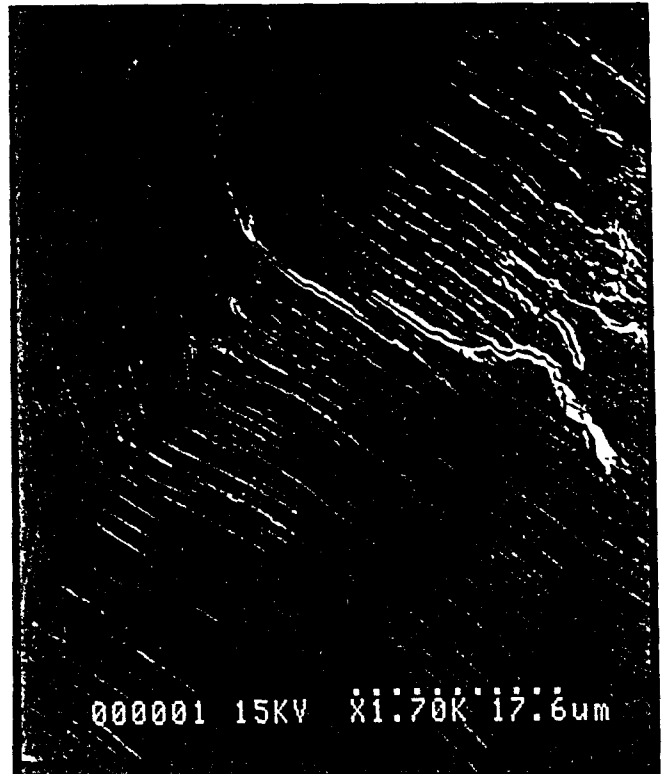


Figure III.18 Morphologie des bandes de glissement observées sur la surface latérale d'éprouvettes fatiguées sous  $\Delta\varepsilon_t = 2\%$  (a) à 300K et (b) à 77K





(a)



(b)

Figure III.19 Morphologie des bandes de glissement observées sur la surface latérale d'éprouvettes fatiguées sous  $\Delta\epsilon_t = 3,2\%$  (a) à 300K et (b) à 77K

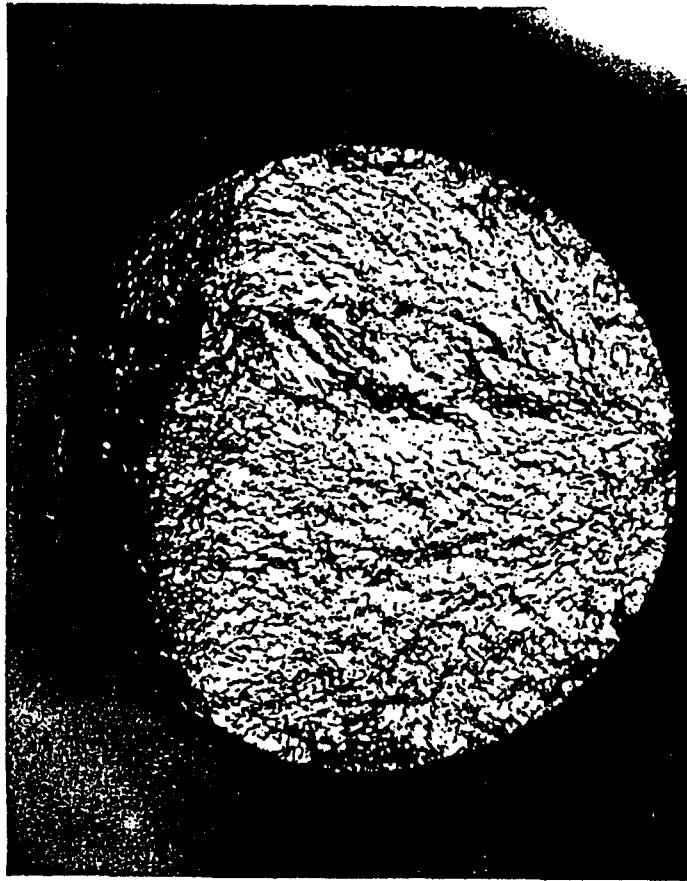


Figure III.20 Observation des sections longitudinales (SL) d'éprouvettes fatiguées sous  $\Delta\epsilon_t = 3,2\%$  à 77K, après polissage et attaque chimique

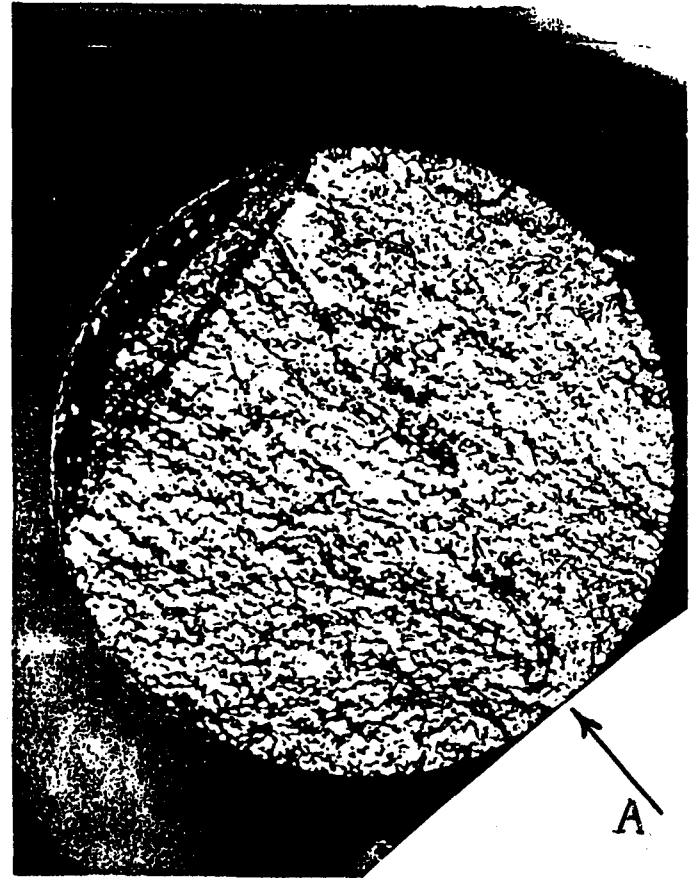
### **b) sur la résistance à la propagation des fissures**

Dans la littérature, les résultats concernant l'effet d'une transformation martensitique sur la résistance à la propagation des fissures dans les aciers inoxydables austénitiques sont contradictoires. Selon Baudry [Baudry et al., 1976], la transformation martensitique a un effet défavorable sur la propagation de fissure ; la vitesse de propagation de fissure est accélérée par la formation de martensite en cours de sollicitation cyclique. En revanche, des études ultérieures [Pineau et al., 1974 ; Vogt, 1991 ; Brahmi et al., 1992] indiquent un effet bénéfique d'une transformation martensitique sur la propagation des fissures en fatigue dans les aciers inoxydables austénitiques, probablement dû à une meilleure accommodation en fond de fissure grâce à la plasticité induite par la transformation martensitique.

La figure III.21 montre les faciès de rupture d'éprouvettes fatiguées sous  $\Delta\epsilon_t = 3,2\%$  à 77K et 300K, observés à la loupe binoculaire. On peut y distinguer trois zones : après amorçage de la fissure (zone indiquée par une flèche), une zone relativement étendue correspond à la période de propagation de fissure ; enfin une troisième zone correspond à la rupture ductile de l'éprouvette en traction simple. Très peu de différences ont été observées entre les faciès obtenus à 300K et 77K. Mais à plus fort grossissement, plus de stries de fatigue ont été observées dans la zone de propagation de fissure des éprouvettes fatiguées à 77K (figures III.22a et III.22b), c'est à dire des éprouvettes ayant subi de la transformation martensitique durant le cyclage. Etant donné l'apparition de martensite au cours du cyclage à 77K, et l'absence de celle-ci à 300K, nous pouvons attribuer le plus grand nombre de stries de fatigue à basse température à la diminution de température et à la transformation martensitique.

