

THESE

Présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

Pour obtenir le Titre de

DOCTEUR
en Sciences des Matériaux

par

Sylvie ARGILLIER

Ingénieur de l'Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Lille



ANALYSE DES MECANISMES DE PLASTICITE CYCLIQUE A
CHAUD D'ACIERS DE TYPE 10CD910 : DETERMINATION
D'UN INDICATEUR D'ENDOMMAGEMENT DE FATIGUE

Soutenue à Lille le 16 décembre 1998 devant la Commission d'Examen :

J. FOCT	Professeur, USTL	Président
Y. BRECHET	Professeur, ENSEEG	Rapporteur
T. LEFFERS	Directeur de recherche, Risø National Laboratory	Rapporteur
J.P. MASSOUD	Ingénieur-chercheur, E.D.F.	Examineur
V. PRUNIER	Ingénieur-chercheur, E.D.F.	Invité
J.B. VOGT	Professeur, ENSCL	Diecteur de Thèse



REMERCIEMENTS

Ce travail a été effectué au département Etude des Matériaux d'EDF, en collaboration avec le laboratoire de Métallurgie Physique de l'université de Lille I. Je remercie Monsieur J. Foct, directeur du laboratoire de Métallurgie Physique d'avoir examiné mon travail et d'avoir permis le bon déroulement de cette collaboration.

Je tiens tout particulièrement à remercier mon directeur de thèse Monsieur J.B. Vogt, professeur à l'ENSCL pour son aide efficace, ses conseils judicieux, son soutien permanent et sa gentillesse. Je lui exprime ma sincère gratitude pour m'avoir toujours patiemment écoutée et d'avoir toujours répondu à mes questions au cours de longues et fructueuses discussions.

Je remercie Messieurs J.C. Van Duysen, chef du département Etude des Matériaux, et J.M. Frund, chef du groupe Mécanique, pour m'avoir accueillie et permis d'effectuer ce travail dans les meilleures conditions.

Je tiens sincèrement à remercier Monsieur V. Prunier qui a initié ce travail et m'a toujours soutenu ainsi que Monsieur J.P. Massoud pour m'avoir accordé son temps au travers de discussions toujours intéressantes.

Je tiens à remercier Messieurs Y. Brechet, et T. Leffers, d'avoir accordé de leur temps pour juger ce travail et d'en être rapporteurs. Je tiens à leur exprimer ma profonde reconnaissance pour les remarques et idées pertinentes faites sur ce travail.

Que Monsieur J. Leon soit tout particulièrement remercié pour l'ensemble des essais de fatigue qu'il a réalisés dans le cadre de sa thèse au laboratoire de Métallurgie Physique de l'université de Lille I. Je tiens également à remercier Monsieur P. Miguet et Monsieur J.P. Mornioli, professeur à l'ENSCL, pour m'avoir fait bénéficier de leurs compétences en microscopie électronique. Je tiens également à exprimer ma profonde reconnaissance à Monsieur R. Penelle, directeur du laboratoire de Métallurgie Structurale de l'Université de Paris Sud, pour m'avoir accueillie dans son laboratoire et pour ses remarques pertinentes lors de discussions toujours très intéressantes.

Je tiens enfin à remercier tous les membres du département Etude des Matériaux d'EDF, qui ont contribué de près ou de loin, techniquement, scientifiquement et moralement au bon déroulement de ce travail. Enfin je remercie particulièrement Nathalie, Bertrand, Hélène et les autres pour avoir supporté les 25°C dans le bureau, notamment en fin de thèse.

SOMMAIRE GENERAL

SITUATION DU PROBLEME ET OBJECTIFS DE LA THESE	1
CHAP 1 : CONNAISSANCES SUR LE 10CD910	
<i>I. Introduction</i>	13
<i>II. Microstructures du 10CD910</i>	14
<i>III. Comportement mécanique du 10CD910</i>	23
<i>IV. Mécanismes d'endommagement par plasticité cyclique</i>	32
<i>V. Estimation du dommage plastique</i>	37
<i>VI. Conclusions</i>	39
CHAP 2 : ENDOMMAGEMENT PAR PLASTICITE CYCLIQUE A CHAUD DU MATERIAU DE REFERENCE	
<i>I. Introduction</i>	51
<i>II. Caractérisation microstructurale et métallurgique du 10CD910 de référence</i>	53
<i>III. Mécanisme de plasticité cyclique du 10CD910 de référence</i>	64
<i>IV. Influence des paramètres d'essais</i>	92
<i>V. Conclusions</i>	100
CHAP 3 : INFLUENCE DES PARAMETRES MATERIAUX	
<i>I. Introduction</i>	111
<i>II. Influence du vieillissement</i>	113
<i>III. Influence de la fraction volumique ferrite-bainite</i>	123
<i>IV. Conclusions</i>	136
CHAP 4 : APPLICATION A L'IDENTIFICATION ET A L'EVALUATION DU DOMMAGE DE FATIGUE	
<i>I. Introduction</i>	143
<i>II. Développement des critères représentatifs du dommage</i>	145
<i>III. Procédure de détermination du niveau de sollicitation : Application au cas d'un composant extrait de centrale</i>	150
<i>IV. Procédure de détermination de la durée de vie d'un composant</i>	154
<i>V. Conclusions</i>	156
CONCLUSION GENERALE	160
ANNEXES	163

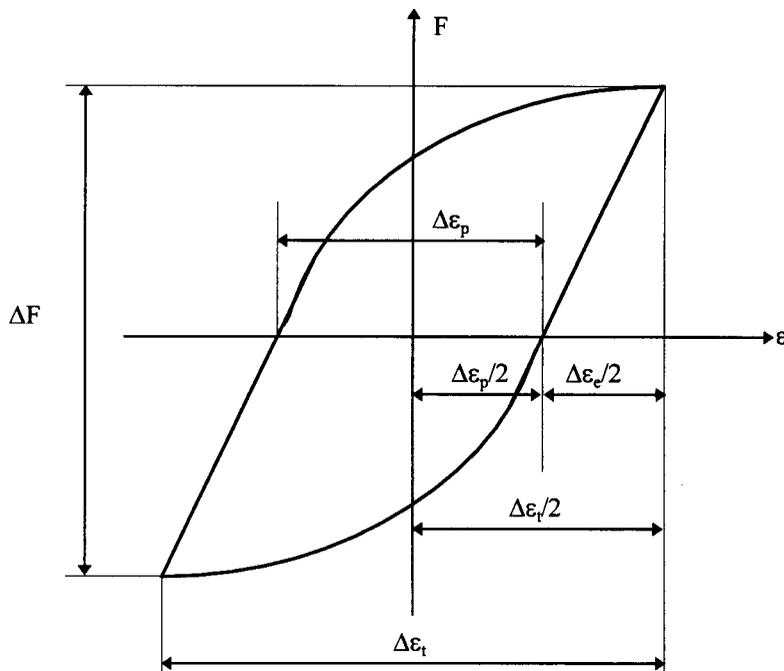
LISTE DES SYMBOLES

Essai de traction

E :	module d'Young
$R_{p0,2\%}$:	limite d'élasticité
R_m :	charge à rupture
A :	allongement à rupture
Z :	coefficient de striction

Essai de fatigue oligocyclique

F :	charge appliquée
s :	section de l'éprouvette
$\dot{\epsilon}_t$:	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
$\Delta\sigma = \Delta F/s$:	variation de contrainte
$\Delta\sigma/2$:	amplitude de contrainte
$\Delta\epsilon/2$:	amplitude de déformation
N_a :	nombre de cycles à rupture



Schématisme d'une boucle d'hystérésis d'un cycle de fatigue oligocyclique

LISTE DES ABREVIATIONS

10CD910 :	nom (Norme Française) de l'acier 0,1%C-2,25Cr-1%Mo
VF35 :	acier 10CD910 vieilli contenant 35% de ferrite
VF85 :	acier 10CD910 vieilli contenant 85% de ferrite
VF95 :	acier 10CD910 vieilli contenant 95% de ferrite
RF12 :	acier 10CD910 régénéré («non vieilli») contenant 12% de ferrite
RF45 :	acier 10CD910 régénéré («non vieilli») contenant 45% de ferrite
SHT :	surchauffe haute température
RHT :	resurchauffe haute température
MET :	microscope électronique en transmission
MEB :	microscope électronique à balayage
TRC :	transformation en refroidissement continu
TTT :	transformation-temps -température
KS :	Kurdjumov-Sachs
NW :	Nishiyama-Wasserman
CFC :	cubique à face centrée
CC :	cubique centré
BPG :	bande persistante de glissement
END :	évaluation non destructive
PTE :	pouvoir thermo-électrique
Σ_n :	nomination des sous-joints de coïncidence (Annexe 9)
CSL :	coïncidence site lattice
CBED :	convergent beam electron diffraction
EBSD :	electron backscattered diffraction
EDX :	energy dispersive X ray

**SITUATION DU PROBLEME ET
OBJECTIFS DE LA THESE**

SITUATION DU PROBLEME ET OBJECTIFS DE LA THESE

Dans les années 60, la principale source d'énergie électrique provenait de la combustion de charbon et de fuel. Les centrales thermiques classiques, construites pour la plupart à cette époque, ont donc été conçues pour fonctionner en base, c'est à dire sans arrêt fréquent des tranches.

Depuis une dizaine d'années, grâce à la bonne disponibilité des centrales nucléaires, la part de production de l'électricité assurée par les centrales thermiques classiques est inférieure à 10%. Sollicitées en base pendant une vingtaine d'années, elles fonctionnent désormais plutôt en semi-base, voire en pointe (Figure 1).

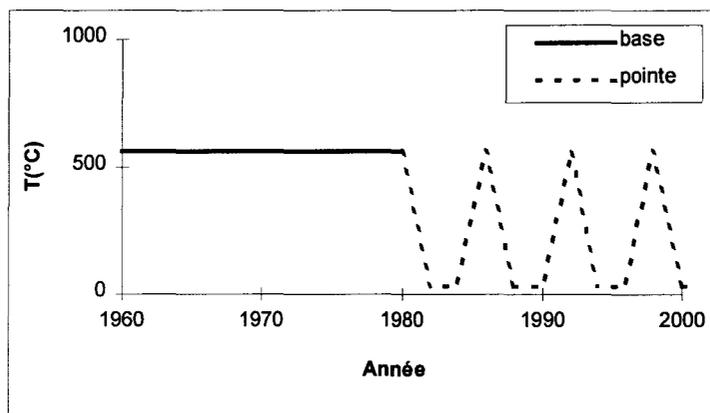
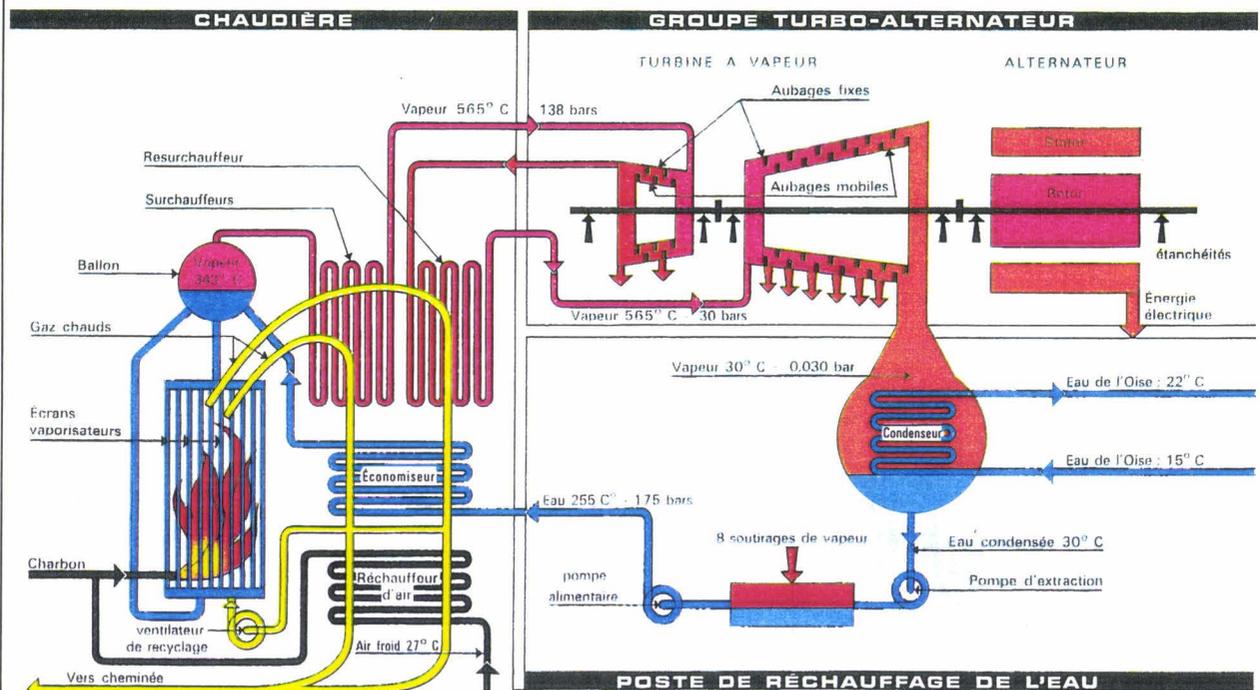


Figure 1 : Schématisation de l'utilisation d'une tranche d'une centrale thermique classique depuis sa construction.

Les tranches sont donc soumises à de fréquents cycles de démarrage-arrêt. Ces nouvelles conditions de fonctionnement introduisent d'importantes sollicitations puisque qu'un démarrage correspond à une montée en température de plus de 200°C par heure au niveau des composants. En plus du vieillissement thermique, les composants sont donc soumis à une forte sollicitation de fatigue thermique.

Le charbon est injecté sous forme pulvérisée dans la chaudière. Sa combustion fournit de l'énergie calorifique qui chauffe l'eau circulant dans les tubes écrans tapissant les parois de la chaudière. La vapeur d'eau ainsi formée (565°C, 138 bars) est collectée avant son passage dans une première turbine qui détend la vapeur pour produire de l'énergie électrique. Pour améliorer le rendement, la vapeur en sortie de turbine haute pression est «resurchauffée» (565°C, 30 bars) avant son passage dans une deuxième turbine moyenne pression.

Les conditions de service sont alors sévères puisque les composants véhiculent de la vapeur d'eau à haute température, sous forte pression et durant des temps prolongés. C'est la raison pour laquelle les composants ont été dimensionnés en fonction de la résistance au fluage des matériaux. L'acier choisi pour la majorité des corps épais des centrales thermiques classiques est le 10CD910 (connu aussi sous les noms 2 1/4Cr-1Mo, Chromesco 3 ou P22 pour les principaux). A l'époque de la construction des centrales, il présentait l'avantage de posséder de bonnes propriétés mécaniques à chaud, en particulier de fluage, pour un faible coût d'élaboration.



Principe général de fonctionnement d'une centrale thermique classique.

Les contrôles sur site ont révélé depuis cinq ans d'importantes dégradations attribuées à la fatigue thermique. Certains corps épais parmi les plus exposés à ces sollicitations, comme les collecteurs de vapeur surchauffée et resurchauffée à haute température (SHT et RHT), sont particulièrement atteints (Figure 2). Le matériau de référence des corps épais des centrales thermiques classiques est l'acier de type 10CD910. Notre étude s'est principalement intéressée aux collecteurs.

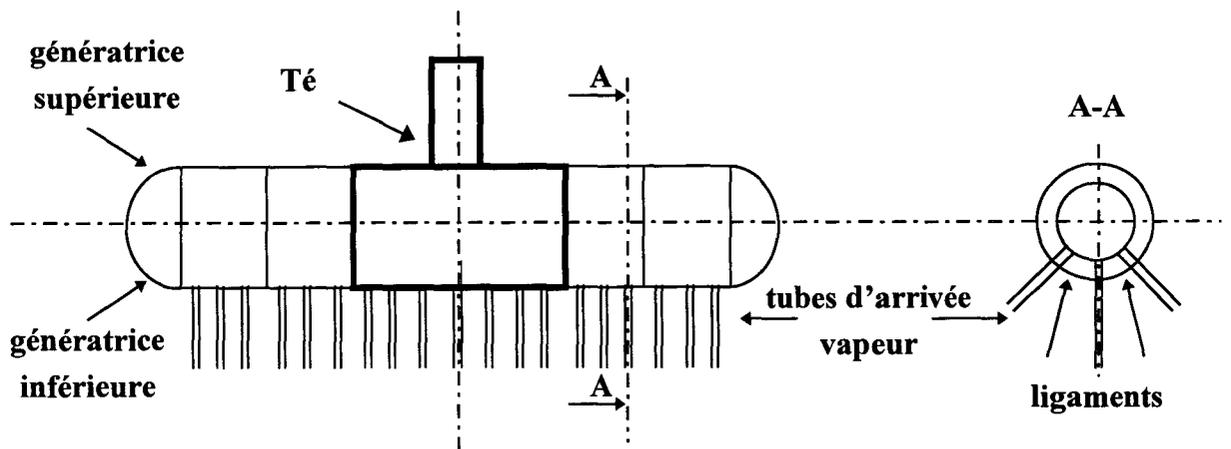


Figure 2 : Schéma d'ensemble d'un collecteur.

Ces collecteurs présentent des fissures parfois importantes au niveau des ligaments entre les alésages des tubes d'arrivée de vapeur. Le dommage de fatigue thermique serait dû au fort gradient de température entre les parois interne et externe du tube mais également entre les génératrices inférieure et supérieure. La géométrie et le système de fixation du composant bloquent sa dilatation thermique, ce qui plastifie les ligaments. Cela se traduit par une surcharge au niveau du té central (les supports du té sont déformés ou fissurés!). Lors d'un refroidissement rapide de la vapeur, la génératrice inférieure du composant (côté par lequel pénètre la vapeur à travers les nombreux tubes de collection), se refroidit plus rapidement que la génératrice supérieure car la surface d'échange est moins importante : on assiste à une flexion du collecteur.