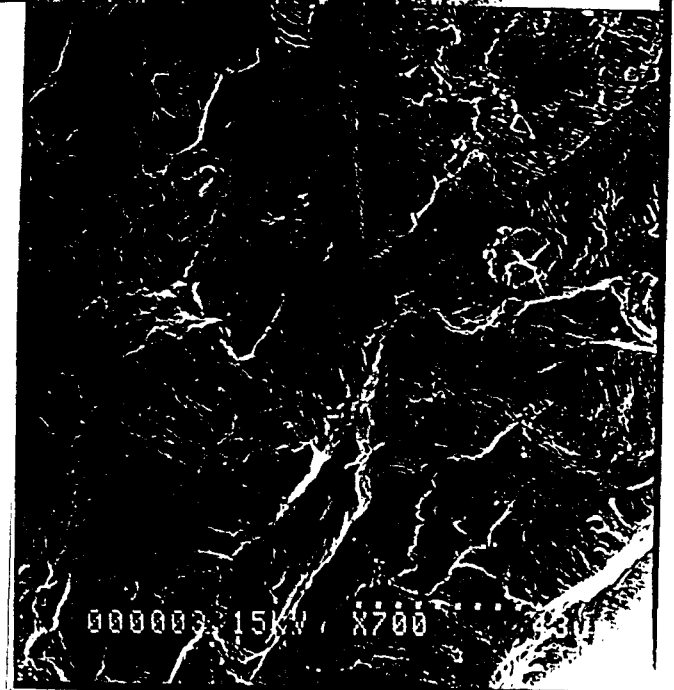
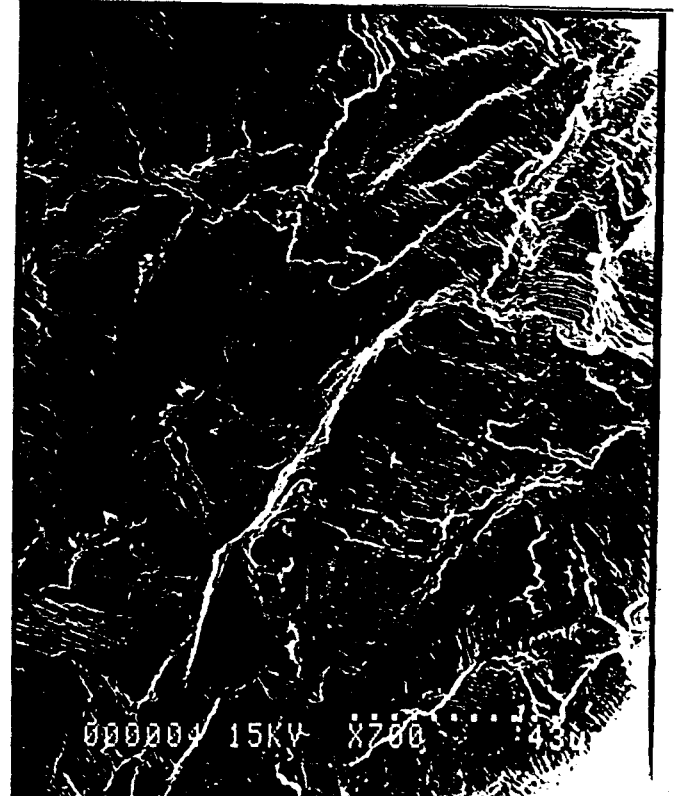
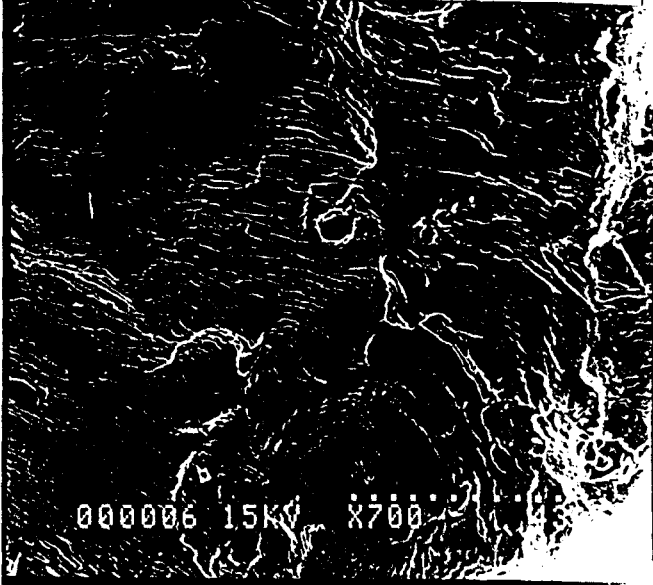
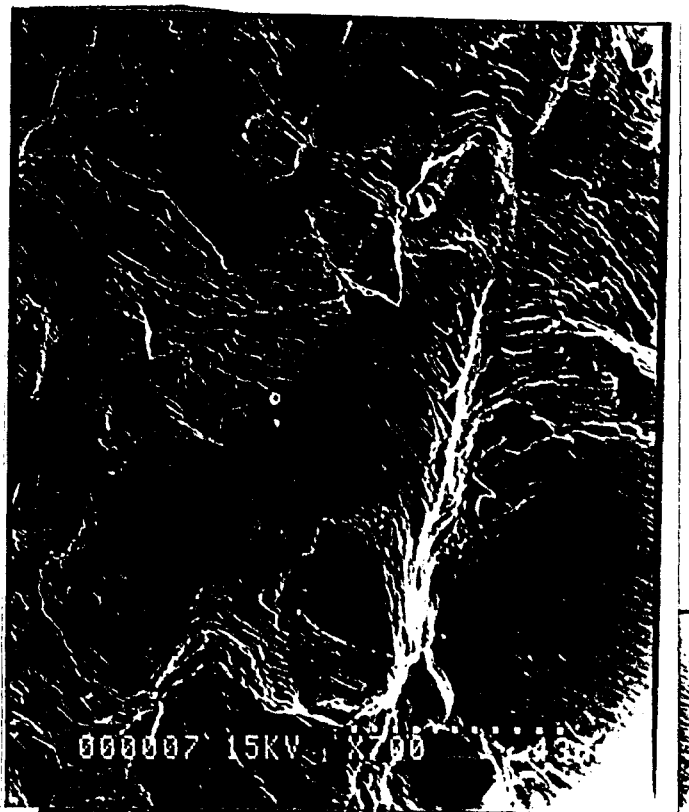
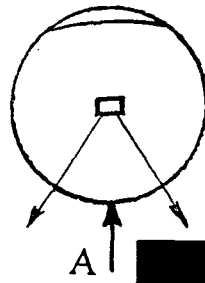


(a)



(b)

Figure III.21 Faciès de rupture observés à la loupe binoculaire sur éprouvettes fatiguées sous  $\Delta\epsilon_t = 3,2\%$  à (a) 300K et (b) 77K



(a)

(b)

Figure III.22 Stries de fatigue observées dans les zones de propagation de fissure d'éprouvettes fatiguées sous  $\Delta\epsilon_t = 3,2\%$  (a) à 300K et (b) à 77K

Pourtant, ces résultats ne sont pas suffisants pour confirmer l'effet bénéfique ou défavorable de la martensite sur la vitesse de propagation de fissure ; seule la réalisation d'essais de propagation de fissure par fatigue, sur éprouvettes CT par exemple, permettrait de conclure. Etant donné l'apparition de martensite en fond de fissure (Figure III.20), la plasticité induite par celle-ci et la bonne accommodation en fond de fissure qui en résulte (cf. § I.2.2.2), nous aurions personnellement tendance à pencher vers un effet bénéfique de la martensite sur la vitesse de propagation de fissure. Cette tendance est en accord avec l'absence ou le faible effet d'entaille observé lors des essais à 77K : en effet, malgré la fixation des lames de l'extensomètre sur la partie utile de l'éprouvette par des ressorts métalliques à 77K, les fissures principales ont été essentiellement observées hors des contacts avec les lames.

### **c) effet d'un vieillissement à 300K de la martensite induite à 77K**

Sur le même acier 316LN que le nôtre, Prioul [Prioul et al., 1987] a étudié l'effet d'un vieillissement à température ambiante de la martensite formée lors d'un écrouissage monotone à 4K, sur la durée de vie ultérieure en fatigue à cette même température 4K. Il a montré que la durée de vie à 4K se trouve fortement réduite par ce vieillissement à température ambiante. Nous nous sommes proposés ici d'étudier l'influence d'un vieillissement à température ambiante de la martensite formée au cours d'un cyclage préalable à 77K, sur la durée de vie résiduelle en fatigue à 77K.

Quatre essais de fatigue plastique oligocyclique ont alors été réalisés à 77K, à des niveaux de déformation très élevés ( $\Delta\epsilon_t = 4,5\%$  et  $5\%$ ), afin d'induire une quantité importante de martensite. Pour chaque niveau de déformation, un essai en cyclage continu a été réalisé, et un autre essai interrompu après 102 cycles, vieilli 7 jours à température ambiante, puis à nouveau cyclé à 77K jusqu'à rupture. Le choix de 102 cycles a été retenu relativement aux résultats précédents (cf. figure II.30), à savoir que l'on se trouve sur la partie ascendante de la courbe de durcissement-adoucissement cyclique, au cours du durcissement secondaire induit par la transformation martensitique (cf. § III.2.2).

Dans le tableau III.5, sont définis le nombre de cycles  $N_1$  effectué avant vieillissement à température ambiante, la durée du vieillissement  $t_r$ , la durée de vie résiduelle  $N_2$  après interruption de l'essai, et la durée de vie totale  $N_R$ .

$\Delta\varepsilon_f$ (%)	$N_1$	$t_r$ (jours)	$N_2$	$N_R$
4,5	0	0	324	324
4,5	102	7	140	242
5	0	0	219	219
5	102	7	65	167

Tableau III.5 Durées de vie résiduelles,  $N_2$ , en fatigue sous  $\Delta\varepsilon_f$  à 77K après un précyclage  $N_1$  sous  $\Delta\varepsilon_f$  à 77K suivi d'un vieillissement à température ambiante, et durées de vie sans vieillissement

Les évolutions des amplitudes de contrainte observées durant le cyclage, sous  $\Delta\varepsilon_f = 4,5\%$  et  $\Delta\varepsilon_f = 5\%$ , sont montrées sur les figures III.23a et III.23b respectivement.

Sur ces courbes, on remarque une réduction de la durée de vie totale engendrée par le vieillissement de la martensite. Ces résultats confirment, à 77K, les résultats obtenus par Prioul à 4K [Prioul et al., 1987]. Cet effet défavorable a été attribué par Prioul à un ancrage des dislocations, initialement libres dans la martensite, par les atomes d'azote ayant diffusé pendant le maintien isotherme à température ambiante. Un même ancrage des dislocations par le carbone, dans un alliage austénitique Fe-Ni-C à 170K, a été montré par le même auteur. Ce mécanisme, qui diminue la plasticité propre de la martensite, empêche l'accommodation plastique en fond de fissure et donc résulte en particulier en une augmentation de la vitesse de propagation de fissure [Prioul et al., 1987].

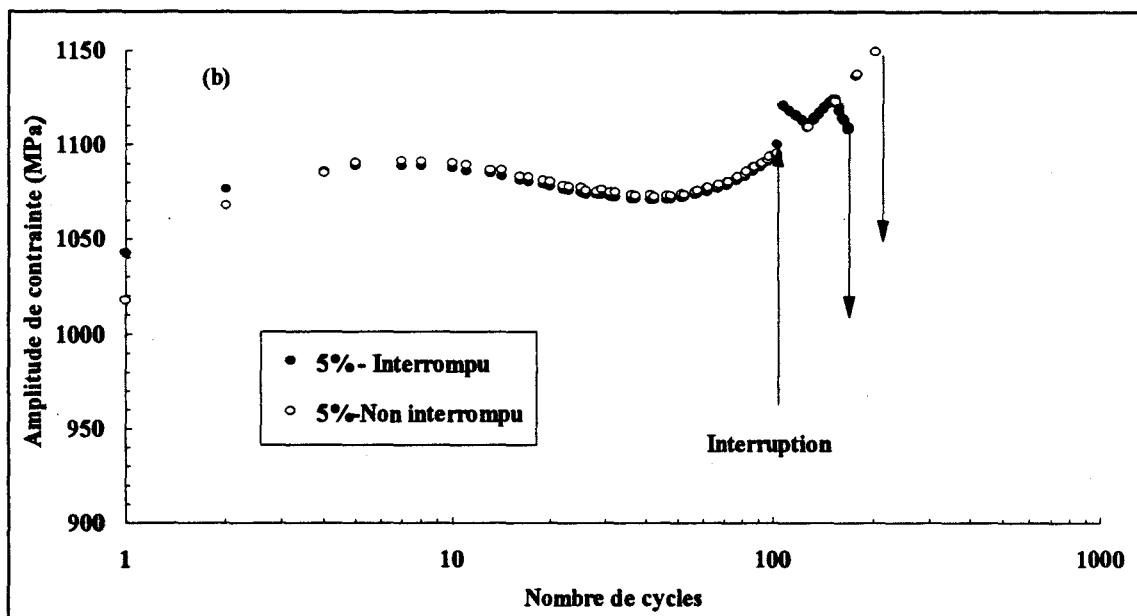
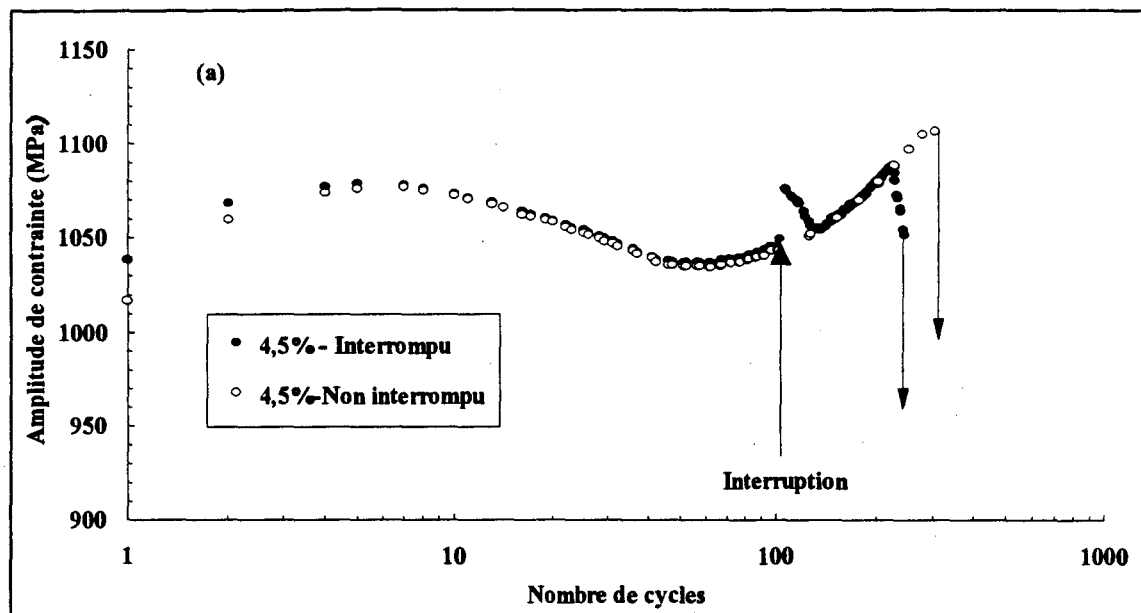


Figure III.23 Courbes d'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles (a) sous  $\Delta\varepsilon_t = 4,5\%$  (b) sous  $\Delta\varepsilon_t = 5\%$

## CONCLUSION GENERALE



L'objectif de ce travail était d'étudier le comportement en traction monotone et en fatigue plastique oligocyclique à haut niveau de déformation plastique, à 300K et 77K, d'un acier inoxydable austénitique type AISI 316LN. Cet acier est utilisé pour la construction des boîtiers des bobines supraconductrices du champ toroïdal de tokamak TORE SUPRA.

Pour réaliser les essais à 77K, un dispositif adapté sur notre machine INSTRON a été conçu, réalisé et mis au point au laboratoire. Ce dispositif, qui constitue un équipement complémentaire aux mors existants, permet de maintenir l'échantillon dans un bain d'azote liquide lors des essais. L'acier étudié est un acier austénitique réputé "stable" ; pourtant sa phase austénitique est instable sous déformation plastique à basse température ; dans le but d'obtenir de la transformation martensitique  $\alpha'$  sous sollicitation cyclique, en particulier à 77K, les variations de déformations étudiées étaient relativement élevées ( $2\% \leq \Delta\varepsilon_p \leq 5\%$ ). Les fractions volumiques de martensite  $\alpha'$  induite par déformation plastique ont été mesurées par la méthode magnétique à champ d'induction saturant. Pour les plages de taux de martensite qui nous concernent (inférieurs à 10%), cette méthode donne moins d'incertitudes que les autres méthodes telles les méthodes micrographique, radiocristallographique et magnétique à champ d'induction non saturant.

Les propriétés de traction monotone et de fatigue plastique oligocyclique ont été obtenues et analysées en terme d'influence de la température sur le mode de déformation plastique, et en particulier sur la plasticité induite par la transformation martensitique  $\gamma(\rightarrow \varepsilon) \rightarrow \alpha'$ .

L'abaissement de la température conduit à une augmentation quasiment linéaire des modules d'Young, de la résistance à la rupture et de la limite d'élasticité, dans le domaine 300K-77K. Une comparaison avec les résultats de la littérature montre que la présence d'azote interstitiel résulte en une augmentation de la limite d'élasticité et de la résistance à la rupture aux deux températures 300K et 77K, avec un effet nettement plus important à 77K. A 300K, aucune martensite  $\alpha'$  n'a été détectée, tandis qu'à 77K, un taux de transformation martensitique croissant a été mesuré au cours du chargement. La variation croissante de la fraction volumique de martensite  $\alpha'$  avec la déformation vraie vérifie le modèle de Angel. La plasticité induite par la transformation martensitique à 77K conduit à un allongement à la rupture accru.

En fatigue plastique oligocyclique sous variation de déformation totale imposée, les amplitudes de contrainte cyclique sont nettement plus élevées à 77K qu'à 300K, comme en traction monotone. Là encore, aucune martensite  $\alpha'$  n'a été

détectée à 300K, tandis qu'à 77K, un taux de transformation martensitique progressif, fonction de la variation de déformation totale imposée et de la déformation plastique cumulée, a été mesuré lors du cyclage sous  $\Delta\epsilon_t > 2\%$ . Cette transformation de phase conduit à un durcissement cyclique secondaire observé sur les courbes d'évolution des contraintes en fonction du nombre de cycles, et à une modification de la forme des boucles d'hystérésis.

En quasi-absence de martensite  $\alpha'$  ( $\Delta\epsilon_t = 2\%$  à 300K et 77K), on remarque que l'abaissement de la température provoque une amélioration de la résistance à la fatigue, qui résulte d'une homogénéisation de la répartition de la déformation plastique.

La transformation martensitique a un effet défavorable sur la résistance à l'amorçage et donc sur la durée de vie en fatigue plastique oligocyclique de l'acier étudié. La transformation martensitique a un effet complexe sur la résistance à l'amorçage ; en particulier, les conditions dans lesquelles la martensite se forme ( $\Delta\epsilon_p/2$ , T) peuvent jouer un rôle important sur cette résistance. En ce qui concerne l'effet de la transformation martensitique sur la phase de propagation, il existe dans la littérature des résultats contradictoires. Des études récentes indiquent un effet bénéfique sur la propagation des fissures en fatigue dans les aciers inoxydables austénitiques, probablement dû à une meilleure accommodation en fond de fissure grâce à la plasticité induite par transformation martensitique. Il est probable que pour un acier inoxydable austénitique plus stable vis à vis de la transformation martensitique, celle-ci n'apparaîtrait qu'en cours de propagation de fissure, essentiellement dans la zone plastique en fond de fissure. Il serait ainsi intéressant d'étudier l'effet de la transformation martensitique sur la résistance à la propagation de fissure et sur la résistance à la fatigue plastique oligocyclique dans des aciers, dans lesquels cette transformation martensitique n'apparaîtrait qu'en phase de propagation.

Enfin, un vieillissement à 300K de la martensite  $\alpha'$  induite par fatigue à 77K résulte en une réduction de la durée de vie résiduelle, due à un ancrage des dislocations, initialement libres dans la martensite, par les atomes d'azote.

Pour compléter ce travail et pour détecter la martensite  $\epsilon$  induite en cours de sollicitation monotone ou cyclique, il serait intéressant de compléter l'étude microstructurale par des analyses par Microscopie Electronique en Transmission.