La fissuration des composants peut se révéler non seulement très pénalisante pour le fonctionnement de la tranche mais également très dangereuse pour le personnel de la centrale.

Dans le cadre de l'estimation de la durée de vie résiduelle des centrales thermiques classiques, il est apparu essentiel de développer des indicateurs permettant de caractériser le dommage de fatigue en service et d'estimer la durée de vie résiduelle en amorçage (avant la propagation de fissures macroscopiques) de composants sollicités en fatigue thermique.

Une étude comparative nous a permis de montrer l'équivalence du dommage plastique cyclique qu'il soit induit par une sollicitation de fatigue thermique ou de fatigue oligocyclique à chaud (Annexe 1). Le choix s'est porté sur l'étude du dommage sous chargement cyclique mécanique isotherme à haute température de l'acier en raison de la plus grande complexité des essais de fatigue thermique.

L'objectif de l'étude est donc de développer des indicateurs du dommage de fatigue oligocyclique à chaud de l'acier du type 10CD910.

Les techniques d'évaluation non destructives (pouvoir thermo-électrique, annihilation des positrons, résistivité électrique) ne se sont pas révélées assez sensibles pour déceler la présence de dommage de fatigue dans le matériau (Annexe 2). Les raisons proviennent :

- de la microstructure biconstituée et complexe du matériau,
- des faibles évolutions de la densité de dislocations au cours du cyclage,
- de la stabilité des carbures au cours du cyclage.

C'est donc à l'échelle des structures de dislocations que nous avons cherché les paramètres caractéristiques de l'endommagement de fatigue oligocyclique à chaud.

L'objet du **chapitre 1** est de faire une synthèse des travaux concernant l'étude des microstructures, du comportement mécanique et des techniques de caractérisation du dommage plastique de l'acier de type 10CD910. Il est clairement apparu que l'acier a fait l'objet de nombreux travaux sur son comportement en fluage, mais très peu sur son comportement en fatigue.

Notre étude repose sur l'analyse d'un acier représentatif des matériaux des composants des centrales thermiques à l'heure actuelle. C'est un acier 10CD910 provenant d'un collecteur RHT, extrait d'une centrale thermique après 150 000h de service. C'est le matériau de référence de l'étude.

Dans le **chapitre 2**, la caractérisation microstructurale très précise du matériau de référence a d'abord été réalisée au microscope électronique en transmission : état de précipitation, arrangements de dislocations.

Son comportement en fatigue a ensuite été étudié à partir d'essais de fatigue oligocyclique isothermes à chaud en laboratoire. Les connaissances concernant les sollicitations en service sont imprécises. C'est pourquoi, une large gamme des paramètres d'essai a été testée pour décrire l'ensemble des cas envisageables.

A partir de l'analyse des structures de dislocations de fatigue, un mécanisme d'endommagement de plasticité cyclique a pu être proposé. Il repose sur l'évolution de deux paramètres microstructuraux :

- les structures de dislocations dans la ferrite,
- la désorientation des cellules de restauration dans la bainite.

Mais la microstructure de cet acier peut être très variée car sensible à son histoire thermique. Le **chapitre 3** prend en compte l'influence du vieillissement et de la proportion volumique des constituants sur le comportement en fatigue du 10CD910. Cette étude a permis de mettre en évidence deux natures de comportements : «ferritique» ou «bainitique». Elle valide le mécanisme proposé précédemment et montre son application potentielle à l'ensemble des aciers de type 10CD910.

La dernière étape décrite au **chapitre 4** montre l'application des concepts physiques développés au chapitre 2 et 3 à un composant extrait de centrale thermique.

Les deux paramètres caractéristiques de dommage de fatigue ont été étudiés sur un matériau extrait d'un composant fissuré en service. L'analyse comparative entre ce composant fissuré et nos essais en laboratoire a permis de conclure à l'existence d'un dommage de fatigue thermique et d'en évaluer le niveau de sollicitation.

Nous proposons par la suite une procédure de détermination de la durée de vie résiduelle dans le cas concret de composants en 10CD910 sollicités en fatigue thermique.

Chapitre 1

CHAPITRE 1 : ETAT DES CONNAISSANCES SUR LE 10CD910

I. INTRODUCTION	13
II. MICROSTRUCTURES DU 10CD910	14
II.1. Influence du traitement thermique	14
II.1.1. Nature des constituants	14
II.1.2. Nature des carbures	15
II.1.3. Evolution au cours de la trempe	16
II.1.4. Evolution au cours du revenu	18
II.2. Influence du vieillissement	19
II.2.1. Nature des carbures	19
II.2.2. Structures de dislocations	21
II.3. Influence de la teneur en carbone	22
II.3.1. Nature des constituants	22
II.3.2. Nature des carbures	22
III. COMPORTEMENT MECANIQUE DU 10CD910	23
III.1. Sollicitation monotone	23
III.1.1. Traction	23
III.1.2. Fluage	23
III.2. Sollicitation cyclique	24
III.2.1. Acier ferritique	24
III.2.2. Acier bainitique	24
III.2.3. Influence de la vitesse de déformation	24
III.2.4. Influence de la température	25
III.2.5. Influence de l'interaction Fatigue / Fluage	25
III.3. Influence de la fraction volumique ferrite-bainite	27
III.3.1. Sur la traction	27
III.3.2. Sur le fluage	28
III.3.3. Sur la fatigue oligocyclique	28
III.4. Influence du vieillissement	29
III.4.1. Sur la traction	29
III.4.2. Sur le fluage	29
III.4.3. Sur la fatigue oligocyclique	29
III.5. Influence de la teneur en carbone	30
III.5.1. Sur la traction	30
III.5.2. Sur le fluage	30
III.5.3. Sur la fatigue oligocyclique	30
III.6. Conclusions	31
IV. MECANISMES D'ENDOMMAGEMENT PAR PLASTICITE CYCLIQUE	32
IV.1. Rappels sur les mécanismes d'endommagement des matériaux de structure cristallographique CC	32
IV.1.1. Mécanisme de glissement des dislocations dans les CC	32
IV.1.2. Cas de la fatigue oligocyclique	34
IV.2. Généralisation aux polycristaux	35
IV.3. Cas du 10CD910	36
IV.3.1. Ferrite	36

IV.3.2. Bainite	36
V. ESTIMATION DU DOMMAGE DE PLASTICITE	37
V.1. Caractérisation du fluage	37
V.1.1. A partir de l'état de précipitation	37
V.1.2. A partir des structures de dislocations	37
V.2. Caractérisation de la fatigue	38
V.2.1. A partir de l'état de précipitation	38
V.2.2. A partir des structures de dislocations	38
V.3. Conclusions	38
VI. CONCLUSIONS	39
Références	
Liste des figures et tableaux (Anglais)	

CHAPITRE 1 : ETAT DES CONNAISSANCES SUR LE 10CD910

I. INTRODUCTION

Les aciers de nuance 10CD910 (0,1%C-2,25%Cr-1%Mo) sont couramment utilisés depuis les années 1950 dans la fabrication des tuyauteries (corps épais, tubes,...) des centrales thermiques au charbon pour leurs bonnes propriétés mécaniques à chaud. Toutefois, sous l'effet de la température et des chargements mécaniques, les composants peuvent s'endommager en service. Il est donc nécessaire de comprendre ces mécanismes d'endommagement pour estimer la durée de vie des composants correspondants.

Les caractéristiques mécaniques des matériaux (notamment leurs caractéristiques en fluage et en fatigue) sont directement liées à la microstructure du matériau qui résulte elle-même de leur composition chimique et de leur histoire thermique (traitement thermique initial, vieillissement à haute température,...).

Nous nous attacherons dans un premier temps à relever dans la littérature les différentes microstructures du 10CD910, fonction du traitement thermique initial, du vieillissement et de la composition chimique.

On s'attachera ensuite à décrire et à comprendre l'influence de ces paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques de l'acier.

Si les études concernant les évolutions des carbures associées au vieillissement et au dommage de fluage sont nombreuses quoique divergentes, les études liées à l'évolution des structures de dislocations sont rares, notamment en fatigue oligocyclique. Les mécanismes de déformation plastique proposés sont alors très hypothétiques et incomplets, spécialement sous sollicitation cyclique. C'est la raison pour laquelle nous avons commencé par rappeler les connaissances concernant les mécanismes d'endommagement plastique cyclique à tous les matériaux de structure cristallographique cubique centrée avant de décrire les résultats observés pour l'acier 10CD910.

Les tentatives de caractérisation du dommage, nombreuses pour le fluage et particulièrement pauvres pour la fatigue sont ensuite passées en revue.

II.MICROSTRUCTURES DU 10CD910

L'acier 10CD910 présente la particularité de posséder une microstructure très sensible à son histoire thermique (traitement thermique initial et vieillissement), donc très variée dans les conditions d'utilisation classiques.

II.1.Influence du traitement thermique

Le choix du traitement thermique appliqué est dicté par les caractéristiques mécaniques attendues. Au début de son utilisation, l'acier du type 10CD910 était classiquement recuit. Aujourd'hui, le traitement thermique préféré est un traitement de normalisation-revenu.

II.1.1.Nature des constituants

Les traitements thermiques débutent tous par une austénitisation à une température légèrement supérieure à la température d'austénitisation (A_{c3}) pour opérer une fine recristallisation dans le domaine austénitique et dissoudre les précipités. Elle est suivie par un refroidissement dont la vitesse (fonction du fluide de refroidissement et de la massivité de la pièce) est le facteur qui détermine la proportion des constituants. De petites variations de vitesse de trempé conduisent à d'importantes modifications microstructurales [1]. Les diagrammes des transformations anisothermes (TRC) et isothermes (TTT) (Figure 1) du 10CD910 présentent deux «nez» correspondant aux domaines ferrito-perlitique et bainitique. Le chrome et le molybdène, comme la plupart des éléments alphagènes, sont responsables de la position et de la forme de ces deux domaines.

Les deux types de traitements thermiques couramment utilisés pour obtenir de bonnes propriétés mécaniques diffèrent essentiellement par leur vitesse de refroidissement:

- un traitement de **recuit** qui correspond à un refroidissement très lent au four ou un **recuit isotherme** qui commence par un maintien isotherme à une température comprise entre 677 et 732°C suivi d'un refroidissement en four ou à l'air calme. Les recuits conduisent à une structure ferritique avec éventuellement quelques domaines perlitiques et plus rarement bainitiques,
- un traitement de **normalisation-revenu** qui correspond à une trempé suivie d'un revenu à une température comprise entre 593 et 760°C. Classiquement, le refroidissement se fait à l'air ce qui conduit à une structure bainito-ferritique. La vitesse critique de trempé martensitique est très élevée, donc des trempes à l'eau (ou plus lentes sur composants plus minces) produisent une microstructure majoritairement bainitique avec éventuellement quelques plages de martensite.

Les normes classiques liées à l'utilisation à haute température du matériau imposent essentiellement une microstructure constituée de ferrite proeutectoïde et de bainite ferritique [2, 3]. Nous nous intéresserons donc essentiellement aux aciers 10CD910 de structure ferrito-bainitique.

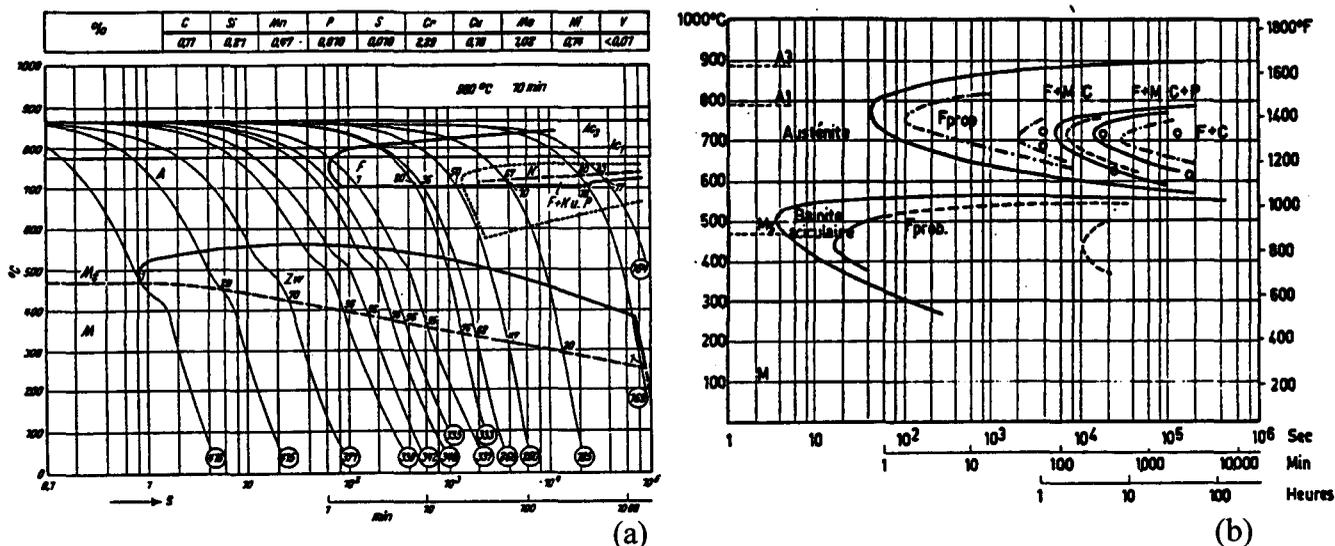


Figure 1 : Diagrammes des transformations anisothermes (a) et isothermes (b) du 10CD910.

II.1.2. Nature des carbures

Les deux constituants (ferrite et bainite) sont le siège d'une importante précipitation de carbures aussi bien au cours de la trempe qu'au cours du revenu. On considère généralement qu'il existe deux mécanismes de formation de carbures dans les aciers alliés :

- mécanisme par germination séparée : germination-croissance à partir d'une taille d'amas d'atomes en solution suffisante. C'est notamment le cas pour les carbures de M_2C qui germent à partir d'amas de Mo-C-Mo en solution solide [4]. Ce mécanisme est responsable d'un durcissement secondaire important.
- mécanisme "in situ" : transformation d'un carbure existant en nouveau carbure plus stable par échange d'éléments d'alliage avec la solution solide. Cette séquence a été observée pour la transformation de Fe_3C en Cr_7C_3 [5, 6].

La précipitation dans les aciers du type 10CD910 est variée car, si le chrome et le molybdène font partie des éléments les moins carburigènes, ils sont néanmoins susceptibles de former des carbures plus stables que la cémentite.

Les carbures décrits dans la littérature (toutes températures confondues) sont de cinq natures différentes et possèdent des morphologies relativement diverses (Tableau 1). Même si leur composition chimique est dispersée, les études montrent que les carbures de type M_7C_3 et $M_{23}C_6$ sont des carbures riches en fer et en chrome mais pauvres en molybdène alors que ceux de type M_2C et M_6C contiennent surtout du fer et du molybdène.

Les carbures $M_{23}C_6$ et M_6C peuvent chacun apparaître sous des compositions chimiques variées. De plus leurs structures cristallines sont quasiment identiques, ce qui rend très difficile leur identification (Annexe 3). Les difficultés de caractérisation de ces précipités rendent délicates les études sur les évolutions des carbures des aciers faiblement alliés. Ceci explique la

dispersion des résultats bibliographiques sur la précipitation des aciers 10CD910. Les séquences de formation des carbures au cours des revenus sont très complexes et très variées. Nous essaierons donc de dégager les grandes lignes des résultats décrits dans la littérature.

Carbure	Système	Fe (%)	Cr (%)	Mo (%)	Morphologie type
M_2C	cfc	1-15	5-30	60-90	petite plaquette
M_3C	ortho	45-85	3-25	0-20	petit sphéroïde
M_7C_3	ortho	25-45	35-60	1-10	contours rectilignes
$M_{23}C_6$	cfc	25-60	20-40	1-20	parallépipède rectangulaire
M_6C	cfc	20-40	2-20	30-60	gros sphéroïde

Tableau 1 : Description des carbures observés dans le 10CD910.

II.1.3. Evolution au cours de la trempe

Ferrite

On observe d'abord, au cours du refroidissement, une germination de phase α (ferrite proeutectoïde) aux joints de grain de l'austénite par mécanisme de diffusion. Ce processus de germination ne s'accompagne pas de déformations importantes. La densité de dislocations formées est donc très faible dans la ferrite proeutectoïde.

La diffusion du carbone de l'austénite non encore transformée vers la ferrite qui contient une forte proportion en éléments α -gènes (notamment en molybdène) permet :

- la formation et de la persistance de paires d'atomes Mo-C ou d'amas Mo-C-Mo en solution solide (en raison de l'affinité chimique entre les atomes de molybdène en substitution et ceux de carbone sur sites interstitiels) [7],
- la germination des précipités de M_2C [4].

Des amas d'atomes de M-C-Mo en solution solide de taille suffisante serviraient de germes pour la formation des carbures de M_2C [8, 9].

Bainite

Les théories qui expliquent la formation de la bainite ferritique sont très controversées [10]. La question essentielle concerne le processus qui gouverne la transformation bainitique : s'agit-il de cisaillement de réseau (comme pour la transformation martensitique) ou de diffusion (comme pour la transformation euctoïde) [11]?

Classiquement, la bainite est décrite comme une matrice ferritique en lattes ou en plaquettes séparées par une région contenant de l'austénite résiduelle, de la cémentite ou de la martensite. Les plaquettes ne sont pas toujours complètement isolées les unes des autres et sont séparées dans ce cas par une interface de faible désorientation. Certaines études ont montré que les plaquettes d'un même grain ont des orientations très proches, jusqu'à 2° de désorientation [12].

L'orientation relative de la bainite ferritique avec sa phase "mère" l'austénite correspondent aux relations classiques de type Kurdjumov-Sachs (KS, 1930) et Nishiyama-Wasserman (NW, 1934) :

- KS : $(111)_\gamma // (110)_\alpha$, et dans ce plan $\langle 110 \rangle_\gamma // \langle 111 \rangle_\alpha$
- NW : $(111)_\gamma // (110)_\alpha$, et dans ce plan $\langle 110 \rangle_\gamma // \langle 100 \rangle_\alpha$

La bainite ferritique est toujours caractérisée par une forte densité de dislocations et le plus souvent par une précipitation abondante.

- La croissance de chaque plaquette s'accompagne d'une importante déformation, à forte composante de cisaillement induite par la transformation de la maille CFC de l'austénite à la maille CC de la ferrite [13]. Cette déformation provoque la création d'une importante densité de dislocations.

- La bainite ferritique apparaît généralement sous deux morphologies différentes (localisation et nature des carbures) suivant la température de la transformation bainitique :

- à haute température : la bainite supérieure contient des carbures de cémentite (Fe_3C), entre les lattes de ferrite, allongés parallèlement à l'axe des plaquettes.
- à basse température : la bainite inférieure présente une précipitation intra et interlattes de ferrite. Les carbures à l'intérieur de la ferrite bainitique sont majoritairement des carbures de cémentite, allongés dans une direction à 60° (57° [14]) par rapport à l'axe de la latte, et plus rarement des carbures ϵ ($Fe_{2,4}C$) (quand la densité de dislocations est faible).

Il existe néanmoins beaucoup de variations autour de ces deux bainites dites «classiques». Habraken et al [2, 15] sont les premiers à mettre en évidence la formation de bainites "non classiques" lors de refroidissements continus. Elles sont très variées et dépendent fortement du matériau considéré, notamment de sa teneur en carbone et de sa vitesse de trempe [16, 17, 18]. De nombreuses dénominations leur sont associées (globulaire, massive, colonnaire,...). Pour décrire plus précisément la microstructure de la bainite formée et simplifier leur dénomination, Bramfitt et Speer [19] ont proposé une classification des bainites basée sur la localisation et la nature d'une seconde phase au sein de la ferrite (Figure 2).

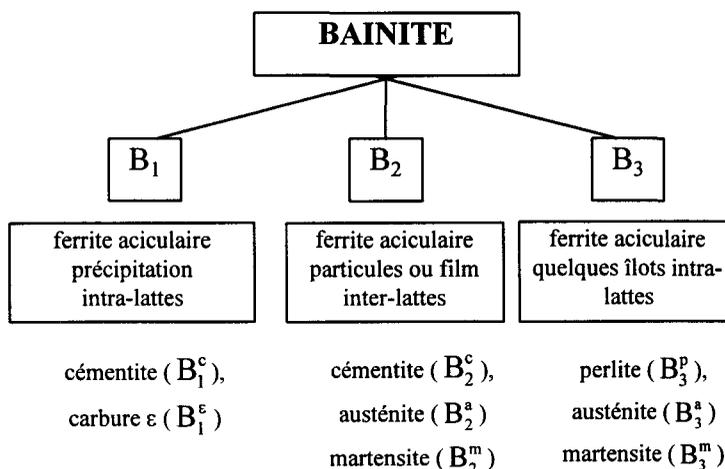


Figure 2 : Classification morphologique des bainites [19].

Aucune étude spécifique ne s'est intéressée à la caractérisation de la nature de la bainite formée dans les aciers de type 10CD910.

Les relations cristallographiques entre la ferrite bainitique et l'austénite (proches de celles développées dans la théorie de la transformation martensitique) suggèrent fortement que la formation de bainite ferritique aciculaire est liée à un mécanisme de transformation par cisaillement [13, 20]. A l'inverse, l'étude cristallographique de la cémentite bainitique indique que ces carbures se forment directement à partir de l'austénite par un processus diffusionnel [21, 22]. Ces contradictions sont identiques dans le cas de la formation de la bainite ferritique granulaire [13, 17, 18, 23]. **Il semble donc que la transformation bainitique implique à la fois un processus de cisaillement et un mécanisme de diffusion.**

II.1.4. Evolution au cours du revenu

Le revenu est la deuxième séquence du traitement thermique et consiste en un maintien à haute température (700°C) pendant plusieurs heures. Comme nous l'avons vu précédemment, un grand nombre de carbures de chrome et de molybdène se forment au cours de la trempe. Les mécanismes responsables de la précipitation ne sont pas épuisés après trempe car la solution solide ferritique est sursaturée en chrome et molybdène. Une forte densité de carbures germent donc au cours du revenu. Leur nature est conditionnée par la composition chimique de l'acier ainsi que par la température et la durée du revenu. Les séquences de précipitation sont différentes dans la ferrite et dans la bainite.

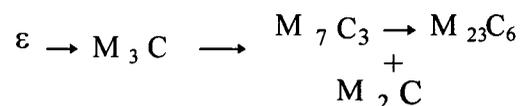
Ferrite

Le revenu appliqué après trempe permet la diffusion des éléments d'alliage et provoque la germination séparée de nouveaux carbures de M_2C dans la ferrite [4]. Cette évolution conduit à un appauvrissement de la matrice en molybdène et la diminution corrélée des paires d'atomes Mo-C en solution solide.

Bainite

Le revenu permet de commencer à restaurer la bainite par un début d'organisation des dislocations en parois de cellules [13].

Il provoque également la décomposition des plages d'austénite résiduelle riches en carbone et la formation de nouveaux carbures dans la bainite. Baker et Nutting [4] sont les premiers à avoir étudié l'évolution des carbures lors du revenu d'un acier 10CD910 normalisé-revenu. Ils proposent que le carbure ϵ qui est probablement stabilisé par le chrome se transforme «in situ» en cémentite avant de s'enrichir progressivement en chrome pour se transformer «in situ» en carbures M_7C_3 . Le molybdène, très peu soluble dans ces carbures, précipite séparément sous la forme de M_2C . Pour des temps de revenu plus longs, les carbures $M_{23}C_6$ remplacent «in situ» ceux de M_2C , ou comme le montrent Beech et al [24] germent de façon séparée dans la matrice.



Pour des faibles temps de maintien, le revenu se traduit par un appauvrissement de la matrice en éléments d'alliage et par la formation :

- **de fins carbures riches en molybdène (M_2C) dans la ferrite,**
- **de fins carbures de molybdène (M_2C), de petits (M_7C_3) et de plus gros ($M_{23}C_6$) carbures riches en chrome dans la bainite.**

Si certains adoptent la théorie de Baird et Jamieson [7] quant à l'existence d'un fort "durcissement par solution solide" provoqué par l'interaction entre les dislocations coin et vis et les paires d'atomes Mo-C en solution solide [9, 25, 26], tous s'accordent à conclure que la précipitation des fins carbures alliés (notamment les M_2C), est responsable d'un durcissement important.

II.2. Influence du vieillissement

Comme pour le revenu, le vieillissement à haute température se traduit microstructuralement par une évolution des solutés et des carbures (notamment de leur nature et de leur composition chimique), ainsi que par la restauration des dislocations de la bainite. Si quelques études se sont intéressées à l'évolution de la précipitation au cours du vieillissement, les résultats concernant l'évolution associée des structures de dislocations sont très rares.

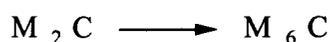
II.2.1. Nature des carbures

Toutes les études concluent que les séquences de précipitation sont différentes entre la ferrite et la bainite puisqu'elles sont liées aux mécanismes mis en jeu lors de la formation des constituants.

Ferrite

Globalement, deux séquences différentes sont classiquement observées, toujours accompagnées d'une forte diminution de molybdène en solution solide.

La première séquence est mise en évidence par Baker et Nutting [4] et concerne la transformation «in situ» des carbures M_2C en carbures M_6C :

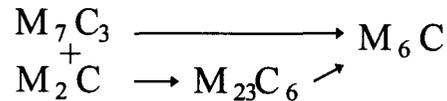


Si les études divergent sur les durées et les températures de revenu nécessaires à cette transformation, beaucoup confirment cette séquence de précipitation [25].

D'autres études concluent sur la persistance et l'allongement des aiguilles de M_2C [9, 27, 28]. Certains expliquent la stabilité de ces précipités par la diffusion retardée du molybdène et de chrome due à la formation d'amas Mo-C-Mo et Cr-C-Cr en solution solide [9]. Ces évolutions s'accompagnent de la formation de gros carbures M_6C aux joints de grains.

Bainite

Le schéma classique de l'évolution des carbures dans la bainite met en évidence la stabilité des carbures de M_6C [4] :



Les données sur la cinétique d'évolution des différents carbures sont néanmoins variées. Les séquences de précipitation proposées diffèrent alors souvent par la nature des carbures présents pour de très longs vieillissements (en plus des M_6C). Certains observent la dissolution très rapide des M_7C_3 [26], alors que d'autres montrent leur stabilité pour de très longs vieillissements [29]. D'autres études concluent également que les carbures de $M_{23}C_6$ sont stables au même titre que les M_6C [30, 31].

Les observations concernant l'évolution de la précipitation au cours du vieillissement dans la ferrite et la bainite peuvent être résumées comme suit :

- **Les fins carbures aciculaires de M_2C riches en molybdène (en forme de bâtonnets, d'aiguilles ou de plaquettes) formés lors de la trempe et dès le début du revenu dans la ferrite, ont tendance à s'allonger au cours du vieillissement. Dans des conditions particulières de forte température (>600°C) et de temps de maintien importants, ces fins carbures M_2C peuvent disparaître au profit de gros carbures riches en molybdène de type M_6C .**
- **Les résultats s'accordent à conclure que le vieillissement dans la phase bainitique provoque la formation de carbures plus grossiers, et globalement plus riches en éléments d'alliage, de type M_7C_3 , $M_{23}C_6$ et M_6C .**

Les différents résultats concernant la nature et surtout les conditions (temps et température) de formation des précipités ne sont pas seulement liés à la difficulté de caractériser les carbures. Elles peuvent également être attribuées à des facteurs microstructuraux comme la teneur en carbone ou la fraction volumique ferrite-bainite de l'acier étudié.

La diminution de la teneur en éléments d'alliage en solution solide et la précipitation de carbures grossiers et peu cohérents lors de revenus prolongés conduisent progressivement à un adoucissement important de l'acier. Parameswaran et al [26] résument l'évolution de la dureté en fonction du temps de revenu sur la Figure 3.

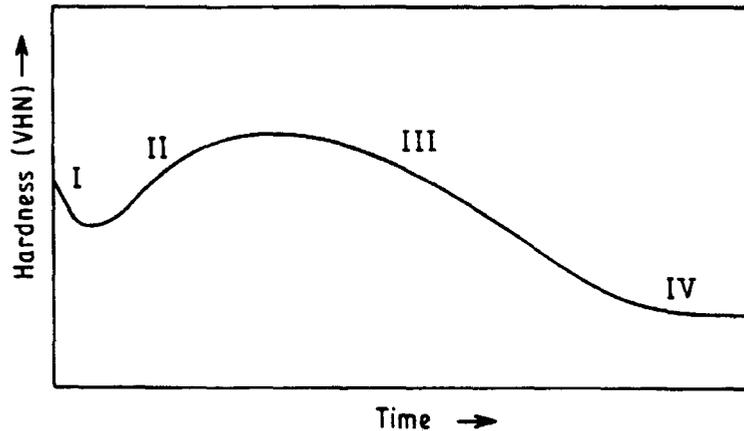


Figure 3 : Représentation schématique de l'influence des différents stades de revenu sur la dureté du 10CD910 [26].

Le premier stade d'adoucissement (I) correspond à la dissolution rapide de la cémentite, le deuxième stade (II) témoigne du durcissement par amas d'atome Mo-C en solution solide et par fins carbures de M_2C , l'adoucissement progressif du troisième stade (III) correspond à la précipitation des carbures de M_7C_3 et $M_{23}C_6$ pour atteindre un stade de saturation (IV) très faible correspondant à la formation des carbures très stables de M_6C .

II.2.2. Structures de dislocations

Les structures de dislocations ont été peu étudiées dans les aciers 10CD910 après vieillissement thermique.

Une seule étude fait état d'une très légère augmentation de la densité de dislocations (dans les zones où la morphologie des carbures de M_2C évolue) [9]. Ces dislocations tendent à s'arranger en parois de sous-grains. Cette remarque ne fait pas l'objet d'une étude systématique.

L'évolution des structures de dislocations au cours du vieillissement doit se répercuter, au même titre que l'évolution des carbures, sur la réponse du matériau lors de sollicitations mécaniques. Il paraît donc essentiel de s'intéresser à l'évolution des structures de dislocations pour mieux comprendre l'influence du vieillissement sur le comportement mécanique des aciers du type 10CD910 (cf ch3§II.1).

II.3. Influence de la teneur en carbone

Les normes françaises concernant les produits sidérurgiques et pièces forgées pour utilisation à chaud (A36-206 et A36-602), (tout comme la norme américaine (ASME 1331.8)) permettent une très large variation de la teneur en carbone, limitée à 0,15% sur coulée pour les normes françaises et comprise entre 0,07% et 0,15% pour la norme américaine. Ces fortes variations de teneur en carbone expliquent les différences notables de microstructure qui peuvent être observées pour des aciers 10CD910 ayant subi la même histoire thermique.

II.3.1. Nature des constituants

La teneur en carbone joue un rôle important sur la forme du diagramme de transformation en refroidissement continu [32]. La transformation ferrito-perlitique est d'autant retardée que la teneur en carbone est importante. L'augmentation de la teneur de carbone favorise (à vitesses de trempe égales) la formation de bainite ce qui confère au matériau une plus grande densité de carbures et une dureté plus importante. Pour le même traitement thermique de recuit, une diminution de 30% à 18% de la fraction volumique de bainite est observée entre le matériau à 0,11% de carbone et celui à 0,06% de carbone [26].

II.3.2. Nature des carbures

Les études s'accordent à conclure que la précipitation des carbures au cours du revenu est retardée quand la teneur en carbone augmente [26, 29]. L'augmentation de la teneur en carbone de 0,02% à 0,06% puis 0,09% modifie la nature des carbures : de M_6C à un mélange de $M_{23}C_6$ et de M_6C puis à des carbures de M_7C_3 et de M_6C . Les compositions chimiques des carbures de chrome (M_7C_3 et $M_{23}C_6$) ne semblent pas dépendre de la teneur de carbone contrairement à celles des carbures de molybdène (M_2C et M_6C) dont la teneur en molybdène augmente quand la teneur en carbone de l'acier diminue [29].

L'affinité du carbone avec les éléments d'alliage comme le molybdène et le chrome permet la précipitation d'un grand nombre de carbures et favorise également le durcissement par solution solide lié aux paires carbone-élément d'alliage en solution solide.

L'augmentation de la teneur en carbone a tendance à favoriser la formation de bainite lors de la trempe et à retarder l'évolution des carbures au cours du revenu.

Le carbone a donc globalement tendance à durcir le matériau et à lui conférer une bonne stabilité à haute température [26, 29].

III.COMPORTEMENT MECANIQUE DU 10CD910

Nous avons choisi de décrire dans un premier temps les comportements mécaniques typiques du 10CD910 en insistant particulièrement sur le comportement en fatigue (notamment sur l'influence des paramètres d'essais) qui est le coeur de notre étude. Nous avons par la suite caractérisé l'influence des paramètres microstructuraux sur le comportement mécanique de l'acier.

III.1.Sollicitation monotone

III.1.1.Traction

Différents travaux [1, 33, 34, 35] montrent que la résistance du matériau dépend fortement de la température (Figure 4). L'augmentation de la température conduit à la diminution des propriétés de traction de l'acier 10CD910, dans le domaine des basses températures. Aux températures intermédiaires apparaît le phénomène de vieillissement dynamique qui augmente considérablement la résistance à la traction du matériau. A plus haute température, les contraintes diminuent fortement contrairement à la ductilité qui augmente.

Le phénomène de vieillissement dynamique, imputé principalement au processus de durcissement par paires carbone-élément d'alliage en solution solide [1, 7], confère au 10CD910 (en plus du durcissement par précipités) une bonne résistance mécanique à chaud.

III.1.2.Fluage

Du fait de ses bonnes propriétés mécaniques en traction à chaud, beaucoup d'études ont été menées sur la résistance au fluage du 10CD910.

Le bon comportement du 10CD910 en fluage (par rapport aux aciers au carbone sans éléments d'alliage) est à nouveau attribué à l'affinité du carbone pour interagir avec le molybdène et le chrome (sous forme d'amas en solution solide ou de carbures alliés) [36, 37].

Certains imputent essentiellement la bonne résistance des aciers 10CD910 en fluage au phénomène de durcissement par solution solide [1, 8, 9]. Mais la majorité s'accorde à conclure sur le rôle essentiel des précipités aciculaires de M_2C [4, 38, 39, 40]. Stevens and Flewitt [41] ont conforté cette hypothèse en montrant que l'ajout du phosphore (qui favorise la dissolution des carbures de M_2C au profit des M_6C) conduit à la diminution de la résistance au fluage du 10CD910.

La résistance au fluage des aciers au Cr-Mo (notamment du 10CD910), est due essentiellement au durcissement par solution solide (C, Cr, Mo) de la matrice ferritique et au durcissement par précipitation intragranulaire. Bien que la précipitation soit très variée, les carbures responsables de la résistance au fluage du 10CD910 sont principalement les carbures aciculaires M_2C finement dispersés.

III.2.Sollicitation cyclique

Les données de la littérature concernant le comportement du 10CD910 en fatigue oligocyclique à haute température décrivent un comportement de durcissement-adoucissement cyclique que le matériau soit recuit ou normalisé-revenu [9, 42, 43, 44]. Une augmentation légère (ou un niveau constant) de la contrainte dans le tout premier stade de fatigue (0,5% de durée de vie) puis une diminution légère et progressive jusqu'à la rupture finale sont généralement observées. Ce comportement d'adoucissement cyclique est d'autant plus prononcé que la température est élevée, que l'amplitude de déformation imposée est importante [33, 37, 42, 45] et que la vitesse de déformation est faible [37]. La durée de vie en fatigue oligocyclique est affectée de la même manière que le taux de l'adoucissement cyclique. Elle est d'autant plus réduite que l'amplitude de déformation imposée est importante [37, 42, 46], que la température est élevée [9, 37, 42, 47] et que la vitesse de déformation est faible [37, 45, 46].