**ANNEXE I : Aimantation spécifique à saturation des  
alliages Fe-Cr-Ni**

Nous nous proposons d'exposer ici la détermination théorique de la valeur du moment magnétique spécifique à saturation,  $\sigma_s$ , des alliages Fe-18Cr, Fe-18Cr-4Ni, Fe-18Cr-8Ni et Fe-18Cr-12Ni, étudiés par Didieux [Didieux, 1952]. Cette détermination est basée sur le moment magnétique à saturation par atome,  $R$ , des éléments constituant ces alliages. La concentration électronique ( $C$ ), c'est à dire le nombre d'électrons de valence par atome (électrons existant sur les deux dernières orbitales) a un effet important sur le moment magnétique à saturation. Cet effet a été étudié expérimentalement par Shockley sur les matériaux dont les caractéristiques électroniques sont données dans le tableau A1.I. Les moments magnétiques à saturation de ces matériaux, évalués en magnétons de Bohr,  $\mu_b$ , sont donnés par le diagramme de la figure A1.1, appelé diagramme de Shockley. Didieux a utilisé ces courbes expérimentales de Shockley pour obtenir le moment magnétique spécifique à saturation d'alliages Fe-Cr et Fe-Cr-Ni avec différents teneurs en éléments Cr et Ni.

Le fer est l'élément ayant le plus fort moment magnétique à saturation. L'addition d'un élément non ferromagnétique en plus faible concentration électronique (V, Cr,...), ou d'un élément moins ferromagnétique que le fer à plus forte concentration électronique (Ni, Co), résulte toujours en un alliage à moment magnétique à saturation moindre. En revanche l'addition d'un élément non ferromagnétique (comme le Cr) à un alliage Fe-Ni, ou l'addition d'un élément moins ferromagnétique que le fer (comme le Ni) à un alliage Fe-Cr, peut augmenter le caractère ferromagnétique de l'alliage. Dans le premier cas, la concentration électronique décroît et approche la concentration électronique du fer, dans le second, elle croît et approche encore la concentration électronique du fer. Ainsi, par l'addition simultanée d'un élément non ferromagnétique et d'un élément moins ferromagnétique que le fer, on peut augmenter le caractère ferromagnétique de l'alliage et approcher le moment magnétique à saturation du fer.

Dans les paragraphes suivants, la méthode de Didieux est expliquée sur les alliages Fe-18Cr et Fe-18Cr-4Ni.

Elément	N° atomique, Z	Configuration électronique	Concentration électronique
Cr	24	$1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 3d^5 4s^1$	6
Mn	25	$1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 3d^5 4s^2$	7
Fe	26	$1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 3d^6 4s^2$	8
Co	27	$1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 3d^7 4s^2$	9
Ni	28	$1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 3d^8 4s^2$	10
Cu	29	$1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 3d^{10} 4s^1$	11

Tableau A1.I Caractéristiques électroniques des matériaux étudiés par Shockley

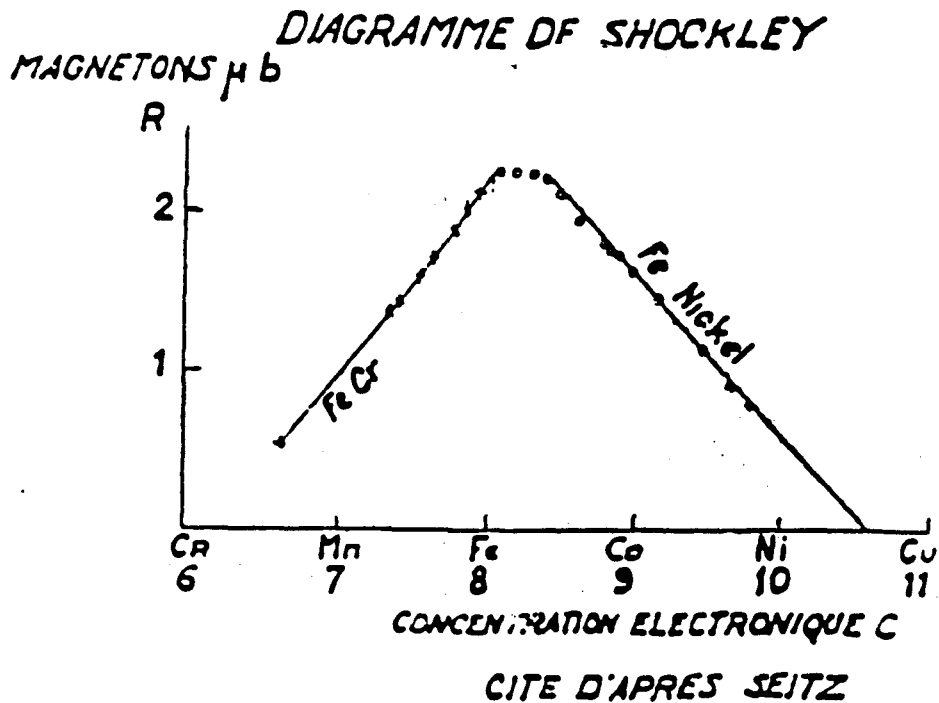


Figure A1.1 Moment magnétique à saturation de quelques matériaux (Diagramme de Shockley)

### A1.1 Cas du Fe

A l'aide du diagramme de Shockley, on obtient le moment magnétique à saturation par atome de fer pur égal à  $2,22\mu_b$ . A partir de cette valeur et connaissant

la masse atomique du fer (55,85) et l'équivalent du moment magnétique de Bohr,  $\mu_b$ , dans le système CGS (5585 emu), l'aimantation spécifique à saturation du fer pur s'obtient par :

$$\sigma_s(Fe) = \frac{2,22 \times 5585}{55,85} = 222 \text{ emu/g}$$

### AI.2 Cas du Fe-18Cr

Dans un alliage constitué de deux éléments, on peut évaluer la concentration électronique de l'alliage à partir des pourcentages atomiques des éléments constituants. A l'aide du diagramme de Shockley et connaissant la masse atomique des éléments constituants de l'alliage (55,85 pour le Fe et 52 pour le Cr), on obtient alors le moment magnétique spécifique à saturation de l'alliage. Pour un acier Fe-18Cr (82% Fe et 18% Cr), le calcul est le suivant :

$$\text{Pourcentage atomique de Cr dans l'alliage} = \frac{\frac{0,18 \times A}{52}}{\frac{0,18 \times A}{52} + \frac{0,82 \times A}{55,85}} = 19,13$$

(A est le nombre d'Avogadro, soit  $6,024 \times 10^{23}$ ).

$$\text{Pourcentage atomique de Fe dans l'alliage} = \frac{0,82 \times \frac{A}{55,85}}{0,82 \times \frac{A}{55,85} + 0,18 \times \frac{A}{52}} = 80,87$$

La concentration électronique de cet alliage,  $C_{(Fe, Cr)}$ , s'obtient alors à partir des pourcentages atomiques des éléments constituants (80,87% pour le Fe et 19,13% pour le Cr) et de leur concentration électronique (8 pour le Fe et 6 pour le Cr) :

$$C_{(Fe, Cr)} = \frac{Fe}{Cr + Fe} \times 8 + \frac{Cr}{Cr + Fe} \times 6 = \frac{80,87 \times 8 + 19,13 \times 6}{100} = 7,62$$

Cette concentration correspond à environ  $1,65 \mu_b$  dans le diagramme de Shockley et le moment magnétique spécifique à saturation s'obtient alors par :

$$\sigma_s(Fe-18Cr) = \frac{1,65 \times 5585}{55,85 \times 0,82 + 52 \times 0,18} = 167 \text{ emu/g}$$

### AI.3 Cas du Fe-18Cr-4Ni

Lorsqu'il y a plus de deux éléments constituants (cas de l'alliage Fe-Cr-Ni), on commence d'abord par considérer deux éléments (groupement Fe-Cr), sans considérer le troisième (Ni). Puis on fait correspondre la concentration électronique de ce groupement,  $C_{(Fe, Cr)}$ , à celle de l'alliage Fe-Ni à même R, (en utilisant le diagramme du Shockley) et on trouve une concentration électronique équivalente dans ce groupement (Fe-Ni). L'application de la loi des mélanges donne la concentration électronique de l'alliage. A l'aide du diagramme de Shockley et de la masse atomique de l'alliage, on obtient le moment magnétique spécifique à saturation. Cette méthode est appliquée ci-dessous à un acier Fe-18Cr-4Ni.

Masse atomique du Ni = 58,71

Pourcentage atomique de Fe dans l'alliage = 77,07

Pourcentage atomique de Cr dans l'alliage = 19,2

Pourcentage atomique de Ni dans l'alliage = 3,77

On considère la fraction fer-chrome (80,87% pour le Fe et 19,13% pour le Cr) ; elle constitue, à l'intérieur de l'alliage, un groupement de concentration électronique :

$$C_{(Fe, Cr)} = \frac{Fe}{Cr + Fe} \times 8 + \frac{Cr}{Cr + Fe} \times 6 = \frac{80,87 \times 8 + 19,13 \times 6}{100} = 7,62$$

A partir du diagramme de Shockley, ceci correspond à  $1,63 \mu b$ , qui lui-même correspond à une concentration électronique de 9,01 pour le fer dans l'alliage Fe-Ni équivalent, composé alors de 96,23% de Fe de concentration électronique de 9,01 et de 3,77% de Ni de concentration électronique de 10. Pour obtenir la concentration électronique de l'alliage Fe-Cr-Ni,  $C_{(Fe, Cr)Ni}$ , on applique la loi des mélanges :

$$C_{(Fe, Cr)Ni} = \frac{96,23 \times 9,01 + 3,77 \times 10}{100} = 9,04$$

Cette concentration électronique correspond à  $1,57 \mu b$  dans le diagramme de Shockley et le moment magnétique spécifique à saturation s'obtient alors par :

$$\sigma_s(Fe-18Cr-4Ni) = \frac{1,57 \times 5585}{55,85 \times 0,78 + 52 \times 0,18 + 58,71 \times 0,04} = 158,5 \text{ emu/g}$$

### AI.4 Résultats sur différents alliages Fe-Cr-Ni

La même méthode a été appliquée à différents alliages Fe-Cr-Ni. Les résultats obtenus sont donnés dans la tableau A1.II. Ces résultats sont donnés respectivement en unités CGS et en unités SI.