III.2.1.Acier ferritique

Jones et Van den Avyle [9] appliquent la théorie de Baird et Jamieson [7] pour expliquer le comportement de durcissement-adoucissement qu'ils observent dans l'acier ferritique. Ils proposent que la phase de durcissement est due au freinage des dislocations vis et coin, qui se multiplient en début de cyclage, par interaction avec les paires de Mo-C. L'adoucissement est ensuite attribué à la disparition de ces paires qui évoluent en amas de Mo-C-Mo (moins efficaces pour bloquer les dislocations). Ils observent pour des très longs temps de cyclage un phénomène de durcissement secondaire qu'ils attribuent à la précipitation de carbures de M_2C .

III.2.2.Acier bainitique

L'adoucissement des 10CD910 bainitiques correspond, selon Polak et al [43, 45], à la diminution des contraintes interne et effective. Ils corréleront la diminution de la contrainte interne avec l'arrangement des dislocations en parois de cellules et expliquent la baisse de la contrainte effective par la diminution du durcissement par solution solide. La contrainte effective reste néanmoins assez élevée ce qui confère au matériau sa bonne résistance en fatigue oligocyclique à chaud.

III.2.3.Influence de la vitesse de déformation

Les deux travaux sur le sujet [33, 45] montrent que la diminution de la vitesse de déformation engendre la diminution de la durée de vie en fatigue oligocyclique (notamment pour des températures autour de 500°C).

Polak et al [45] associent, dans le cas d'un acier essentiellement bainitique, la fréquence du cyclage (ν) au nombre de cycles à rupture par une relation du type :

$$N_f = N_{f_0} \left(\frac{\nu}{\nu_0} \right)^{(\alpha)}$$

où N_{f_0} est le nombre de cycles à rupture correspondant à la fréquence de référence ν_0 , et α une constante dont la valeur augmente très faiblement lors de la diminution de l'amplitude de déformation plastique. Ils attribuent cet effet à une composante de déformation par fluage, ce que d'autres attribuent à l'interaction avec l'environnement.

III.2.4. Influence de la température

Acier ferritique

L'évolution de la contrainte à saturation avec la température est confuse pour les aciers ferritiques [42], notamment pour la gamme de température comprise entre 316°C et 482°C pour laquelle apparaît le phénomène de vieillissement dynamique.

Acier bainitique

La tendance est plus marquée dans le cas d'aciers bainitiques : l'augmentation de la température diminue la résistance en fatigue [48] et conduit à un adoucissement très prononcé lors du cyclage [43, 45]. La dépendance de la contrainte macroscopique en fonction de la température est liée à celle de la contrainte interne qui présente un maximum pour une température comprise entre 350°C et 450°C (phénomène de vieillissement dynamique). Comme la contrainte effective diminue très faiblement quand la température augmente, le matériau conserve une bonne résistance à la fatigue à chaud. Ce serait le résultat du durcissement par interaction entre les dislocations mobiles et les paires de Mo-C en solution solide (selon le schéma proposé par Baird et Jamieson [7]).

L'acier 10CD910 conserve globalement de bonnes propriétés de fatigue à haute température, ce qui est un atout pour son utilisation sous chargement cyclique à chaud.

III.2.5. Influence de l'interaction Fatigue / Fluage

En service, les composants peuvent être sollicités mécaniquement à la fois en fatigue et en fluage dans un milieu oxydant (vapeur d'eau). Sans chargement mécanique particulier, ces matériaux peuvent subir d'importantes fluctuations thermiques et donc un dommage de fatigue-relaxation-oxydation. Actuellement, ce type d'endommagement paraît être de première importance, c'est la raison pour laquelle il fait l'objet d'un grand nombre d'études.

En général, les études sur l'interaction fatigue/fluage consistent à introduire un temps de maintien dans le cycle de déformation imposée (uniquement en traction ou en compression ou bien symétriquement en traction et en compression). Les essais sont souvent effectués sous air

donc dans un milieu oxydant. Toutes les études s'accordent à conclure que ce maintien diminue les contraintes à saturation et réduit la durée de vie [33, 37, 43, 45, 47, 49, 50, 51, 52, 53, 54] d'autant plus que :

- le temps de maintien est long,
- la température de maintien est élevée,
- l'amplitude de déformation est faible,
- le temps de maintien est asymétrique.

Les conclusions des études comparant les effets de l'introduction d'un temps de maintien en compression ou en traction sont variées. La plupart des études montre que les temps de maintien en compression sont plus néfastes que ceux en traction [46, 47, 55, 56], mais certains concluent l'inverse [50, 51].

Deux raisons principales se dégagent pour expliquer l'interaction néfaste de la fatigue, du fluage et de l'environnement :

- la déconsolidation de la matrice ferritique,
- l'oxydation.

En appliquant la théorie de durcissement par solution solide, Challenger et al [47] concluent que les temps de maintien en fatigue peuvent épuiser (par précipitation) les paires de Mo-C de telle façon qu'elles ne soient pas disponibles longtemps pour exercer une force de freinage sur les dislocations et diminuent ainsi la résistance à la fatigue du matériau. Cette réduction de durée de vie est attribuée au cumul de déformation plastique pendant les temps de maintien [33].

L'oxydation joue un rôle aussi bien en traction qu'en compression. Les oxydes formés durant les maintiens en compression, se fissurent lors du cyclage et deviennent ainsi des sites d'amorçage de fissures par fatigue [47, 56, 53]. Le temps de maintien en traction aurait tendance à favoriser la pénétration de l'oxygène dans les microfissures et donc à accélérer les processus d'endommagement par fatigue [50, 51]. Ceci est contraire aux résultats de fatigue propagation qui concluent que la vitesse de fissuration est identique, que le temps de maintien soit imposé en traction ou en compression [57].

L'interaction fatigue/fluage a une incidence néfaste pour la résistance et la durée de vie en fatigue oligocyclique à haute température du 10CD910. Les mécanismes responsables de la synergie entre la fatigue, le fluage et l'environnement sont compliqués et difficiles à mettre en évidence, ce qui explique la divergence des résultats obtenus et des théories développées. La majorité des études proposent un processus de déconsolidation de la matrice ferritique associé à un phénomène d'oxydation, ce qui diminue considérablement la durée de vie du matériau.

III.3. Influence de la fraction volumique ferrite-bainite

Le principal paramètre microstructural qui différencie les aciers 10CD910 est leur fraction volumique de constituants ferrite et bainite. Elle influence fortement le comportement mécanique de l'acier.

III.3.1. Sur la traction

Différents travaux [1, 35, 58] montrent que la bainite a de meilleures propriétés en traction que la ferrite (Figure 4). Klueh [1] attribue cette tendance, plus à l'effet de la précipitation, qu'à la proportion de chaque phase, dépendants tous deux de la vitesse de trempe. (Une trempe rapide ne permet pas la formation de nombreux carbures dans la ferrite et favorise ainsi le durcissement par solution solide.)

Certains observent, dans le cas des aciers bainitiques, un pic de vieillissement dynamique moins important et à des températures plus faibles que pour les aciers ferritiques. Ce phénomène est attribué à l'épuisement de la matrice en éléments d'alliage, lié à la précipitation rapide et abondante dans les grains de bainite [1].

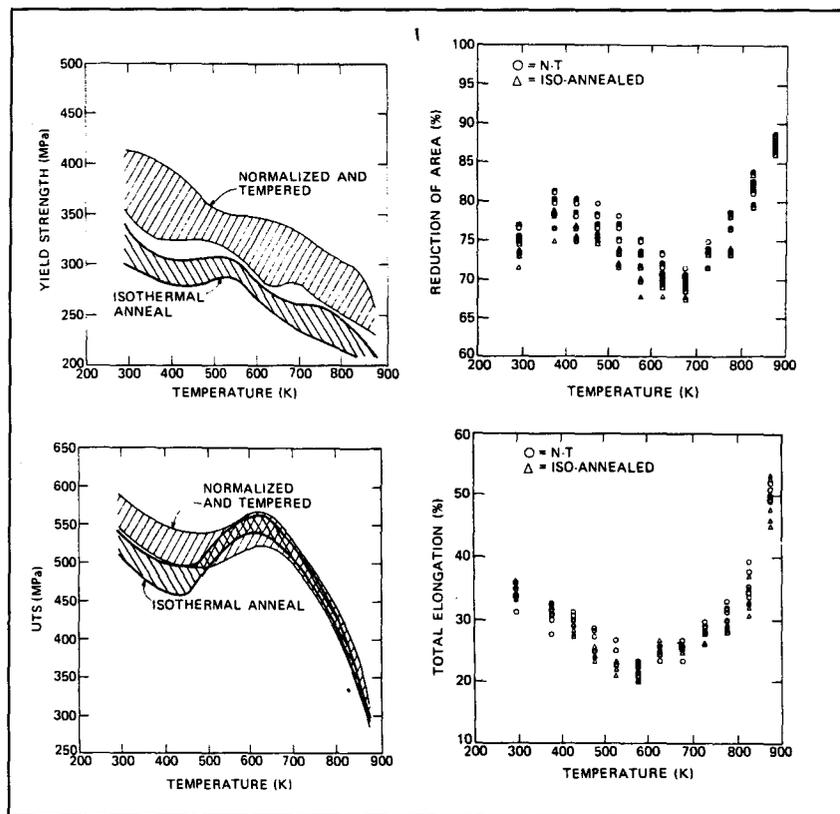


Figure 4 : Comparaison entre les propriétés de traction à différentes températures pour les 10CD910 recuits (essentiellement ferritiques) et normalisés-revenus (essentiellement bainitiques) [35].

III.3.2. Sur le fluage

Toutes les études [35, 39, 40, 59] s'accordent à conclure que les aciers 10CD910 essentiellement ferritiques ont une meilleure tenue au fluage que les matériaux majoritairement bainitiques. Cette tendance est accrue pour les températures élevées et les faibles niveaux de déformations (Figure 5). Ceci s'explique, non seulement par l'appauvrissement rapide de la solution solide en éléments d'alliage dans la bainite (qui diminue le durcissement de solution solide), mais également par l'instabilité des fins carbures dans la bainite au cours du vieillissement (qui diminue le durcissement par précipités).

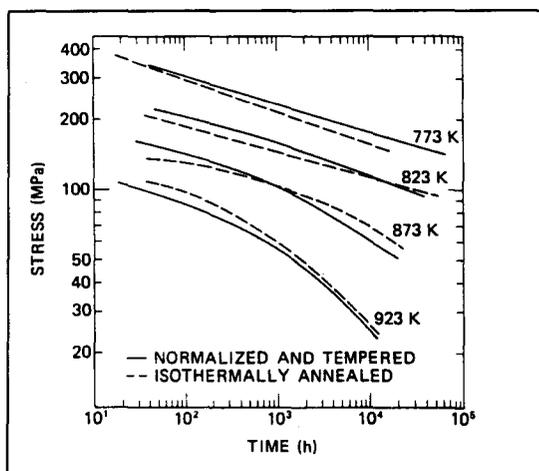


Figure 5 : Comparaison entre les propriétés de fluage à différentes températures pour les 10CD910 recuits (essentiellement ferritiques) et les 10CD910 normalisés-revenus (essentiellement bainitiques) [35].

III.3.3. Sur la fatigue oligocyclique

Différentes données [4, 42, 44, 45] permettent de conclure que l'adoucissement observé après les premiers cycles est d'autant plus important que la teneur en bainite est élevée. Yoshida [44] attribue le durcissement des premiers cycles à la ferrite et l'adoucissement suivant à la bainite qui finit par imposer sa tendance au matériau. Ces résultats mettent en évidence le rôle important des deux constituants ferrite et bainite dans l'accommodation de la plasticité cyclique.

Il est donc intéressant de définir une bonne valeur de la fraction volumique bainite-ferrite pour allier la très bonne résistance mécanique de la bainite à haute température à la bonne ductilité et la bonne stabilité de la ferrite à haute température. Une structure majoritairement bainitique est préférable pour des chargements mécaniques sous forte contrainte alors qu'une structure plutôt ferritique est préférable pour de longs temps de service.

III.4. Influence du vieillissement

Les bonnes propriétés mécaniques de l'acier sont susceptibles d'évoluer lors du maintien en service car, comme nous l'avons vu précédemment, le vieillissement induit de fortes évolutions microstructurales. Ces dernières peuvent avoir des répercussions importantes sur la résistance en fatigue du 10CD910 qu'il est nécessaire d'étudier.

III.4.1. Sur la traction

Les propriétés de traction sont très affectées par le vieillissement thermique [60, 61, 62, 63, 64]. L'acier vieilli possède une limite d'élasticité et une charge à rupture plus faible que le matériau «non vieilli». L'influence du vieillissement est variable sur la ductilité du 10CD910. L'effet globalement néfaste du vieillissement est attribué au grossissement des carbures et à l'appauvrissement de la matrice en éléments d'alliage qui diminuent respectivement les phénomènes de durcissement par fins précipités et par amas en solution solide.

III.4.2. Sur le fluage

Une pré-exposition de 60h à 538°C diminue la durée de vie en fluage du 10CD910 [60]. Ce résultat s'explique à nouveau par la dégradation de la microstructure liée au vieillissement. Les propriétés de fluage de l'acier sont donc également très sensibles au vieillissement thermique.

III.4.3. Sur la fatigue oligocyclique

De très longs vieillissements (supérieurs à 100 000h) conduisent à une diminution des niveaux de contraintes atteints et à une très légère perte de durée de vie sur des aciers au Cr-Mo-V [65]. Le vieillissement semble donc affecter en moindre mesure la résistance du 10CD910 sous sollicitation cyclique que sous sollicitation monotone.

Comme nous l'avons vu précédemment, la résistance mécanique du matériau a souvent été attribuée au durcissement par amas d'atomes Mo-C en solution solide et au durcissement par précipitation, notamment grâce aux fines plaquettes de M_2C . Le vieillissement conduit dans la ferrite à la germination de nouveaux M_2C , et éventuellement à la transformation de carbures M_2C en M_6C , par appauvrissement de la solution solide en molybdène. Il provoque également la germination et la coalescence de gros carbures dans la bainite en appauvrissant la solution solide en éléments d'alliage. Par conséquent, le vieillissement dégrade les facteurs responsables des bonnes propriétés mécaniques de ce matériau. Il est néfaste pour les comportements du 10CD910 en traction, en fluage et, éventuellement dans une moindre mesure, en fatigue. La résistance du matériau est néanmoins assurée par la présence de nombreux carbures (M_6C et éventuellement $M_{23}C_6$ ou M_7C_3) dans la bainite et grâce à la persistance éventuelle de petits carbures de M_2C dans la ferrite.

III.5. Influence de la teneur en carbone

Comme nous l'avons vu auparavant, la teneur en carbone favorise, pour le même traitement thermique, la formation de bainite lors de la trempe mais retarde également la formation des gros carbures au cours du revenu. Ces modifications microstructurales ont un impact important sur la réponse mécanique du matériau.

III.5.1. Sur la traction

Baird et Jamieson [7] ont montré que l'apport de 0,01% de carbone dans un acier Fe-1%Mo n'a pas d'effet à température ambiante mais accroît considérablement sa limite d'élasticité et sa contrainte à rupture à haute température. C'est le point de départ de leur théorie de l'interaction sur le durcissement par paires de Mo-C en solution solide. Plus la teneur en carbone est faible, plus le matériau est mou lors du revenu du fait de la diminution des amas de Mo-C en solution et des carbures [26, 29].

III.5.2. Sur le fluage

La diminution des propriétés en traction à haute température due à la diminution de la teneur en carbone ne s'accompagne pas forcément d'une évolution significative de la résistance au fluage. En effet, seuls Klueh et Canico [66] observent que l'augmentation de 0,053% à 0,11% de la teneur en carbone accroît considérablement la résistance au fluage du matériau. D'autres études [67, 68] ne mettent pas en évidence une influence notable de l'augmentation de la teneur en carbone sur la réponse du matériau sous sollicitation de fluage.

Cette apparente insensibilité de la résistance en fluage au taux de carbone s'explique :

- pour le même traitement thermique initial, par les effets opposés sur la tenue en fluage de l'augmentation de la teneur en bainite et de la stabilité des carbures au cours du vieillissement.
- pour une même proportion de constituant, par l'équilibre entre la forte contribution du durcissement par solution solide pour les aciers à faible teneur de carbone et celle du durcissement par précipitation pour les matériaux à forte teneur de carbone.

III.5.3. Sur la fatigue oligocyclique

Aucun résultat ne concerne l'influence de la teneur en carbone sur la fatigue oligocyclique du 10CD910. Sommer et al [69] ont montré, dans le cas d'un fer α , que la durée de vie en fatigue à chaud est améliorée par l'ajout d'un petit taux de carbone.

Il est classiquement admis que la diminution de la teneur en carbone dans le 10CD910 a un effet néfaste sur son comportement mécanique. Néanmoins beaucoup de débats ont lieu concernant l'amplitude de cet effet et son explication.

III.6.Conclusions

Les processus de durcissement par solution solide et de durcissement par précipités contrôlent le comportement mécanique à haute température des aciers alliés au chrome et au molybdène.

Intrinsèquement, la bainite a une meilleure résistance mécanique que la ferrite. Mais la microstructure (et donc les propriétés mécaniques) de la bainite se dégrade plus par vieillissement thermique que celle de la ferrite. Il est donc intéressant d'établir un bon compromis sur la fraction volumique bainite-ferrite pour allier la très bonne résistance mécanique de la bainite à haute température à la bonne ductilité et la bonne stabilité de la ferrite à haute température. Une structure majoritairement bainitique est préférable pour des chargements mécaniques sous forte contrainte alors qu'une structure plus ferritique est préférable pour de longs temps de service.

La teneur en carbone a une faible influence sur le comportement en fluage de l'acier car il est responsable d'effets qui s'annihilent.

Par contre, le vieillissement thermique nuit fortement à la résistance de l'acier sous sollicitation monotone. Il diminue les facteurs responsables du durcissement par solution solide et par fins carbures.

L'influence de ces paramètres microstructuraux sur le comportement de l'acier en fatigue est peu connue et mérite une investigation précise (cf ch3§II et III).

IV.MECANISMES D'ENDOMMAGEMENT PAR PLASTICITE CYCLIQUE

Les études liées à l'évolution des structures de dislocations dans l'acier de type 10CD910 sont rares, notamment en fatigue oligocyclique. Les mécanismes de déformation plastique proposés sont alors très hypothétiques et incomplets. C'est la raison pour laquelle nous avons commencé par rappeler les connaissances concernant les mécanismes d'endommagement cyclique de tous les matériaux de structure cristallographique cubique centrée (CC) avant de décrire les résultats observés pour l'acier 10CD910.

IV.1.Rappels sur les mécanismes d'endommagement des matériaux de structure cristallographique CC

Classiquement, sous sollicitation cyclique, l'endommagement commence par la formation de structures de dislocations en volume qui induisent des rugosités en surface. Ces rugosités deviennent des sites de concentration de contraintes où peuvent germer des micro-fissures.

IV.1.1.Mécanisme de glissement des dislocations dans les CC

Si le mécanisme de déformation dans les CFC est régi par l'énergie de faute d'empilement du matériau [70, 71, 72], il est fortement dépendant de la température et de la vitesse de déformation (aussi bien en sollicitation monotone [73] que cyclique [69, 74, 75]) dans les CC. La contrainte d'écoulement dans les CC est couramment décrite par la relation suivante :

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

- σ_i est la contrainte interne qui traduit les interactions élastiques à longues distances entre les dislocations. Elle ne dépend que très faiblement de la température (à travers μ , le module de cisaillement) : $\sigma_i = \alpha \mu b (\rho)^{1/2}$.
- σ^* est la contrainte effective qui est nécessaire au mouvement des dislocations et traduit les interactions à courtes distances liées à la force de friction du réseau. Elle dépend donc de la température et de la vitesse de déformation plastique ($\dot{\gamma}_{pl}$) :

$$\sigma^* = \sigma^*(T, \dot{\gamma}_{pl}) .$$

La dépendance de la contrainte avec la température est décrite en Figure 6a et définit un régime «basse température» et un régime «haute température». La température de transition T_0 dépend de la vitesse de déformation. Elle est typiquement de l'ordre de 0,1-0,2 T_f (T_f : température de fusion). Pour le Fer- α , T_0 est proche de la température ambiante à basse vitesse de déformation ($<10^{-5} \text{ s}^{-1}$) mais est bien plus importante à forte vitesse de déformation ($>10^{-4} \text{ s}^{-1}$).

Ce comportement s'explique par le rôle des dislocations vis. Elles possèdent, pour les cristaux CC, dans leur configuration énergétique la plus stable, une structure de coeur étendue ($a/2[111]$) car dissociée dans trois plans $\{110\}$. Les dislocations vis sont donc sessiles à basse température. Leur mouvement nécessite un processus thermiquement activé, favorisé par une

faible vitesse de déformation. On distingue donc deux domaines différents d'accommodation microstructurale :

- un domaine dit «haute température», favorisé par une température élevée et/ou une faible vitesse de déformation. Le comportement du CC ressemble à celui des CFC à énergie de faute d'empilement élevée.
- un domaine dit «basse température», favorisé par une basse température ou une vitesse de déformation élevée.

Ces deux domaines peuvent être influencés par l'ajout d'éléments d'alliage, en particulier le carbone, l'azote et le silicium pour les matrices ferritiques.

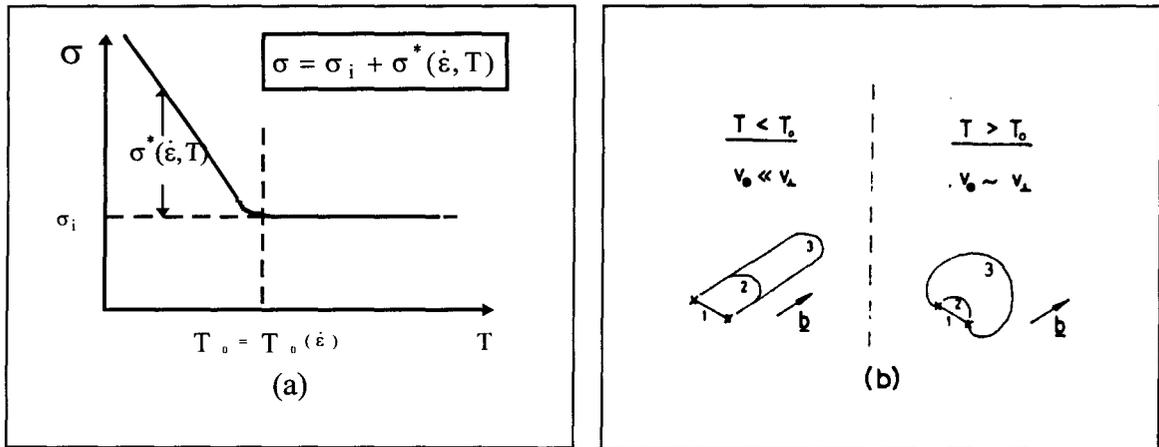


Figure 6 : Schématisation de la dépendance de la contrainte d'écoulement (a) et du mode de glissement d'un segment d'une dislocation (b) avec la température [75].

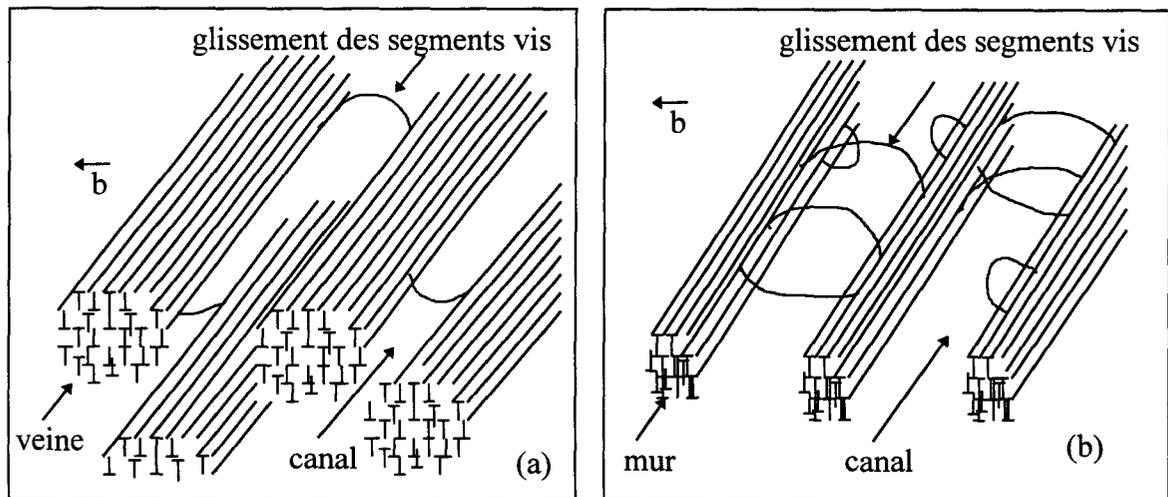


Figure 7 : Schématisation de la structure en matrice (a) et de la structure en bandes persistantes de glissement (b) [76] similaires pour les CFC et les CC dans le domaine «haute température».

IV.1.2. Cas de la fatigue oligocyclique

Domaine «haute température»

Ce domaine de déformation se caractérise par la similitude entre les mobilités des segments vis et coin (Figure 6b).

A faible niveau de sollicitation, l'activation d'un seul système de glissement suffit pour accommoder la déformation. Elle se traduit par la formation d'une structure dipolaire en matrice constituée de canaux (faible densité de dislocations vis mobiles) et de veines (forte densité de dislocations coin primaires) en volume identique [77] (Figure 7a, Figure 8a). La déformation s'effectue par le va-et-vient (réversible) des dislocations vis à l'intérieur des canaux. On est dans un domaine quasiment élastique.

Pour répondre à une sollicitation plus importante, l'arrangement en matrice des dislocations subit une transformation. On assiste à la "condensation" des veines qui se transforment en murs intégrant une très forte densité de dislocations (Figure 8b). Ce sont des bandes persistantes de glissement (BPG) dont la densité est fonction de l'amplitude de déformation. Elles sont constituées de 10% de murs et de 90% de canaux en fraction volumique [78] (Figure 7b). La déformation se localise préférentiellement dans les BPG où de nombreux processus de création-annihilation se produisent aussi bien dans les canaux que dans les murs. L'annihilation des dislocations coin à l'intérieur des murs produit des lacunes et induit le "gonflement de la BPG". L'annihilation des dislocations vis met en jeu le glissement dévié et produit donc un dommage plastique irréversible conduisant à la création d'un micro-relief en surface. Si l'activation d'un second système de glissement est nécessaire, la structure en échelle des BPG fait alors place à une structure en labyrinthe [78, 79] (Figure 8c).

Quand le niveau de sollicitation devient très élevé, le matériau développe plusieurs systèmes de glissement pour accommoder la déformation. Le glissement multiple conduit alors à la formation de cellules de dislocations [80] (Figure 8d). L'accommodation de la déformation par les cellules consiste au glissement des dislocations d'une paroi à l'autre, qui agissent alors comme source et puits de dislocations.

L'amorçage des micro-fissures dans le domaine «haute température» est généralement transgranulaire. Il est le résultat des évolutions des structures de dislocations qui modifient la topographie de surface. Ceci est largement décrit et modélisé pour les structures développant des BPG [69, 74].

Domaine «basse température»

La mobilité des dislocations coin est bien supérieure à celle des vis à basse température et contrôle la formation des microstructures.

A bas niveau de sollicitation cyclique, l'accommodation de la déformation se fait par le glissement des dislocations coin et aboutit à la formation de boucles de dislocations très allongées dans la direction vis [81] (Figure 6b, Figure 9a). Ce mécanisme ne permet pas l'accommodation d'une plasticité importante. Dans ce cas, les dislocations vis sont alors sollicitées et répondent différemment en fonction de leurs plans de dissociation. Ce glissement asymétrique engendre la formation de cellules de dislocations du point de vue microscopique

(Figure 9b) ainsi que l'asymétrie de la contrainte entre la traction et la compression et le changement de forme du cristal du point de vue macroscopique [74]. Le principe du mécanisme de déformation des cellules est identique dans les deux domaines de température. Les études sur le fer α ont montré une tendance vers la densification des parois au cours du cyclage ainsi qu'une augmentation de la désorientation des cellules, celle-ci restant néanmoins toujours très faibles (inférieures à quelques degrés) [74].

Des effets d'incompatibilité de déformation au niveau des joints liés au changement de forme des grains sont à l'origine d'amorçage intergranulaire dans le domaine «basse température» [69, 82, 83, 84].

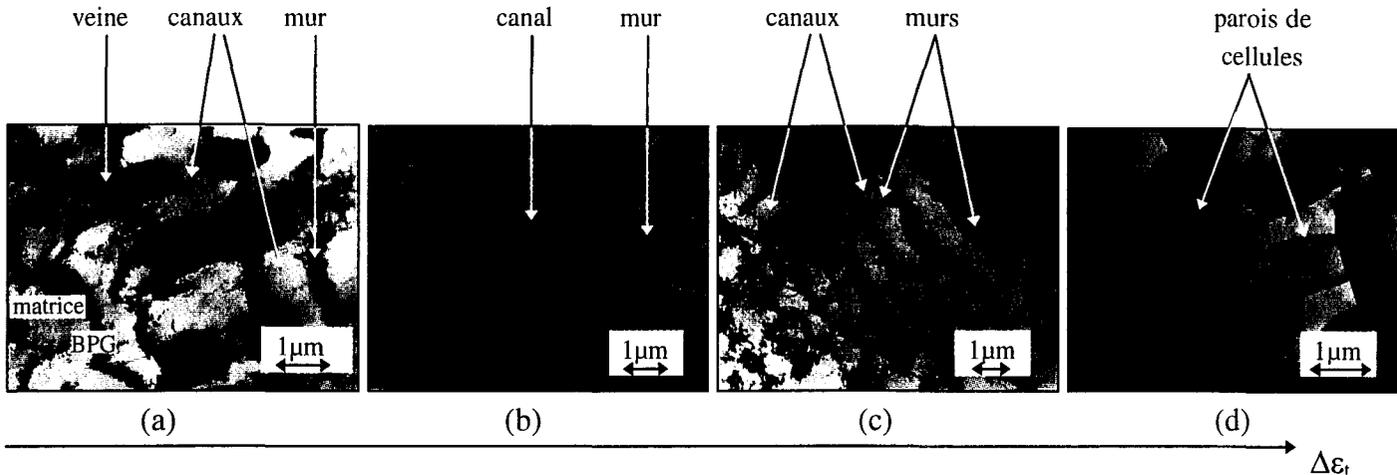


Figure 8 : Schématisation de l'évolution des microstructures de fatigue oligocyclique à haute température en fonction du niveau de déformation imposé dans un matériau CC : structure en matrice et bandes persistantes de glissement (a), murs (b), labyrinthes (c), cellules (d).

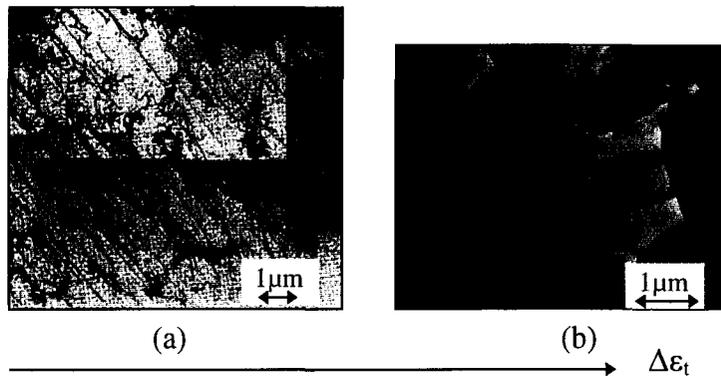


Figure 9 : Schématisation de l'évolution des microstructures de fatigue oligocyclique à basse température en fonction du niveau de déformation imposé dans un matériau CC : boucles allongées et débris de dislocations (a) [85], cellules (b).

IV.2. Généralisation aux polycristaux

Le mécanisme de déformation monotone ou cyclique des polycristaux est dicté, comme dans le cas des monocristaux, par la dépendance de la contrainte d'écoulement vis-à-vis de la température (due au glissement difficile des dislocations vis à basse température) [69, 82, 86]. D'une manière générale, l'orientation cristallographique aléatoire des grains sollicités confine le glissement simple très localement et engendre l'activation de plusieurs systèmes de glissement.

De nombreuses études sur le fer α polycristallin ont montré que la formation des BPG est très réduite contrairement à celle de cellules de dislocations qui est favorisée dans le cas de polycristaux [78, 82].

La présence d'atomes de carbone interstitiels [69, 75, 80] et d'impuretés substitutionnelles en solution solide [77], comme le silicium [87], a tendance à favoriser :

- un comportement de type CFC si la matrice est dans le régime «basse température»,
- un comportement de type «basse température» si la matrice est dans le régime «haute température».

IV.3.Cas du 10CD910

De très rares études concernant le mécanisme d'endommagement microstructural associé à la fatigue ont été menées sur les aciers Fe-C faiblement alliés au Cr-Mo. Toutes ont abordé la question pour des 10CD910 non vieillis. La difficulté d'observer et de caractériser les structures de dislocations dans un matériau si complexe a limité considérablement les études de son mécanisme de déformation plastique cyclique. Quelques travaux décrivent néanmoins des structures de dislocations liées au dommage de fatigue dans la ferrite et dans la bainite d'aciers 10CD910.

IV.3.1.Ferrite

Les quelques études microstructurales, effectuées par microscopie électronique en transmission, concluent que la fatigue conduit à l'augmentation de la densité de dislocations [9, 53, 54]. Ces dislocations apparaissent parfois sous forme de boucles [53, 54] et sous forme de sous-joints quand elles ne sont pas enchevêtrées sur des carbures M_2C . Les observations menées au cours du cyclage [44] montrent qu'à faible amplitude de déformation totale, les dislocations commencent par s'organiser en murs, d'abord dans quelques grains, puis dans tous les grains de ferrite pour former des cellules en fin de vie. Les cellules apparaissent dès les premiers cycles pour les forts niveaux de déformation.

IV.3.2.Bainite

La bainite a fait l'objet d'une investigation moins importante que la ferrite car elle contient une forte densité de dislocations et de carbures avant cyclage [44]. Deux travaux [43, 52] concluent sur la présence de cellules de dislocations après déformation cyclique à haute température. Selon Polak, la taille des cellules est très hétérogène mais semble augmenter quand le niveau de déformation appliquée décroît et quand la température croît. La formation des cellules coïnciderait avec le début de l'adoucissement (relativement important) durant l'essai de fatigue.

Le manque d'information concernant les évolutions microstructurales associées à l'endommagement de plasticité cyclique rend les théories concernant les processus développés très imprécises. Toutes les études qui ont abordé le sujet s'accordent à conclure que les mécanismes mis en jeu sont complexes et nécessitent une caractérisation très précise de chacun des constituants pour être complète (cf ch2§III).

V. ESTIMATION DU DOMMAGE DE PLASTICITE

Comme nous l'avons vu précédemment, le vieillissement en service des composants en 10CD910 s'accompagne d'une évolution significative et bien identifiée de leur précipitation. C'est la raison pour laquelle, bon nombre de tentatives d'évaluation de durée de vie en fluage se sont basées sur l'analyse des carbures. Bien plus rares sont les études qui se sont intéressées à la caractérisation précise des structures de dislocations. Toutes ces études se sont heurtées aux difficultés suivantes :

- d'abord mettre en évidence un (ou plusieurs) paramètre microstructural caractéristique du niveau d'endommagement (ou de vieillissement),
- ensuite trouver une méthode quantitative fiable pour mesurer ce paramètre.