Composition chimique	Concentration électronique	$\sigma_s$ (emu/g)* (CGS)	$\sigma_s$ ( $T.m^3.kg^{-1}$ ) (SI)
Fe	8	222	$279 \times 10^{-6}$
Fe-18Cr	7,62	167	$210 \times 10^{-6}$
Fe-18Cr-4Ni	9,04	159	$200 \times 10^{-6}$
Fe-18Cr-8Ni	9,16	151	$90 \times 10^{-6}$
Fe-18Cr-12Ni**	7,56	143	$80 \times 10^{-6}$

Tableau A1.II : Valeurs du moment magnétique spécifique à saturation de différents alliages Fe-Cr et Fe-Cr-Ni

\*(emu/g) = (G.cm<sup>3</sup>/gr) =  $4\pi * 10^{-7} T.m^3.kg^{-1}$  où G est l'induction magnétique définie par Gauss, et T est celle définie par Tesla, G et T étant liés par la relation :

$$G = 4\pi * 10^4 T$$

\*\* Acier voisin de l'acier étudié



## **ANNEXE II : Procédure d'alignement des mors**

L'alignement des mors s'effectue par le positionnement radial du centreur (4) par rapport au socle (3). Cette opération est réalisée de la manière suivante :

1 - maintien du centreur (4) sur la pièce (3) sans serrage, à l'aide des 4 vis CHC, M10-35 ; ceci autorise un jeu radial entre (4) et (3) qui permet de positionner correctement le centreur (4) par rapport au mors inférieur.

2 - fixation d'un comparateur à cadran sur la bride inférieure et application de son palpeur sur le centreur (4) comme indiqué sur la figure AII.1.

3 - Notation, pour 4 positions angulaires de la bride inférieure (positions  $0^\circ$ ,  $90^\circ$ ,  $180^\circ$  et  $270^\circ$  obtenues par rotation manuelle de celle-ci), des indications du comparateur et modification, à partir de ces indications, de la position de (4) afin d'obtenir un décentrage inférieur à 0,05 mm.

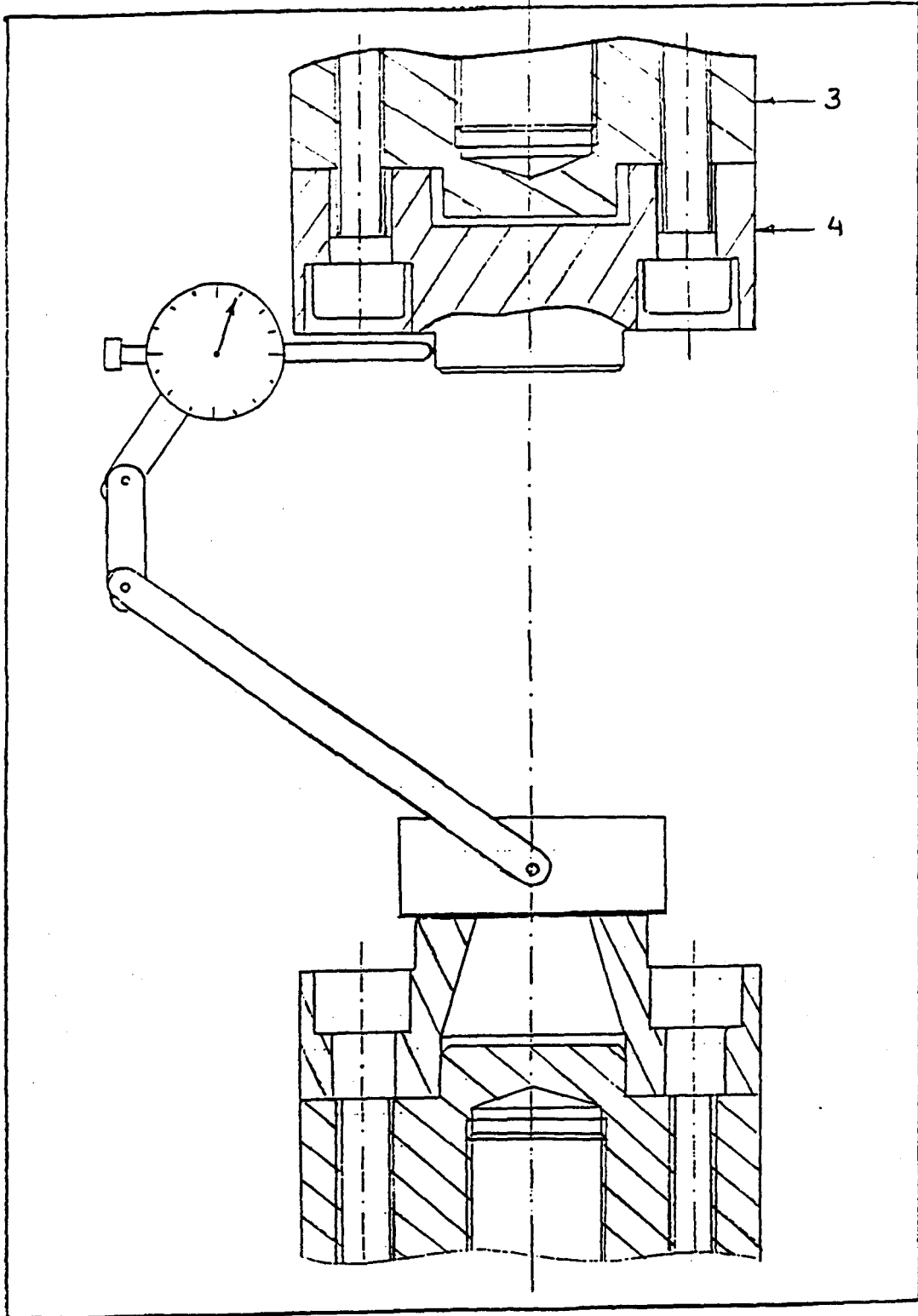


Figure AII.1 Procédure d'alignement des mors

## **ANNEXE III : Montage cryogénique et mise en froid**

La procédure de montage de l'équipement cryogénique et de sa mise en froid est décrite ci-dessous.

### AIII.1 Dispositif d'essai à basse température

La dénomination des pièces principales de ce dispositif et le dessin d'ensemble (des mors et du cryostat) sont donnés dans le tableau AIII.1 et sur la figure A3.1 respectivement.

Rep.	Désignation	Matière
1	Couronne de bridage	Z30C13
2	Fond du cryostat	Polyéthylène rigide (PE-HD)
3	Corps du cryostat	Polyéthylène rigide (PE-HD)
4	Couvercle du cryostat	Polyéthylène rigide (PE-HD)
5	Couronne de bridage	Z30C13
6	6 Tirants	-
7	Couronne d'appui	Z30C13
8	Couronne isolante	Polyéthylène rigide (PE-HD)
9	Socle	Z30C13
10	Pièce d'inertie thermique	Z30C13
11	Bride	Z30C13
12	Demi-coquille	Z30C13
13	Eprouvette	Z2CND17-12
14	Bride	Z30C13
15	Demi-coquille	Z30C13
16	Centreur	Z30C13
17	Pièce d'inertie thermique	Z30C13
18	Barrière thermique	Polyéthylène rigide (PE-HD)
19	Socle	Z30C13
20	Couronne isolante	Polyéthylène rigide (PE-HD)
21	Couronne d'appui	Z30C13
22	Demi-flasque de protection thermique	Polyéthylène rigide (PE-HD)