V.1. Caractérisation du fluage

V.1.1.A partir de l'état de précipitation

La coalescence des carbures au cours du fluage s'accompagne de l'augmentation de la distance interparticulaire [88, 89].

L'EPR1 [90] a proposé un modèle permettant de quantifier le degré de vieillissement et d'estimer une durée de vie résiduelle de composants en acier de type 1Cr-1/2Mo à partir de la distance entre les précipités. Ils montrent que la distance interparticulaire (λ_c) se met sous la forme : $\lambda_c^3 = \lambda_0^3 + C_0 \exp(\beta T)t$, où λ_0 est la distance interparticulaire à l'état initial, et C_0 et β sont des constantes du matériau.

Le modèle considère que la contrainte interne (σ_i) est de la forme : $\sigma_i = \alpha' \mu / \lambda_c$, où μ est le module de cisaillement, b le vecteur de Burgers, α' une constante du matériau. La contrainte interne diminue au cours du vieillissement [43, 45].

Enfin, en utilisant pour le fluage secondaire une loi de Norton, appliquée à un matériau renforcé par précipitation, ils obtiennent la vitesse de déformation en fluage du matériau directement à partir de la mesure de l'espacement entre précipités : $\dot{\epsilon} = B_2 (\sigma - \sigma_i)^{n_2}$.

Beaucoup d'études [88, 91, 92] se sont intéressées à l'augmentation de la densité des carbures de M_6C en fonction de la température et du temps de vieillissement. Mais l'échelle de résultats est trop large pour permettre une application quantitative. D'autres ont appliqué une technique électrochimique pour détecter la coalescence des carbures de M_6C [93]. Ils corrèlent la valeur du pic de densité de courant, obtenu par polarisation anodique, avec le paramètre de Larson Miller pour estimer la durée de vie résiduelle en service.

V.1.2.A partir des structures de dislocations

Quelques travaux se sont intéressés à la caractérisation des structures de dislocations obtenues lors du fluage. Des corrélations ont été établies notamment entre la proportion des grains de ferrite présentant des «sous-grains» et la fraction de durée de vie en fluage [94].

La désorientation des lattes de ferrite a également été étudiée [95], par des mesures de distorsions des grains, puis corrélée à la déformation de fluage à différentes températures.

Toutefois, la méthode utilisée ne rend pas compte de la désorientation réelle entre les grains. Cependant, ce paramètre «distorsion» permet de suivre les évolutions de la contrainte, du temps ou de la température de fluage. Il est utilisé pour estimer la durée de vie résiduelle des composants mais sa fiabilité n'a pas encore été prouvée.

V.2.Caractérisation de la fatigue

V.2.1.A partir de l'état de précipitation

Aucune évolution de la précipitation n'a été réellement montrée au cours d'essais de fatigue. Seule l'évolution des structures de dislocations a été observée. La mise en évidence de paramètres quantitatifs simples permettant de caractériser les structures de dislocations est particulièrement difficile.

V.2.2.A partir des structures de dislocations

La nature de l'arrangement des structures de dislocations peut refléter l'amplitude de la sollicitation. Dans la ferrite d'un bainito-ferritique, des murs de dislocations sont observés à faible amplitude alors que des cellules apparaissent à fort niveau de sollicitation [44]. Ces observations n'ont pas été abordées sous un aspect quantitatif.

Dans le cas où seule la structure cellulaire apparaît sous sollicitation cyclique, alors la désorientation angulaire peut être un indicateur du dommage de fatigue. En particulier Nakagawa et Fukuoka [96, 97, 98, 99] ont caractérisé de cette manière le dommage de fatigue oligocyclique à 300°C d'un acier très faiblement allié. Ils montrent que les angles de désorientation entre cellules peuvent varier de 2,2° à 4,5° au cours du cyclage de fatigue. Le concept basé sur les désorientations est concevable, mais les techniques de mesures employées (de rotation bidimensionnelle, basée sur l'analyse de clichés de diffraction de points), sont discutables d'un point de vue cristallographique. Ce n'est pas l'outil permettant de faire une mesure de désorientation correcte.

Compte tenu de l'absence d'évolution dans la précipitation, seules les variations dans les structures de dislocations pourraient fournir un indicateur d'endommagement de fatigue.

V.3.Conclusions

Si quelques résultats ont été obtenus pour le dommage de fluage, aucune technique de caractérisation microstructurale ne permet de déceler les évolutions liées au dommage de fatigue dans les aciers 10CD910. Les raisons proviennent :

- de la microstructure biconstituée et complexe du matériau, notamment de la bainite,
- des faibles évolutions de la densité de dislocations au cours du cyclage,
- de la stabilité des carbures.

La déformation plastique cyclique se traduit par une évolution à l'échelle du paquet de dislocations. Elle a fait l'objet de peu d'investigations et d'aucune quantification en raison de la difficulté d'une telle étude.

VI.CONCLUSIONS

Le 10CD910 se caractérise par une structure biconstituée (généralement ferrite et bainite) très complexe. Le choix de ce matériau pour des utilisations à chaud s'explique par le couplage des propriétés de la bainite et de la ferrite :

- résistance mécanique élevée de la bainite à haute température,
- bonne ductilité et stabilité structurale de la ferrite à haute température.

Si beaucoup de données concernent les comportements mécaniques macroscopiques, peu de mécanismes microstructuraux ont été proposés. Notre étude s'est donc attachée à comprendre dans un premier temps les évolutions microstructurales précises liées au dommage de fatigue oligocyclique pour un 10CD910 classique pour en dégager un paramètre quantitatif du dommage.

REFERENCES.

- 1 : **R. L. Klueh.** *Heat Treatment Effects on the Tensile Properties of Annealed 2.25Cr-1Mo Steel.* Journal of Nuclear Materials, 68, 1977, pp. 294-307.
- 2 : Ref de 13 : **L. J. Habraken, M. Economopoulos.** *Transformation and Hardenability in Steels.* Climax Molybdenum Company, 1967, pp. 69-107.
- 3 : **M. E. Bush, P. M. Kelly.** *Strengthening Mechanisms in Bainitic Steels.* Acta Metall, 19, 1971, pp. 1363-1371.
- 4 : **R. G. Baker, J. Nutting.** *The Tempering of 21/4Cr-1Mo Steel after Quenching and Normalizing.* Journal of the Iron and Steel Institut, 192, 1959, pp. 254-268.
- 5 : Ref 1 de 24 : **F. Wever, W. Koch.** Stahl Eisen, 74, 1954, p.989.
- 6 : Ref 2 de 24 : **F. B. Pickering.** Proceedings of the 4th International Conference on Electromicroscopy, 1958.
- 7 : **J. D. Baird, A. Jamieson.** *High Temperature Tensile Properties of Some Synthesized Iron Alloys Containing Molybdenum And Chromium.* Journal of The Iron and Steel Institute, 1972, pp. 841-846.
- 8 : **R.L. Klueh.** *Interaction Solid Solution Hardening in 2.25Cr-1Mo Steel.* Materials Science and Engineering, 35, 1978, pp. 239-253.
- 9 : **W.B. Jones, J.A. Van Den Avyle.** *Substructure and Strengthening Mechanisms in 2.25Cr-1Mo Steel at Elevated Temperatures.* Metall. Trans., 11A, 1980, pp. 1275-1286.
- 10 : **R.F. Hehemann, K.R. Kinsman, H.I. Aaronson.** *A debate on the Bainite Reaction.* Metall. Trans., 3, 1972, pp. 1077-1094.
- 11 : **H.I. Aaronson, T. Furuhashi, J.M. Rigsbee, W.T. Reynolds, J.M. Howe.** *Crystallographic and Mechanistic Aspects of Growth by Shear and by Diffusional Processes.* Metall. Trans., 21A, 1990, pp. 2369-2409.
- 12 : **B.P.J. Sandvik, C.M. Wayman.** *Characteristics of Lath Martensite: Part I. Crystallographic and Substructural Features.* Metall. Trans., 14A, 1983, pp. 809-822.
- 13 : **H.K.D.H. Badeshia.** *Bainite in Steels.* Ed : The Institute of Materials. Pub : Cambridge University Press, 1992.
- 14 : **H.K.D.H. Badeshia.** *The Lower Bainite Transformation and the Significance of Carbide Precipitation.* Acta. Metall., 28, 1980, pp. 1103-1114.
- 15 : **L. J. Habraken.** 4th International Conference on Electron Microscopy. Vol.1, 1960, p. 621.
- 16 : **R. L. Klueh.** *Bainite in Chromium Molybdenum Steels.* International Conference on Martensitic Transformations, Japan, 1986.
- 17 : **B. Josefsson, H.O. Andrén.** *Microstructure of Granular Bainite.* Journal de Physique, Colloque C6, supplément au n°11, Tome 49, 1988, pp. 293-298.
- 18 : **G. Krauss, S.W. Thomson.** *Ferritic Microstructures in Continuously Cooled Low and Ultralow-carbon Steels.* ISIJ, International, 35 (8), 1995, pp. 937-945.
- 19 : **B.L. Bramfitt, J.G. Speer.** *The Microstructure of Continuously Cooled Bainite.* Transactions of the ISS, 1990, pp.65-73.
- 20 : Ref de 13 : **J.W. Christian, D.V. Edmonds.** *Phase Transformations in Ferrous Alloys,* A.R. Marder, J.I.Goldstein, eds., TMS-AIME, 1984, pp. 293-325.

- 21 : **G. Spanos, H. S. Fang, H.I. Aaronson.** *A Mechanism for the Formation of Lower Bainite.* Metal. Trans., 21A, 1990, pp. 1381-1390.
- 22 : **M. Sarikaya, H. Tokushige, G. Thomas.** International Conference on Martensite Transformations «ICOMAT96». Pub : Japan Inst. of Metals, 1986, pp. 613-618.
- 23 : **S.W. Thompson, D.J. Colvin, G. Krauss.** *Continuous Cooling Transformation and Microstructures in a Low-Carbon, High Strength Low-Alloy Plate Steel.* Metall. Trans., 21A, 1990, pp. 1493-1507.
- 24 : **J. Beech, D. H. Warrington.** *M₇C₃ to M₂₃C₆ transformation in chromium containing alloys.* Journal of The Iron and Steel Institute, 1966. pp. 460-468.
- 25 : **R.L. Klueh, J. M. Leitnaker.** *An Analysis of the Decarburization and Aging Processes in 21/4Cr-1Mo Steel.* Metall. Trans., 6A, 1975, pp. 2089-2093.
- 26 : **P. Parameswaran, M. Vijayalakshmi, P. Shankar, V. S. Raghunathan.** *Influence of Carbon Content on Microstructure and Tempering Behavior of 21/4Cr-1Mo Steel.* Journal of Materials Science, 27, 1992, pp. 5426-5434.
- 27 : Ref 9 de 9 : **K. F. Hale.** *Physical metallurgy of reactor fuel elements.* The Metals Society, 1974, pp. 193-201.
- 28 : **T. Wada.** *Changes in Microstructure and Tensile Strength of Cr-Mo Steels after Long Term Service Exposure.* 8505-052 Metals / Materials Technology Series, ASM, Metal Park, 1985, pp. 91-100.
- 29 : **J. Pilling, N. Ridley.** *Tempering of 2.25PctCr-1PctMo Low Carbon Steels.* Metall. Trans., 13A, 1982, pp. 557-563.
- 30 : **N. Gope, A. Chatterjee, T. Mukherjee, D.S. Sarma.** *Influence of Long-Term Aging and Superimposed Creep Stress on the Microstructure of 2.25Cr1Mo Steel.* Metall. Trans., 24A, 1993, pp. 315-326.
- 31 : **A. Benvenuti, P. Bontempi, S. Corti, N. Ricci.** *Assessment of Material Thermal History in Elevated Temperature Components.* Materials Characterization, 36, 1996, pp. 271-278.
- 32 : **M. Pelletier.** *Etudes des transformations microstructurales développées dans des aciers ferritiques au Cr-Mo à basse teneur en C : Thèse de Doctorat, Orsay, 1981.*
- 33 : **C.R. Brinkman, M.K. Booker, J. P. Strizak, W. R. Corwin.** *Elevated Temperature Fatigue Behavior of 21/4Cr-1Mo Steel.* Transactions of the ASME Journal of Pressure Vessel Technology, 1975, pp. 252-257.
- 34 : *Data Sheets on the Elevated-Temperature Properties of Normalized and Tempered 2.25Cr-1Mo Steel Plates for Pressure Vessels (SCMV 4 NT).* NRIM, 1980.
- 35 : Ref 8 from 59 : **T. Yukitoshi, Y. Yoshikawa.** *High Temperature Properties of Steel Tubing.* Sumitomo Research, 1973.
- 36 : **S. Ahila, S. Ramakrishna Iyer, V.M. Radhakrishnan.** *High temperature stability of 2.25Cr-1Mo steel during creep.* Materials at High Temperatures, 12 (1), 1994, pp. 5-11.
- 37 : *Data Sheets on the Elevated-Temperature, Time-Dependant Low-Cycle Fatigue Properties of SCMV 4 (2.25Cr-1Mo) Steels Plate for Pressure Vessels.* NRIM, Fatigue Data Sheet, 62, 1989, pp. 1-16.
- 38 : **J. H. Woodhead, A. G. Quarell.** *Role of Carbides in Low Alloy Creep Resisting Steels.* Journal of the Iron and Steel Institute, 1965, pp. 605-620.
- 39 : **M.C. Murphy, G.D. Branch.** *Metallurgical Changes in 2.25Cr-1Mo Steel During Creep Rupture Test.* Journal of the Iron and Steel Institute, 209, 1971, pp. 546-561.

- 40 : **T. Yukitoshi, K. Nishida.** *The Effect of Heat Treatment on the Creep Rupture Strength of a Low Carbon 21/4Cr-1Mo Steel.* Transactions, ISIJ, 12, 1972, pp. 283-290.
- 41 : **R. A. Stevens, P. E. J. Flewitt.** *The Effect of Phosphorus on the Microstructure and Creep Properties of 21/4Cr-1Mo Steel.* Acta Metall., 1986, 34, pp. 849-856.
- 42 : **C. E. Jaske, H. Mindlin.** *Elevated Temperature Low-Cycle Fatigue Behavior of 21/4Cr-1Mo and 1Cr-1Mo-1/4V Steels.* Ed : A. O. Schaefer. Pub : The American Society of Mechanical Engineers, 1970, pp. 137-210.
- 43 : **J. Polak, M. Klesnil, J. Helesic.** *Cyclic Stress-Strain Response of 21/4Cr-1Mo Steel at Elevated Temperatures.* Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct., 9 (3), 1986, pp. 185-194.
- 44 : **T. Yoshida, H. Umaki, M. Nakashiro.** *High Temperature Fatigue Life Assessment of 2.25Cr-1Mo Steel by Microstructural Observation.* Creep and fatigue Design and Life Assessment at High Temperature, C494/020, 1996.
- 45 : **J. Polak, J. Helesic, M. Klesnil.** *Effect of Elevated Temperature on The Low Cycle Fatigue of -2.25Cr-1Mo Steel. Part I : Constant Amplitude Straining.* Low Cycle Fatigue, 1985. Pub : ASTM, USA, 1988, pp. 43-57.
- 46 : **C.R. Brinkman, J.P. Strizak, M.K. Booker, C.E. Jaske.** *Time-Dependant Strain-Controlled Fatigue Behavior of Annealed 21/4Cr-1Mo Steel for Use in Nuclear Steam Generator Design.* Journal of Nuclear Materials, 62, 1976, pp. 181-204.
- 47 : **K.D. Challenger, G.A. Miller, C.R. Brinkman.** *An explanation for the effects of hold periods on the Elevated Temperature Fatigue Behavior of 21/4Cr-1Mo Steel.* Journal of Engineering Materials and Technology, 103, 1981, pp. 7-14.
- 48 : **S.J. Sanderson, P. Petrequin, H.C.D. Nieuwland, H.J. Breuer.** *Comparison of low Cycle Fatigue Data of 21/4CrMo Steels.* Nuclear Science and Technology, report EUR 8501EN, 1983, pp.1-29.
- 49 : **C.W. Lawton, W.A. Scheerer.** *Fatigue and Creep Behavior of 21/4Cr1Mo after Long Term Exposure in a Steam Pipe at 1050F.* MPC, 25, pp. 159-172.
- 50 : **B A. Kschinka, JF. Stubbins.** *Effects of Hold Times, Pre-Notching, and Environment on the Elevated Temperature Fatigue Life of Bainitic 2,25Cr-1Mo Steel.* Conference: Properties of High Strength Steels for High Pressure Containments. Pub : American Society of Mechanical Engineers, 1986, pp. 87-91.
- 51 : **R. Sandhya, K. Bhanu Sankara Rao, S. L. Mannan.** *Low Cycle Fatigue and Creep-Fatigue-Environment Interaction of Bainitic 21/4Cr-1Mo Steel.* Transactions of the Indian Institut of Metals, 42, 1989, pp. 217-227.
- 52 : **S. Chi, M. Suzuki, H. Nishi, M. Eto, I. Kim.** *The effect of Hold Time on low Cycle Fatigue Behavior of 21/4Cr-1Mo Steel.* ISIJ International, 32 (4), 1992, pp. 545-552.
- 53 : **K.D. Challenger, P.G. Vining.** *Substructure and Back Stress Changes Resulting from the Cyclic Loading of 21/4Cr-1Mo Steel at 755K.* Materials Science and Engineering, 58, 1983, pp. 257-267.
- 54 : **P. Vining.** *Mechanisms of Elevated Temperature Fatigue Damage in 21/4Cr-1Mo Steel.* Thesis of Naval Postgraduate School, 1981.
- 55 : **Hecht, Rena Lynn.** *Mechanisms Operating During High-Temperature Fatigue with Hold Periods in two Chromium Ferritic Steels.* Dissertation Abstracts International, 53 (11), 1993, p 5919B.
- 56 : **H. Teranishi, A. J. Mc Evily.** *The Effect of Oxidation on Hold Time Fatigue Behavior of 2.25Cr-1Mo Steel.* Metall. Trans., 10A, 1979, pp. 1806-1808.

- 57 : **K.D. Challenger, P.G. Vining.** *The Effects of Hold Period on the Fatigue Crack Growth Rate of 21/4Cr1Mo Steel at Elevated Temperatures.* Journal of Engineering Materials and Technology, 105, 1983, pp. 280-285.
- 58 : **M.L. Holzmann, B. Vlach, J. Man.** *Plastic Deformation and Fracture Behavior of 21/4Cr-1Mo Pressure-Vessel Steel With Bainitic and Bainitic-Ferritic Microstructure.* Acta Tech. CSAV, 33 (1), pp. 37-58.
- 59 : **R. L. Klueh.** *Heat Treatment of 21/4Cr-1Mo Steel for Breeder Reactor Steam Generators.* Nuclear Technology, 57, 1982, pp. 114-124.
- 60 : **A.J. McEvily, J. Bunch.** *Fatigue Behavior of Chromium-Containing Ferritic Steels at Elevated Temperature.* Final Technical Report. University of Connecticut. Pub : IMS (UC/MET--22278-01), 1985.
- 61 : **P.P. Pizzo, G. L. Mandurrigo.** *Age Softening Characteristics of Annealed 2-1/4Cr-1Mo Steel in the Temperature Range 424 to 704°C.* Journal of the Engineering Materials and Technology, 103, 1981, pp. 62-70.
- 62 : **R.L. Klueh.** *Creep of Decarburized and Aged 21/4Cr-1Mo Steel.* Journal of Nuclear Materials, 96, 1981, pp. 187-195.
- 63 : **J.A. Shields, K.J. Longua.** *The Effects of Ten Years Experimental Breeder Reactor II Service on 21/4Cr-1Mo Steel.* Nuclear Technology, 28, 1976, pp. 471-481.
- 64 : **N. S. Cherevu.** *Degradation of Mechanical Properties of Cr-Mo-V and 2.25Cr-1Mo Steel Components After Long-Term Service at Elevated Temperatures.* Metall. trans., Vol. 20A, 1989, pp. 87-97.
- 65 : **K. Kimura, K. Fujiyama, T. Inukar, I. Murakami, N. Okabe.** *Service Induced Degradations of Creep and Fatigue Properties for Steam and Turbine Component Materials.* Ed : P.K. Liaw, R. Visawanathan, K. L. Murty, E.P. Simonen, D. Frear. Pub : The Minerals Metals and Materials Society. 1993, pp. 49-59.
- 66 : Ref 19 de 68 : **R. L. Klueh, D. A. Canonico.** *ibid*, 1976, 55, 381s.
- 67 : Ref 18 de 68 : **H. C. Campbell.** Weld. J. , 1965, 44, 64s.
- 68 : **D.J. Gooch.** *Effects of trace elements on creep strength and ductility of low-carbon 2.25Cr-1Mo steels.* Metal Science, 1981, pp.45-54.
- 69 : **C. Sommer, H. Mughrabi, D. Lochner.** *Influence of Temperature and Carbon Content on the Cyclic Deformation and Fatigue Behaviour of α -iron. Part I. Cyclic Deformation and Stress-Behaviour.* Acta Mater. 46 (5), 1998, pp. 1527-1536. *Part II : Crack Initiation and Fatigue Life.* Acta Mater. 46 (5), 1998, pp. 1537-1546.
- 70 : **C. Laird, P. Charsley, H. Mughrabi.** *Low Energy Dislocation Structures Produced by Cyclic Deformation.* Materials Science of Engineering, 81, 1986, pp. 433-450.
- 71 : **T.K. Lepisto, V.T. Kuokkala, P.O. Kettunen.** *Dislocation Arrangements in Cyclically Deformed Copper Single Crystals.* Materials Science of Engineering, 81, 1986, pp. 457-463.
- 72 : **R. Wang, H. Mughrabi.** *Secondary Cyclic Hardening in fatigued Copper Monocrystals and polycrystals.* Materials Science of Engineering, 1984, 63, pp. 147-163.
- 73 : **Y. Lan, H. J. Klaar, W. Dahl.** *Evolution of Dislocation Structures and Deformation Behavior of Iron at Different temperatures : Part I. Strain Hardening Curves and Cellular Structure.* Metall. Trans., 23A, 1992, pp. 537-544.

- 74 : **T. Magnin, J. H. Driver.** *The Influence of Strain Rate on the Low Cycle Fatigue Properties of Single Crystals and Polycrystals of Two Ferritic Alloys.* Materials Science of Engineering, 39, 1979, pp. 175-185.
- 75 : **H. Mughrabi, K. Herz, X. Stark.** *Cyclic Deformation and Fatigue Behaviour of α -iron mono- and polycrystals.* International Journal of Fracture, 17 (2) ,1981, pp. 193-220.
- 76 : **H. Mughrabi.** *Dislocations in fatigue.* Dislocations and Properties of real materials, book 323. The Institut of Metals, London. 1985, pp. 244-262.
- 77 : **J.R.T. Lloyd, P. Caceres, B. Ralph.** *Observations of Substructure Associated in Low-Alloy Steel.* Scripta Metallurgica, 19, 1985, pp. 1475-1480.
- 78 : **H. J. Roven, E. Ness.** *Cyclic Deformation of ferritic-steel. I. Stress-Strain Response and Structure Evolution.* Acta Metall. Mater., 39 (8), 1991, pp. 1719-1733.
- 79 : **C. Laird, Z. Wang, B.T. Ma, H.F. Chai.** *Low Energy Dislocation Structures Produced by Cyclic Softening.* Materials Science and Engineering, A 113, 1989, pp. 245-257.
- 80 : **K. Pohl, P. Mayr, E. Macherauch.** *Persistent Slip Band in the Interior of a Fatigued Low Carbon Steel.* Scripta Metallurgica, 14, 1980, pp. 1167-1169 .
- 81 : **T. Magnin.** *Développements récents en fatigue oligocyclique sous l'angle de la métallurgie physique.* Mémoires et Etudes Scientifiques de la Revue de Métallurgie, 1991, pp.33-48.
- 82 : **T. Magnin, J.H. Driver.** *Low-Cycle Fatigue Damage Mechanisms in Body-Centered-Cubic Materials.* ASTM STP 770, pp. 213-226.
- 83 : **F. Guiu, R. Dulniak.** *On the Nucleation of Fatigue Cracks in Pure Polycrystalline α -iron.* Fatigue of Engineering Materials and Structures, 5, 1982, pp. 1-12.
- 84 : **J. Polak, M. Klesnil, P. Liskutin.** *Initiation and Growth of Short Fatigue Cracks in α -iron.* Acta Technica CSAV, 6, 1985, pp. 650-662.
- 85 : **T. Magnin, A. Fourdeux, J.H. Driver.** *Cyclic Plasticity of BCC Fe-26Cr Single Crystals at Room Temperature.* phys. stats. sol., (a) 65, 1981, pp. 301-314.
- 86 : **F. Guiu, M. Anglada.** *Cyclic deformation of Nb single crystals. III. Temperature and strain-rate dependence of the cyclic flow-stress.* Philosophical Magazine A, 46 (6), 1982, pp. 881-898.
- 87 : **J.B. Vogt, C. Bigeon, J. Foct.** *Combined Effect of Nitrogen and Silicon on Low Cycle Fatigue of 12% Cr Martensitic Stainless Steel.* Z. Metallkd., 85, 1994, pp. 92-99.
- 88 : **A. Benvenuti, D. D'Angelo, G. Fedeli, N. Ricci.** *Microstructural Changes in Long Term Aged Steels.* First Int. Conf. on Microstructure and Mechanical Properties of Aging Materials, 1992, pp. 43-48.
- 89 : Ref 1-19 de 95 : **C. Castani, D. D'angelo, V. Regis.** Fourth Int. Conf. on Pressure Vessel Technology, London, 1980, pp. 329-337.
- 90 : **M.C. Askins.** *Remaining Life Estimation of Boiler Pressure Parts.* Base Model Metal. EPRI CS-5588, Vol. 3, Nov. 1989.
- 91 : Ref 1-17 of 95 : **F. Masuyama , N. Nishimura, T. Yokoyama.** *Microstructures and Mechanical Properties of Aging Materials,* Ed : Liaw et al., 1993, pp. 149-154.
- 92 : **A. Benvenuti, P Bontempi, S Corti, N. Ricci.** *Assessment of Material Thermal History in Elevated Temperature Components.* Materials Characterization, 36, 1996, pp. 271-278.
- 93 : Ref 1-18 of 95 : **Y. Watanabe, T. Shoji.** J. Society of Material Science, Japan, 1991, 40, pp. 89-95.

- 94 : **M. Nakashiro, K. Murakami, S. Kihara.** *Study of Residual Life Assessment of Creep Damage at Actual Stress for 2.25Cr-1Mo Steel by Microstructural Examination.* Mechanical Behavior of Materials VI. Vol. 2, 1991. Pub : Pergamon Press plc, Headington Hill Hall, Oxford OX3 OBW, UK, 1992, pp131-136.
- 95 : **H. Yoshizawa.** *Development of an Analysis to Determine the Intragranular Distorsion During Creep and its Application to Assessing the Creep Life of 2.25Cr-1Mo Steels.* Rapport Thesis, Michigan Technological University, 1997.
- 96 : **Y.G. Nakagawa, H. Yoshizawa, M.E. Lapidés.** *Measurement of Fatigue Accumulation in High-Strength Steels by Microstructural Examination.* Metall. Trans., 21A, 1990, pp. 1989-1996.
- 97 : **C Fukuoka, H. Yoshizawa, Y.G. Nakagawa, M.E. Lapidés.** *Microstructural Examination of Fatigue Crack Tip in High Strength Steel.* Metall. Trans., 24A, 1993, pp. 2209-2216.
- 98 : **C Fukuoka, Y.G. Nakagawa.** *Microstructural Evaluation of Cumulative Fatigue Damage Below the Fatigue Limit.* Scripta Materialia, 34 (9), 1996, pp. 1497-1502.
- 99 : **C Fukuoka, Y.G. Nakagawa, K. Yoshida.** *Microstructural Evaluation of Cumulative Damage in a Plant Component Sample.* Pub : PVP-Vol. 332, Plant Systems/Components Aging Management ASME. Ed : I.T. Kisisel, 1996, pp. 7-14.

LISTE DES FIGURES ET TABLEAUX

Figure 1 : Diagrams of continuous cooled transformations and isothermal transformations of the 21/4Cr-1Mo steel.	15
Figure 2 : Morphological classification of bainite.	17
Figure 3 : Schematization of the influence of ageing on the hardness of 21/4Cr-1Mo steel.	21
Figure 4 : Comparison between tensile properties for annealed (ferritic) and normalized-tempered (bainitic) 21/4Cr-1Mo steel.	27
Figure 5 : Comparison between creep properties for annealed (ferritic) and normalized-tempered (bainitic) 21/4Cr-1Mo steel.	28
Figure 6 : Schematization of the dependence of flow stress and of dislocation segment glide mode with temperature.	33
Figure 7 : Schematization of the matrix structure (a) and of persistent slip bands (b).	33
Figure 8 : Schematization of the evolution of high temperature low cycle fatigue microstructures in a BCC : matrix structure and persistent slip bands (a), walls (b), labyrinths (c), cells (d).	35
Figure 9 : Schematization of the evolution of low temperature low cycle fatigue microstructures in a BCC : elongated loops and debris (a), cells (b).	35
Table 1 : Description of carbides observed in 21/4Cr-1Mo steels.	16

Chapitre 2

CHAPITRE 2 :ENDOMMAGEMENT PAR PLASTICITE CYCLIQUE A CHAUD DU MATERIAU DE REFERENCE

I. INTRODUCTION	51
II. CARACTERISATION MICROSTRUCTURALE ET METALLURGIQUE DU 10CD910 DE REFERENCE	53
II.1. Principales caractéristiques	53
II.1.1. Provenance du matériau	53
II.1.2. Composition chimique	53
II.2. Caractérisation microstructurale	53
II.2.1. Etude de la précipitation	55
II.2.2. Etude des structures de dislocations	58
II.3. Caractéristiques mécaniques conventionnelles	62
II.4. Conclusions	63
III. MECANISME DE PLASTICITE CYCLIQUE DU 10CD910 DE REFERENCE	64
III.1. Comportement en fatigue oligocyclique à haute température	64
III.1.1. Définition des essais	64
III.1.2. Comportement mécanique	64
III.2. Evolution microstructurale	69
III.2.1. Evolution des structures de dislocations dans la bainite	72
III.2.2. Evolution des structures de dislocations dans la ferrite	77
III.3. Mécanisme de déformation	84
III.3.1. Cas de la bainite	84
III.3.2. Cas de la ferrite	88
III.4. Conclusions : Interaction Bainite-Ferrite	89
IV. INFLUENCE DES PARAMETRES D'ESSAIS	92
IV.1. Influence de la vitesse de déformation	92
IV.1.1. Comportement en fatigue oligocyclique à haute température	92
IV.1.2. Evolution microstructurale	94
IV.1.3. Mécanisme de déformation	94
IV.1.4. Conclusions	94
IV.2. Influence de la relaxation	96
IV.2.1. Comportement en fatigue oligocyclique à haute température	96
IV.2.2. Evolution microstructurale	97
IV.2.3. Mécanisme de déformation	98
IV.2.4. Conclusions	99
V. CONCLUSIONS	100

Références

Liste des figures et tableaux (Anglais)

CHAPITRE 2 :ENDOMMAGEMENT PAR PLASTICITE CYCLIQUE A CHAUD DU MATERIAU DE REFERENCE

I.INTRODUCTION

La rupture par fatigue est un processus complexe qui fait intervenir, deux stades principaux (Figure 1) :

- l'amorçage de macro-fissures : développement des structures de dislocations, nucléation des micro-fissures et propagation surfacique de ces micro-fissures,
- la propagation en volume des macro-fissures suivie de la ruine finale.

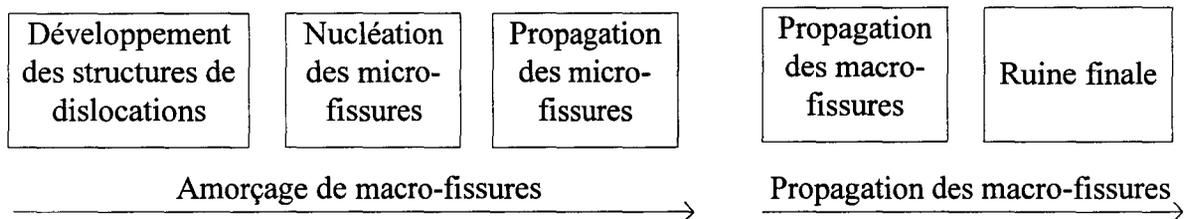


Figure 1 : Schématisation du processus de fissuration par fatigue [1].

Les deux premières étapes du stade d'amorçage des fissures sont décisives pour la durée de vie en fatigue du matériau. C'est la raison pour laquelle **l'étude de la résistance à la fatigue passe d'abord par la compréhension du mécanisme d'endommagement microstructural lié à la période d'amorçage.**

Les microstructures développées dans les aciers du type 10CD910 lors de sollicitations de fluage ont été souvent caractérisées [2, 3, 4]. Par contre les travaux concernant le dommage de fatigue oligocyclique sont quasiment inexistant. Dans le but de maîtriser et d'évaluer le dommage de fatigue des aciers 10CD910, il est apparu important de comprendre les mécanismes de déformation, lors de différents types de sollicitation en fatigue à haute température, pour en dégager des indicateurs microstructuraux du dommage.

Cet objectif ambitieux a nécessité, à partir d'un acier vieilli 150 000h en service et exempt de dommage de fatigue :

- la caractérisation microstructurale très précise de l'acier,
- la réalisation d'une matrice d'essais de fatigue oligocyclique à haute température pour différents niveaux de déformation totale appliqués et différentes fractions de durée de vie,
- la caractérisation de l'évolution microstructurale des états fatigués,
- la compréhension du mécanisme d'endommagement en fatigue oligocyclique à haute température en fonction du niveau de déformation appliquée.

L'étude a ensuite été élargie à l'influence de paramètres d'essais tels que la vitesse de déformation et l'introduction de périodes de relaxation.

A ce niveau de l'étude, les principales difficultés proviennent :

- du caractère biconstitué du 10CD910 (ferrite et bainite),
- de la microstructure complexe des constituants, notamment de la bainite (carbures et structures de dislocations),
- de la nature de la sollicitation qui induit une évolution microstructurale (structures de dislocations) difficile à mettre en évidence.

II. CARACTERISATION MICROSTRUCTURALE ET METALLURGIQUE DU 10CD910 DE REFERENCE

II.1. Principales caractéristiques

II.1.1. Provenance du matériau

Le matériau étudié est un acier du type 10CD910 (connu aussi sous les noms P22, 2,25Cr-1Mo et Chromesco 3). C'est notamment le matériau de référence des corps épais des centrales thermiques classiques.

Le matériau de référence choisi a été extrait d'un collecteur RHT (Resurchauffe Haute Température) de centrale thermique, remplacé après 150 000h de service (Figure 2). Il présente l'avantage d'avoir subi, en fin de fabrication, un traitement thermique classique de normalisation-revenu et de posséder une teneur en carbone moyenne et des proportions volumiques de ferrite et de bainite à peu près identiques. Le matériau que nous avons choisi d'étudier provient de la partie opposée aux tubes d'arrivée vapeur (zone fissurée par fatigue) et n'est donc pas endommagé par fatigue. Il a subi un vieillissement thermique de 150 000h à 565°C et est représentatif des matériaux des corps épais aujourd'hui en service et non encore sollicités en fatigue.

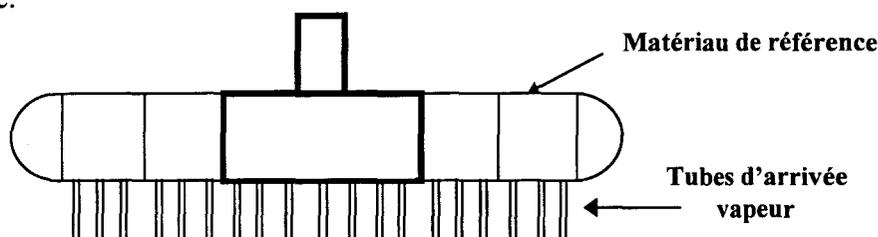


Figure 2: Schéma d'ensemble d'un collecteur RHT.