Tableau AIII.1 Pièces principales du dispositif d'essai à basse température

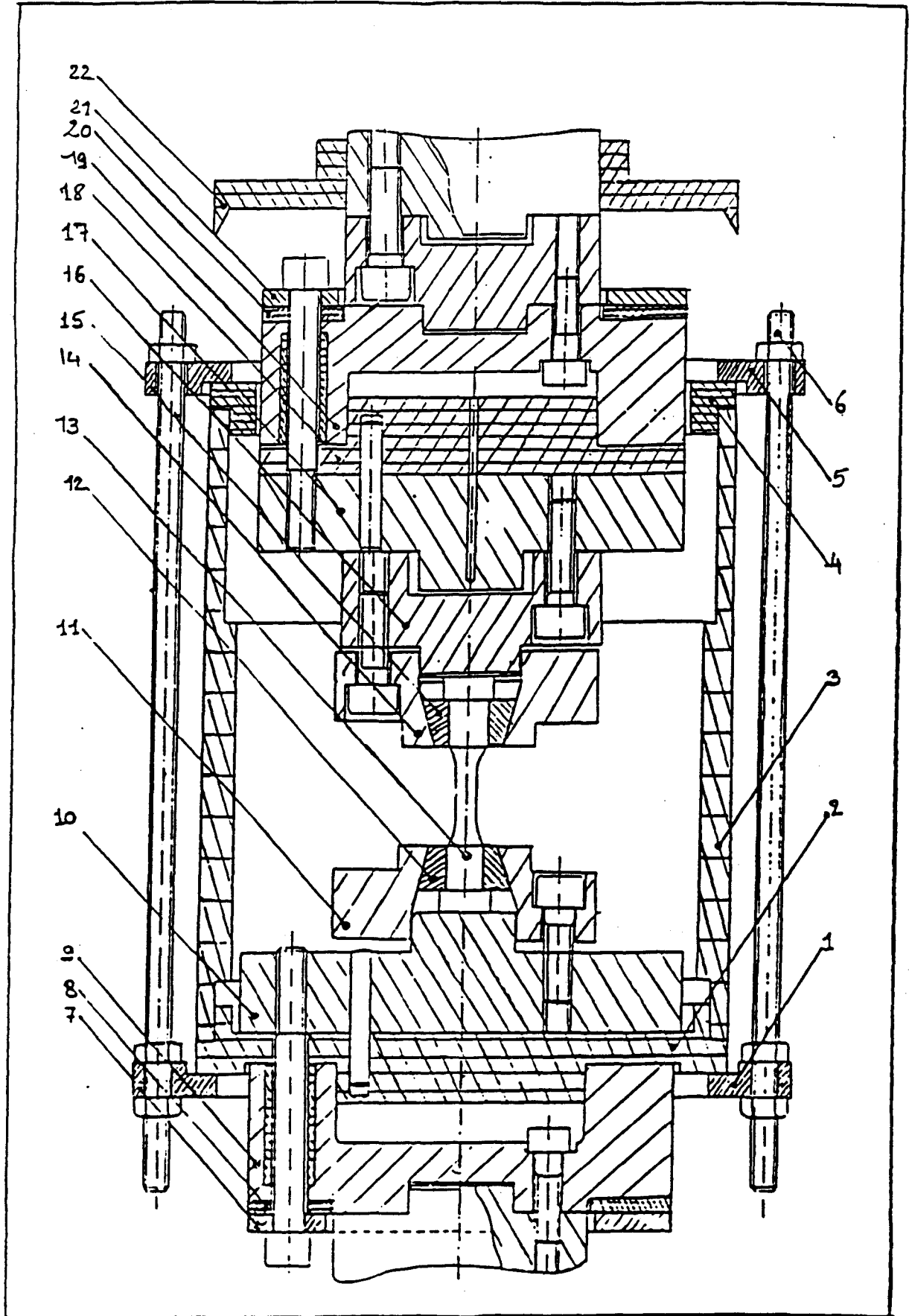


Figure A3.1 Dispositif d'essai à basse température

## **AIII.2 Procédure de montage de l'équipement cryogénique**

Pour monter ce dispositif sur la machine, il faut suivre les étapes ci dessous :

1. aligner les centreurs du montage à température ambiante, en suivant les instructions de l'annexe II ;

2. monter (7) puis (8) autour de la tige de vérin et les faire reposer sur le bâti de la machine ;

3. monter (9) sur le centreur de la tige de vérin à l'aide des 4 vis CHC, M10-35 ;

4. monter l'ensemble (20), (21) et (19) sur le centreur de la cellule de charge à l'aide des 4 vis CHC, M10-35 ;

5. enfiler la couronne (10) avec les 6 tirants (6) autour de la tige de vérin, et poser l'ensemble sur le bâti de la machine ;

6. placer (2) et (10) sur (9), et les assembler avec (7) et (8) à l'aide des 4 vis CHC, M10-100 ;

7. enfiler le thermocouple dans les perçages de (19) et (18), et fixer son extrémité dans le fond du perçage de (17), en le collant sur (18) à l'aide d'un ruban adhésif ;

8. placer (18) et (17) sur (19) et les assembler avec (20) et (21), en utilisant 4 vis CHC, M10-100 ;

9. monter le centreur (16) sur (17) avec 4 vis CHC, M10-35, et le centrer par rapport à (10) suivant les instructions de l'annexe II ;

10. enfiler l'ensemble (3), (4) et (5) autour du montage supérieur en faisant passer le fil de l'extensomètre entre (4) et (19), et l'accrocher à la traverse de la machine à l'aide d'une ficelle et d'un crochet ;

11. fixer la tête supérieure de l'éprouvette (13) sur (16), en utilisant la bride (14), les 2 demi-coquilles (15) et 4 vis CHC, M10-35 ;

12. placer la bride (11) et les 2 demi-coquilles (12) sur (10) ;

13. piloter la machine en déplacement et monter le vérin d'environ 30 mm par rapport à la position initiale ;

14. descendre la traverse de la machine pour placer la tête inférieure de l'éprouvette en contact avec (10) ; pour ne pas appliquer une charge importante à l'éprouvette lors de la mise en contact, les sécurités en charge de la machine doivent être activées à 0,2KN en traction et en compression ;

15. piloter la machine en charge en appliquant une faible charge de compression (soit -0,1KN) ;

16. fixer la tête inférieure de l'éprouvette sur (10) en utilisant la bride (11), les 2 demi-coquilles (12) et 4 vis CHC, M10-35 ;

17. mettre en place l'extensomètre sur la partie utile de l'éprouvette, en utilisant les 2 ressorts fournis ;

18. décrocher l'ensemble 3-4-5 de la traverse, centrer (3) et (4) dans (2) ;

19. mettre en place l'ensemble 2-3-4 avec les couronnes (1) et (5) et serrer les 6 tirants (6) ;

20. enfiler les 2 tubes de protection des capteurs de niveau d'azote dans les perçages,  $\phi = 10$  mm, du couvercle du cryostat ;

21. assembler les 2 demi-flasques (22) de protection thermique de la cellule de charge, à l'aide du collier de serrage fourni ;

22. accrocher un séchoir à la traverse de la machine à l'aide d'une ficelle et d'un crochet, afin de permettre le chauffage de la partie de la machine située au-dessus de la protection thermique de la cellule de charge.

### **AIII.3 Procédure de mise en froid**

Avant de faire les essais à froid, il est nécessaire d'atteindre la stabilisation de la température de 77K ainsi que des dimensions du montage, pour la maîtrise des jeux et de l'étanchéité du cryostat. C'est pourquoi une procédure de mise en froid est indispensable. Cette opération dure environ 1 heure 30 ; il convient de procéder de la manière suivante :

1. monter l'équipement à froid en suivant les instructions du paragraphe AIII.2 ;



2. préparer le système d'alimentation automatique en azote liquide (figure A3.2) en vérifiant la pression de l'azote gazeux (supérieure à 100 bar) et le niveau d'azote liquide, qui dépend de la durée d'essai envisagée (mise en froid : 15 litres ; essai : 8,5 litres/heure) ;

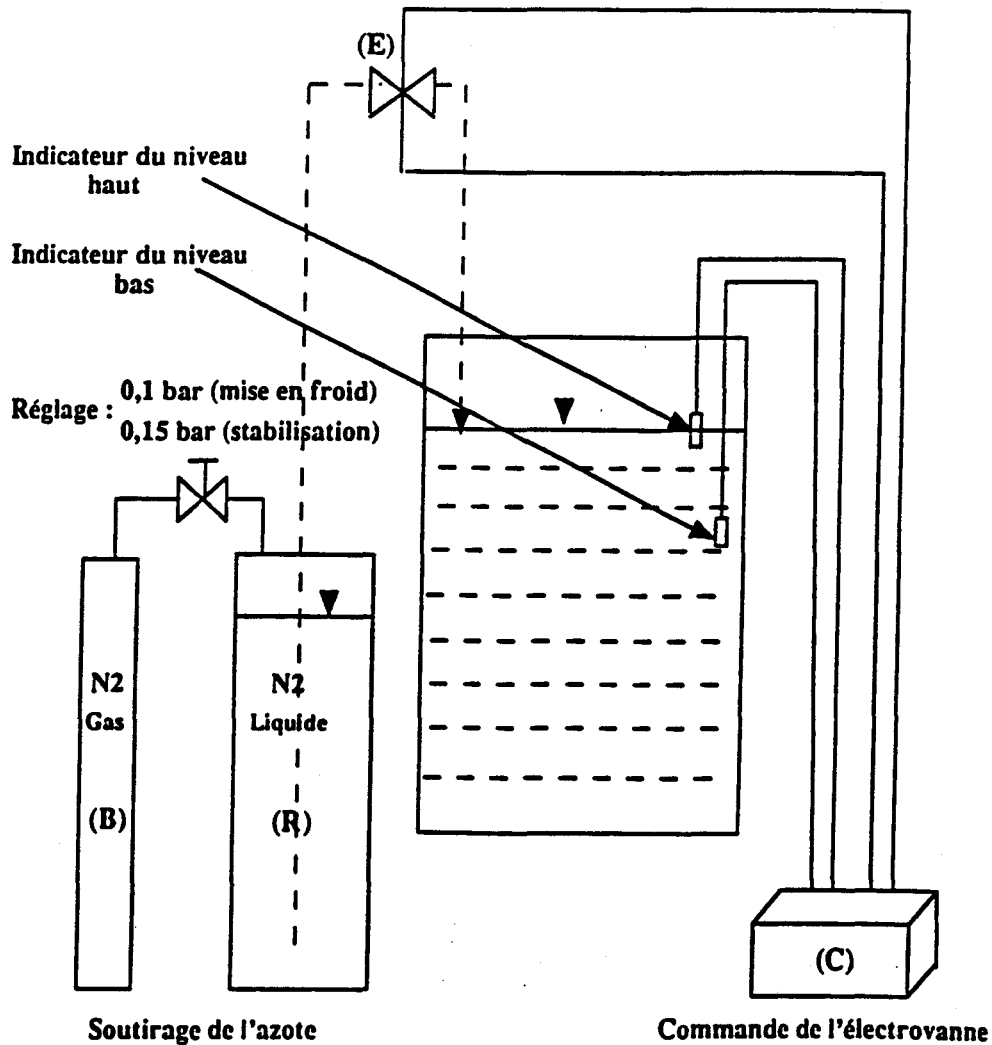


Figure A3.2 Schéma du système d'alimentation automatique en azote liquide

3. enfiler la sortie de canne de soutirage d'azote dans le perçage,  $\phi = 10$  mm, du couvercle du cryostat ;

4. mettre sous pression le réservoir d'azote liquide en régulant la pression relative d'azote à 0.1 bar (au dessus de la pression atmosphérique) à l'aide du régulateur de pression ;

5. ouvrir l'électrovanne à l'aide de la commande d'électrovanne et remplir lentement le cryostat avec l'azote liquide en pilotant la machine en charge ;

6 - brancher le thermocouple et observer la diminution de la température pendant le remplissage ;

7. au fur et à mesure du remplissage à l'azote liquide, resserrer progressivement les six écrous des tirants (6), de manière à assurer l'étanchéité durant toute la période de remplissage ;

8. après une heure de remplissage, enfiler les deux capteurs de niveau dans leurs tubes de protection et poursuivre le remplissage automatique en azote liquide ; ces capteurs (niveau haut et niveau bas) se situent respectivement à l'interface des pièces 18-19 et des pièces 17-18.

9. imposer un courant d'air chaud au-dessus du flasque de protection thermique (22) à l'aide du séchoir, afin de conserver une température de la cellule de charge supérieure à 10°C ;

10. après stabilisation de la température à 77K et vérification de l'étanchéité du cryostat, enrouler la laine de roche autour du corps du cryostat ;

11. augmenter la pression relative d'azote jusque 0,15 bar ;

12. lancer l'essai.

**ANNEXE IV : Effet d'une répétition du traitement thermique  
d'hypertrempe sur le comportement cyclique du 316LN**

L'acier inoxydable austénitique étudié, a subi un traitement thermique d'hypertrempe (effectué avant la livraison du matériau), à savoir un maintien d'une minute par millimètre d'épaisseur à la température de 1050°C, suivi d'une trempe à l'eau. Pour vérifier la qualité du traitement thermique initial, nous avons refait ce traitement sur 4 éprouvettes avant leur usinage. Après usinage, ces éprouvettes, notées HT2, étaient soumises à des essais de fatigue plastique oligocyclique sous déformation totale imposée ( $\Delta\varepsilon_t = 2,5\%$  et  $3,2\%$ ,  $R\varepsilon = -1$ ) à 77K. Les évolutions de l'amplitude de contrainte  $\sigma_a$  en cours de cyclage sont comparées à celles des éprouvettes ayant subi uniquement le premier traitement, notées HT1, et cyclées dans les mêmes conditions.(Figure A4.I). Le tableau A4.1 donne les durées de vie de ces différentes éprouvettes.

Au vu de ces figures et du tableau A4.1, on remarque l'effet négligeable du second traitement thermique sur le comportement cyclique de l'acier étudié. On peut donc considéré que le premier traitement d'hypertrempe effectué avant livraison des éprouvettes a été correctement réalisé.

$\Delta\varepsilon_t$	2,5% HT1	2,5% HT2	3,2% HT1	3,2% HT2
$N_R$ (cycles)	1824	1930	1119	1271

Tableau A4.1 Durées de vie de l'acier étudié, après un (HT1) ou deux (HT2) traitements d'hypertrempe

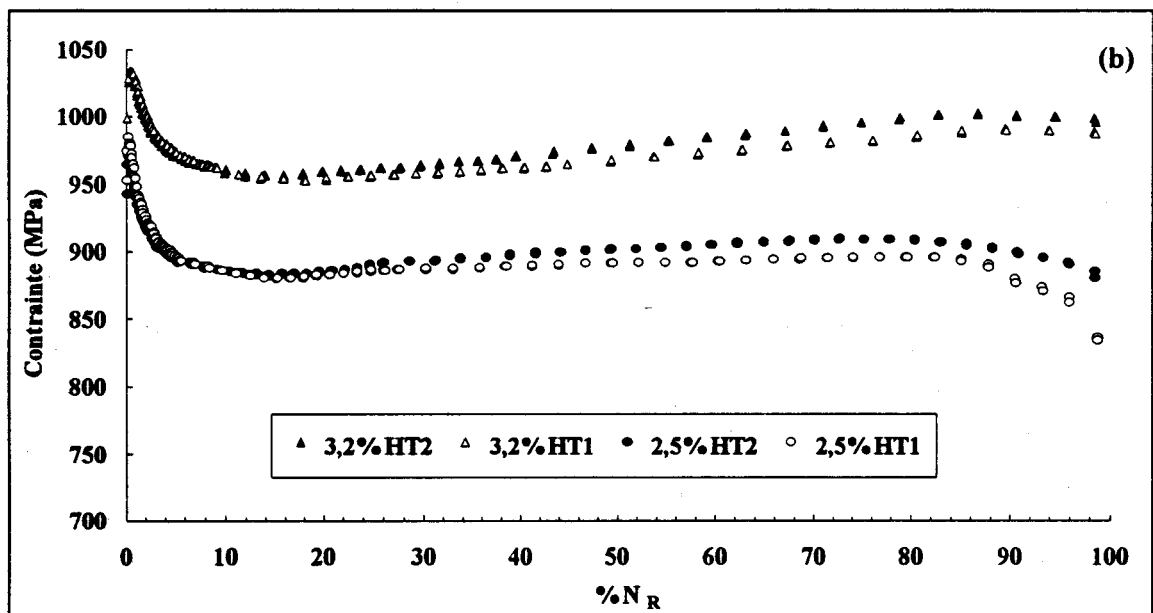
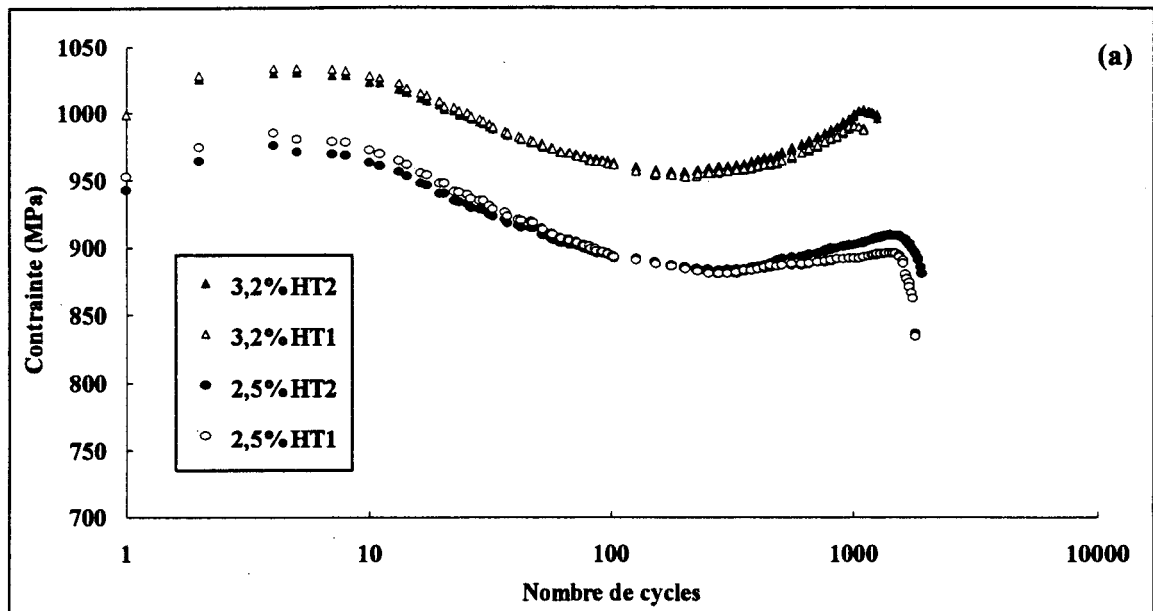


Figure A4.I Courbes d'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles, à 77K, après un (HT1) ou deux (HT2) traitements d'hypertrempe  
(a) en diagramme logarithmique (b) en diagramme linéaire

## REFERENCES

- Abrassart F.**, Thèse de Doctort ès-Sciences Phisiques, 1972, Université de Nancy I.
- Angel T.**, J. Iron Steel Inst., 1983, pp. 167-176.
- Barbier R. et Renier P.**, Colloque Siemens, 1965, Paris.
- Baudry G. et Pineau A.**, Mat. Sci. Engng., 28, 1977, pp. 229-242.
- Bernier J. C. et Poix P.**, L'Actualité Chimique, 4, 1979, 21.
- Blanc G.**, Les aciers inoxydables austénitiques, edition : Physique, 1990, pp. 613-630.
- Brahmi S., Chappuis G., Lehr P.**, Mém. Sci. Met, 1992, pp. 49-61.
- Bricout J. P.**, Thèse de doctorat, 1984, Université de Valenciennes.
- Chaboche J. L., Kazmarek H. Raine P.**, Recherche Aéronautique, Vol. 3, 1980, pp.177-196.
- Chieragatti R., Degallaix G et Ecole Centrale de Lille, Inventeurs, INPI (Paris)** sous n° 91-16331 le 23 décembre 91, accepté le 7 août 1992. Brevet d'Invention n° 2685481.
- Degallaix S.**, Thèse de doctorat, 1986, USTL.
- De Jong M. et Rathenau G. W.**, Acta Met., 9, 1961, 714.
- Didieux J.**, "Thèse de Docteur-Ingénieur", 1952, Paris VI.
- Feltner C. E., Laird C.**, Acta Met., Vol. 15, 1967, pp. 1621-1632.
- Forsyth P. J.**, 15<sup>e</sup> colloque de métallurgie de Saclay, Juin 1972.
- Fukushima E.**, J. Jpn.Mater. Stength, 10, 1975, 20.
- Gautier E, Zhang X. M., Simon A**, ICRS2, 23-25 Novembre 1988 (Elsevier Applied Science 1988), Nancy, France, pp. 777-783.
- Gautier E, Zhang X. M., Simon A**, Proc ICRS, Ed. Beck G., Denis S., Elsevier Aplied Science, 1989, 777.
- Greenwood G. W. et Johnson R. H.**, Proc. Roy. Soc. 283 A, 1965, 403.
- Grosskreutz J. C.**, ASTM STP, 495, 1971, pp. 5-60.

- Guiraldenq P., Bulletin de Cercle d'Etudes des Métaux, 10, 1976, 306.
- Gysler A., Lindigkeit J. et Lutjering G., ICSMA 5, Vol. 2, 1979, pp. 1113-1118.
- Ham R. K. et Broom T., Philosophical Magazine, Vol. 7, 1962, No. 73, 95.
- Jaske C. E., Mindlin H., Perrin J. S., Journal of Engineering Materials and Technology, Vol. 104, 1982, pp. 137-144.
- Kanazawa K., Yousuida S., Instn. Mech. Engrs., Conference publication 13, 1973, pp. 226/1-226/10.
- Kittel C., Introduction à la Physique de l'Etat Solide, 1958, Dunod, Paris.
- Kot R. A. et Weiss V., Met. Trans. 1, 1970, 2685.
- Kovneristy Y. K., Met. Sci. Heat Treat., 10, 1969, pp. 683-690.
- Lecroisey F., Thèse de doctorat, 1972, Université de Nancy I.
- Lecroisey F. et Pineau A., Metalurgica Transaction, 3, 1972, pp. 387-396.
- Ledbetter H. M., J. Appl. Phys., 52, N° 3, 1981, pp. 1587-1589.
- Low J. R. et Garofalo F., Proc. Soc. Stress Anal., Vol. 4, 1974, 16.
- Ludwigson D. C. et Berger J. A., J. Iron and Steel, 1969, pp. 63-69.
- Magee C. L., Ph. D. Thesis, 1966, Carnegie Mellon University, Pittsburg.
- Maier H. J., Donth B., Bayerlein M., Mughrabi H., Fatigue 93, 1993, pp 85-89.
- Mangonon P. L. et Thomas G., Metalurgica Transaction, 1, 1970, 587.
- Manjoine M. J., Landerman E. I., Journal of Testing and Evaluation, JTEVA, Vol. 10, 1982, pp. 115-120.
- Meijer H., British Welding Journal, H1, 1963, pp. 45-58.
- Miura R., Advances in cryogenic engineering, plenum publishing corp., Vol. 30-8505-72-0210, 1984, pp. 245-252.
- Mughrabi H. et Wang R., Compte rendu de la conférence " Defects and fracture", édité par Sih G. C. and Zorski H., Martinus Nijhoff Publishers, 1982, pp. 1345-1351.



- Nachtigall A. J., Properties of Materials for Liquefied Natural Gas Tankage, ASTM STP 579, 1975, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, pp. 378-396.
- Nilsson J. O., Fatigue Engineering of Materials and Structures, Vol. 7, N° 1, 1984, pp. 55-64.
- Ogata T., Nagai K., Umezawa O. et Yuri T., Advances in cryogenic engineering, Eds. R. P. Reed and F. R. Fickeh, Vol. 36, 1990, pp. 1249-1255.
- Olson G. B. et Cohen M., Metalurgica Transaction, 6A, 1975, pp. 791-795.
- Patel J. R. et Cohen M., Acta Metall. I, 1953, 531.
- Pattanayak D., Advances in Cryogenic Eng., Plenum publishing corp., Vol. 30-8505-72-0210, 1984, pp. 227-236.
- Pineau A. et Zaoui A., Comportement mécanique des matériaux, Edition : HERMES, Vol. 1, 1991, pp. 194-199.
- Pineau A. Petrequin P., La Fatigue des Matériaux et des Structures, Eds. Bathias C. et Bailon J. P., 1980, Maloine, (Paris, France), pp. 107-161.
- Pineau A., Colloque GAMI, 1976.
- Pineau A et Pelloux R. Metalurgica Transaction, 5A, 1974, pp. 1103-1112.
- Pickering F. P., Apl. Sci. Phys., 1978, London.
- Poirier J. P., J. of Geophysical research, 87, 1982, 6791.
- Post C. B. et Eberly W.S., Trans. ASM., 39, 1947, 868.
- Prioul C., Rapport du Contrat T.S.C 350 176, sept. 1987, Ecole Cental Paris, Centre de recherche.
- Prioul C., Rodrigues A., Francois D., Mechanical behaviour of materials-V (Eds. M. G. Yan; Zhang S. H., Zheng Z. M.), 1987, pp. 735-742.
- Rabbe P., Collection université de Compiègne, édité par C. Bathias et J. P. Bailon, 1982, pp 71-105.
- Reed R. P. et Guntner C. J., Trans. AIME, 230, 1964, pp. 1713-1720.

- Rousseau D., Blanc G., Tricot R. et Queussier A., Mém. Sci. Met., LXVII, N° 5, 1970, 315.
- Sadough A., Thèse de doctorat, 1985, Paris VI.
- Sadough A., La revue de Métallurgie-CIT/Science et Génie des Matériaux, 1994, pp. 781-788.
- Schramm R. E. et Reed R. P., Metalurgica Transaction, 6A, 1975, pp. 1345-1351.
- Seddouki A., Thèse de doctorat, USTL, 1994.
- Seetharaman V. et Krishnan R., J. Mat. Sci., 16, 1981, pp. 523-530.
- Seitz F., "Théorie moderne des solides", Masson, 1949, 482.
- Shepic J. A. et Schwartzberg F. R., Materials Studies for Magnetic Fusion Energy Applications at Low Temperatures-I, NBSIR 78-884, National Bureau of Standards, Boulder, Colorado, 1978, pp. 15-68.
- Shibata K., Kishimoto Y., Namura N., Fujita T., Fatigue at low temperatures (Eds. R. I. Stephens), STP 857, 1985, pp. 31-46.
- Simon N. J. et Reed R. P., Journal of Nuclear Materials, 1986, pp. 44-48.
- Simon A., Denis S. et Gautier E., J. de physique IV, Vol. 4, 1994, pp. 199-213.
- Soussan A. Degallaix S. et Magnin T., Mater. Sci. Eng., A142, 1989, pp. 169-176.
- Swann P. R., Corrosion, Vol. 19, N° 3, 1963, 102.
- Tamura I. et Wayman C. M., Matrensite, Edited by G. B. Olson and W. S. Owen, ASM International, The Materials Information Society, ISBN 0-87170-434-X, 1992, pp. 227-242.
- Thomas B., Henry G., Les aciers inoxydables (Eds. Lacombe p., Baroux B., Beranger G.), Les éditions de Phsiques, 1990, pp. 74-100.
- Tobler R. L. and Reed R. P., Advances in Cryogenic Engineering, Plenum Press, 1978, New York, pp. 82-90.
- Tyson W. R., Rapport du canmet, ERP/PMRL, 1977, pp. 1-77.
- Vogt J., Thèse de doctorat, 1991, université Lille I.

**Wen Y.H., Denis S. et Gautier E., J. de physique IV, Vol. 5, 1995, pp. 531-536.**

**Yamaguchi K. et Kanazawa K., Met. Trans. A., 11A, 1980, pp. 1691-1699.**

**Zhang X. M., Gautier E. et Simon A., Acta Metall. 37, 1989, 487.**

## *Comportement mécanique et stabilité microstructurale d'un acier inoxydable austénitique type AISI 316LN sous forte plasticité monotone et cyclique à 77K et 300K*

La bonne ductilité à basse température des aciers inoxydables austénitiques permet leur utilisation en cryogénie. En particulier, les aciers de la série AISI 300 ont été utilisés avec succès dans de nombreuses réalisations cryogéniques. Cependant, ils sont métastables et une transformation martensitique  $\gamma \rightarrow \alpha'$  peut intervenir lors du refroidissement, et/ou lors d'une déformation plastique.

L'objectif de ce travail est d'analyser le comportement mécanique et la stabilité microstructurale d'un acier inoxydable austénitique type AISI 316LN sous forte plasticité monotone et cyclique, à 77K et 300K. La forte plasticité permet d'obtenir de la transformation martensitique  $\gamma \rightarrow \alpha'$  et d'étudier l'effet de celle-ci sur le comportement mécanique de cet acier à 77K.

L'abaissement de la température conduit à une augmentation quasiment linéaire avec la température, du module d'Young, de la résistance à la rupture et de la limite d'élasticité dans le domaine 300K-77K. A 300K, aucune martensite  $\alpha'$  n'a été détectée, tandis qu'à 77K, un taux de transformation martensitique croissant avec la déformation a été mesuré, vérifiant le modèle de Angel. La plasticité induite par la transformation martensitique à 77K conduit à un allongement à la rupture accru.

En fatigue plastique oligocyclique sous variation de déformation totale imposée, les amplitudes de contrainte cyclique sont nettement plus élevées à 77K qu'à 300K, comme en traction monotone. Là encore, aucune martensite  $\alpha'$  n'a été détectée à 300K, tandis qu'à 77K, un taux de martensite croissant, fonction de la variation de déformation totale imposée et de la déformation plastique cumulée, a été mesuré, conduisant à un durcissement cyclique et à une modification de la forme des boucles d'hystérésis.

En quasi-absence de martensite  $\alpha'$  ( $\Delta\epsilon = 2\%$  à 300K et 77K), on remarque que l'abaissement de la température provoque une amélioration de la résistance à la fatigue, qui résulte d'une homogénéisation de la répartition de la déformation plastique. En présence de transformation martensitique, on observe un effet défavorable de la martensite sur la résistance à l'amorçage des fissures en fatigue. Sur la phase de propagation, les résultats de la littérature sont contradictoires.

**MOTS-CLES** : FATIGUE PLASTIQUE OLIGOCYCLIQUE - ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES - TRANSFORMATION MARTENSITIQUES - PLASTICITE INDUITE PAR TRANSFORMATION - BASSE TEMPERATURE