II.1.2. Composition chimique

La composition chimique du matériau de référence est conforme à la Norme NF A36-602, concernant les pièces forgées pour chaudière en acier faiblement allié au chrome et au molybdène. La teneur en carbone spécifiée par la norme peut varier dans une large gamme ($\leq 0,17\%$). Nous avons choisi un matériau de référence contenant une teneur d'environ 0,1%, correspondant à la moyenne des teneurs généralement observées (Tableau 1).

	C	S	P	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Nb	Ti	Cu	V
norme sur pièce	$\leq 0,17$	$\leq 0,035$	$\leq 0,035$	0,1-0,4	0,4-0,85	-	1,95-2,55	0,9-1,15	-	-	$\leq 0,30$	$\leq 0,04$
matériau de référence	0,11	0,026	0,014	0,35	0,48	0,11	2,24	1,05	$< 0,01$	$< 0,01$	0,19	$< 0,01$

Tableau 1: Composition chimique (% massiques) du matériau de référence (Fe non comptabilisé).

II.2. Caractérisation microstructurale

Des examens ont été effectués en microscopie optique et microscopie électronique à balayage. Les structures de dislocations ont été identifiées par microscopie électronique en

transmission sur lames minces. Les précipités ont été caractérisés par microscopie électronique en transmission (microdiffraction et microanalyse X) sur répliques extractives (Annexe 3).

Les coupes micrographiques (Figure 3a) révèlent sans ambiguïté une structure bainito-ferritique décorée d'une importante précipitation des carbures intra et intergranulaires. Les grains de bainite ($\approx 100\mu\text{m}$) sont globalement plus gros que ceux de ferrite ($\approx 45\mu\text{m}$). Les fractions volumiques sont de 65 % de bainite et de 35 % de ferrite proeutectoïde. Les joints de grains sont tous marqués par une importante précipitation coalescée.

La ferrite se distingue de la bainite sans ambiguïté aussi bien en microscopie électronique à balayage (Figure 3b) qu'en microscopie électronique en transmission (sur répliques d'extraction en Figure 3c et sur lames minces en Figure 3d). Les différences se situent au niveau des carbures et au niveau des structures de dislocations :

- les grains de bainite sont décorés de gros carbures et d'une forte densité de dislocations arrangées,
- les grains de ferrite renferment beaucoup de précipités de petite taille et très peu de dislocations.

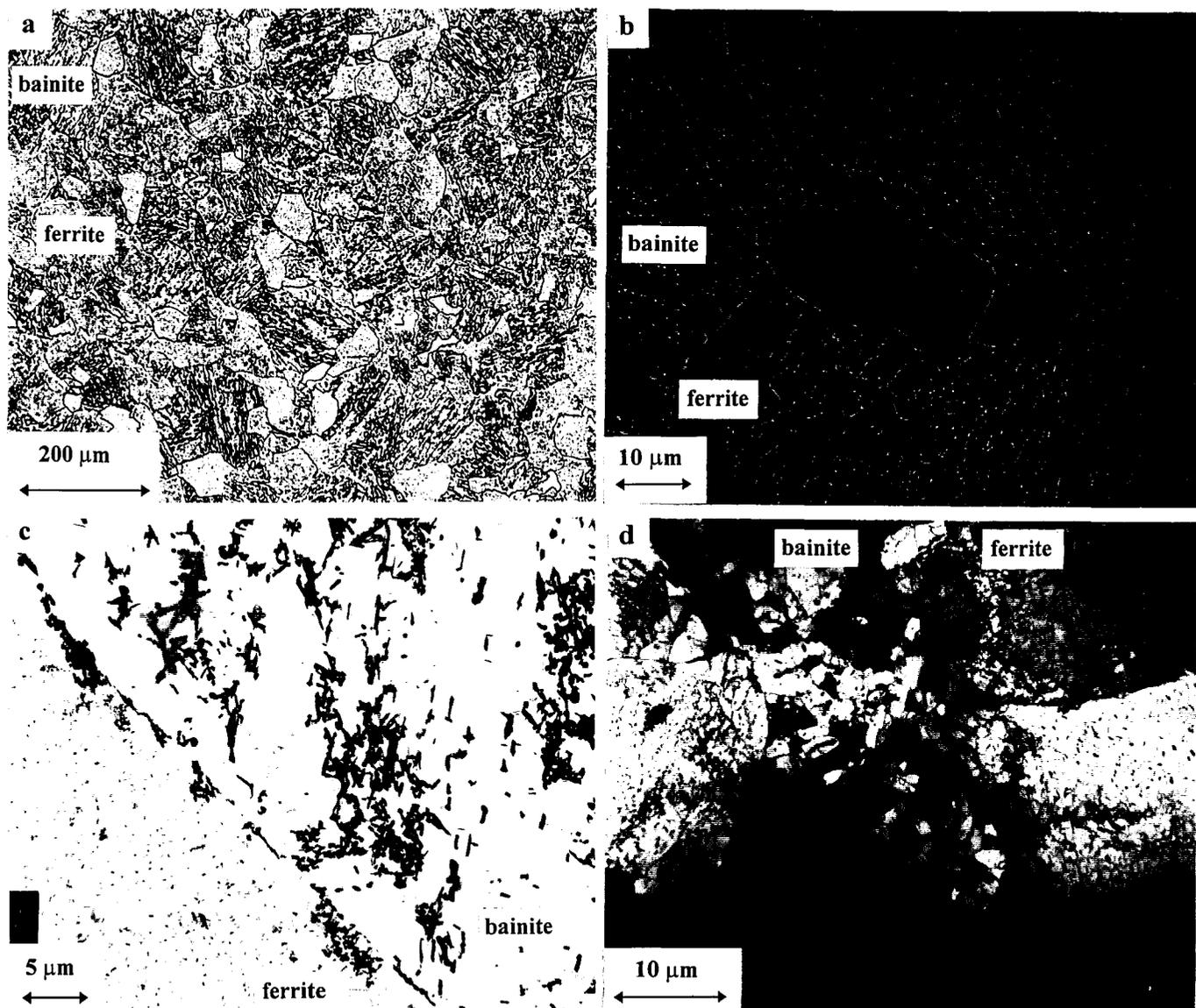


Figure 3: Microscopie optique : Vue d'ensemble de la structure bainito-ferritique du matériau de référence (a), Microscopie électronique à balayage : état de la précipitation (b), Microscopie électronique en transmission : sur répliques d'extraction : état de la précipitation (c), sur lames minces : structures de dislocations (d).

II.2.1. Etude de la précipitation

Les techniques de caractérisation des carbures (microdiffraction et microanalyse X) sont décrites en Annexe 3. Pour chaque nature de carbures observée (préalablement caractérisée cristallographiquement), un traitement statistique (sur 20 carbures) de la composition chimique semi-quantitative est présenté dans le Tableau 2. Seuls les précipités de $M_{23}C_6$, (très peu nombreux) n'ont pas pu faire l'objet d'une étude statistique sur un grand nombre de carbures.

Dans la bainite

Trois types de précipités coexistent dans la bainite : des petits précipités de forme globulaire (environ $0,5\mu\text{m}$), des précipités de taille moyenne de forme parallélépipédique (entre 1 et $2\mu\text{m}$) et des précipités plus gros de forme hétérogène (supérieure à $2\mu\text{m}$) (Figure 3).

Les nombreux précipités qui apparaissent sous forme de globules ont été identifiés comme des carbures M_7C_3 , de structure orthorombique (Figure 4a). Les clichés de diffraction des carbures M_7C_3 peuvent révéler des traînées de diffusion dues à la présence de défauts de croissance suivant les plans $\{100\}$ (Figure 4b). Comme attendu, leur composition chimique présente une forte proportion de chrome (Tableau 2).

La très grande majorité des gros carbures dans la bainite sont des carbures de type M_6C , de structure cristallographique cubique à faces centrées et de forme variable (Figure 4a). Ils se différencient cristallographiquement des carbures $M_{23}C_6$ sur une coupe selon un plan $\{200\}$ (Figures 4c et 4d). De très rares précipités de $M_{23}C_6$, de structure cristallographique cubique à faces centrées et de forme parallélépipédique, apparaissent dans les grains de bainite. La microanalyse par dispersion d'énergies des photons X (EDX) permet de les différencier facilement puisque les carbures M_6C contiennent principalement du molybdène alors que ceux de $M_{23}C_6$ sont riches en chrome (Tableau 2).

Dans la ferrite

Tous les fins carbures (de $0,3\mu\text{m}$ de long environ) qui décorent la ferrite sont identifiés comme des carbures M_2C , de structure cristallographique cubique à faces centrées (Figure 4e). Ils se caractérisent par leur forme typique en plaquettes très fines et apparaissent sous forme d'aiguilles allongées dans les directions $\langle 100 \rangle$ de la matrice ferritique [3, 5] (Figure 4f). Ils présentent une teneur importante en molybdène (Tableau 2).

Aux joints de grains

Les joints de grains aussi bien ferrito-ferritique que bainito-ferritique ou bainito-bainitique sont décorés de nombreux précipités coalescés. Ces amas sont constitués exclusivement de carbures de M_6C pour les joints ferrito-ferritiques. Les autres types de joints présentent également des carbures de M_7C_3 accolés à des précipités de M_6C , sous forme plutôt globulaire.

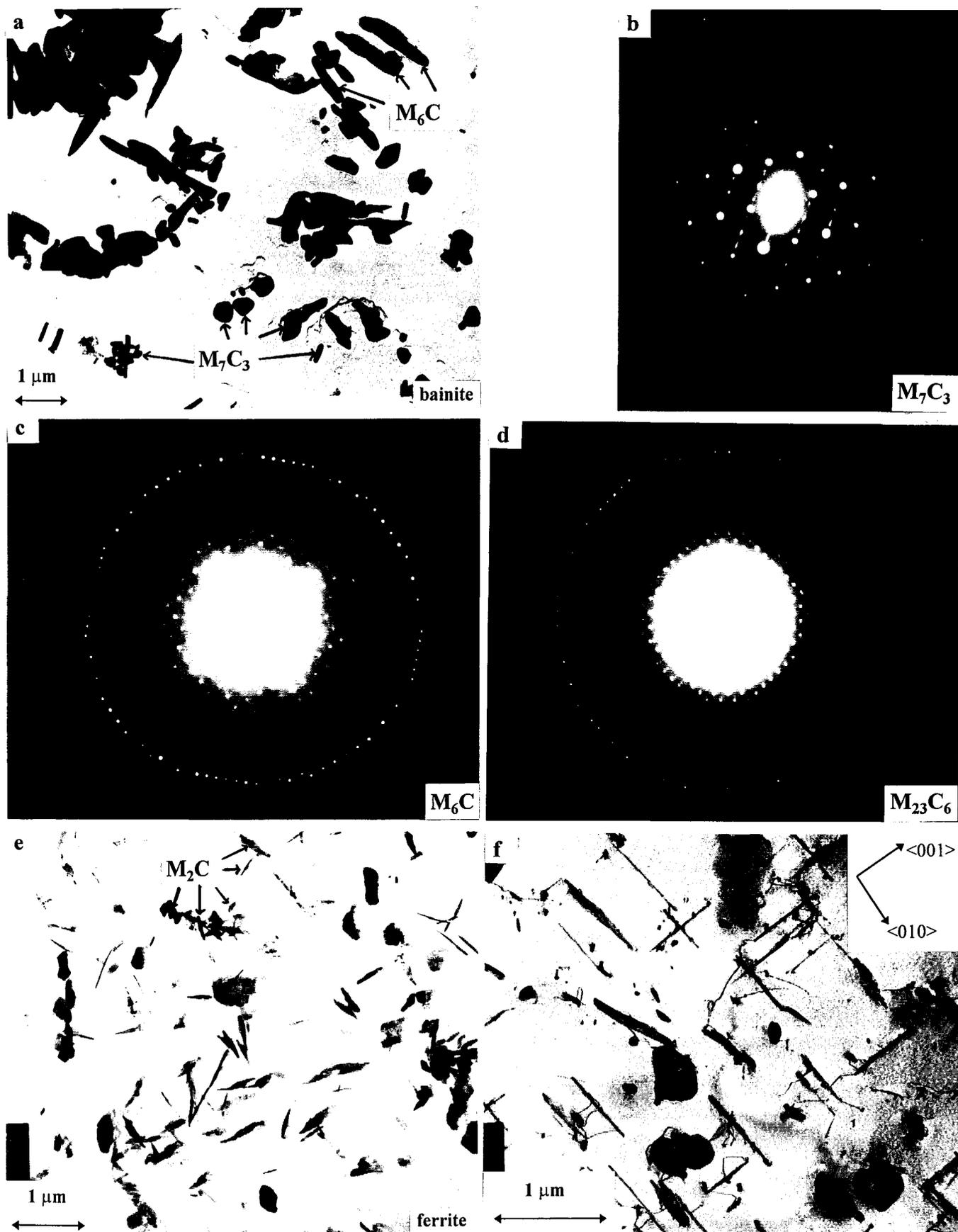


Figure 4 : Précipitation dans la bainite du matériau de référence : nombreux gros carbures de M_6C , nombreux petits carbures de M_7C_3 et rares carbures de $M_{23}C_6$ (a),

Cliché de microdiffraction d'axe $[0\ 3\ \bar{1}]$ d'un précipité de type M_7C_3 (présence de traînées de diffusion) (b),

Cliché de microdiffraction d'axe $[100]$ d'un précipité de type M_6C (c),

Cliché de microdiffraction d'axe $[100]$ d'un précipité de type $M_{23}C_6$ (d).

Précipitation dans la ferrite du matériau de référence : plaquettes de M_2C (e),

Plaquettes de M_2C orientées suivant $\langle 100 \rangle$ par rapport à la matrice (f).

Synthèse

Ces analyses ont permis de décrire complètement et précisément l'état de précipitation du matériau de référence (après un vieillissement de 150 000h) et sont résumées dans le Tableau 2.

Carbure	M_2C	M_6C	M_7C_3	$M_{23}C_6$
structure cristallographique	CFC	CFC	Ortho	CFC
localisation	ferrite	bainite joints de grain	bainite joints de grain	bainite
morphologie	plaquette	diverse	globule	parallélépipède
taille (μm)	$\approx 0,5$ (long)	$1 \ll 5$	$\approx 0,5$	$1 \ll 5$
quantité	très nombreux	nombreux	nombreux	très rares
Cr (%at)	29,14 ($\pm 3,31$)	6,43 ($\pm 1,64$)	55,22 ($\pm 4,12$)	27,51 ($\pm 5,22$)*
Fe (%at)	2,92 ($\pm 0,97$)	27,78 ($\pm 1,27$)	32,35 ($\pm 2,72$)	62,74 ($\pm 4,56$)*
Mo (%at)	63,03 ($\pm 3,92$)	57,62 ($\pm 2,66$)	6,68 ($\pm 2,11$)	7,07 ($\pm 3,15$)*
Mn (%at)	1,42 ($\pm 0,44$)	1,62 ($\pm 0,34$)	4,48 ($\pm 0,65$)	2,25 ($\pm 0,80$)*
Si (%at)	3,48 ($\pm 1,16$)	6,56 ($\pm 0,71$)	1,27 ($\pm 0,49$)	0,43 ($\pm 0,12$)*

Tableau 2: Description précise des carbures observés dans le 10CD910 de référence et analyses chimiques effectuées à partir des éléments principaux excepté le carbone (* : valeurs calculées à partir d'un petit nombre de carbures).

Discussion

Dans la bainite

La précipitation des carbures observés dans la bainite permet de confirmer la formation des carbures de M_6C (certainement aux dépens des M_2C), ainsi que la création des M_7C_3 et $M_{23}C_6$ (certainement aux dépens des carbures de M_3C). Nos résultats permettent ainsi de compléter la séquence des précipitations jusqu'à des durées de revenus rarement explorées. La présence en grand nombre des carbures de M_7C_3 (associée à la quasi inexistence des carbures de $M_{23}C_6$), accrédite la thèse de la germination séparée des $M_{23}C_6$ [6] plutôt que celle de germination in situ à partir des carbures de M_7C_3 [7]. Nos résultats diffèrent de ceux de l'ENEL [8] par la disparition des carbures de $M_{23}C_6$, présents avant vieillissement (cf ch3§II.1.1). Ceci nous empêche d'appliquer leur corrélation entre le rapport Cr/Fe des $M_{23}C_6$ et le temps ou la température d'exposition. Par contre les compositions chimiques des carbures de M_6C et de M_7C_3 sont tout à fait similaires (Tableau 3).

	T (°C)	M ₇ C ₃ : Cr/Fe	M ₆ C : Mo/Fe
ENEL [8]	572	1,9	2,1
t > 200 000h	512	1,4	2,1
Nos résultats, t ≈ 150 000h	565	1,64	2,07

Tableau 3 : Comparaison des compositions chimiques des carbures de M₇C₃ et M₆C après vieillissement en service.

Dans la ferrite

Il faut noter que beaucoup d'études (notamment d'anciennes études), attribuent aux fins précipités de M₂C une forme d'aiguille ou de bâtonnet. Notre caractérisation au MET nous permet de conclure que ce sont en réalité des plaquettes très minces qui peuvent apparaître sous certains plans d'observations en forme d'aiguilles ou de bâtonnets.

Nos conclusions concernant la présence de carbures de M₂C dans la ferrite après un si long vieillissement valident les résultats récemment observés [9] aux dépens de la séquence de précipitation classiquement admise (formation de M₆C) [3].

II.2.2. Etude des structures de dislocations

Les structures de dislocations ont été identifiées par microscopie électronique en transmission sur lames minces. Les techniques de mesure de désorientations utilisées (microdiffraction, diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD¹), diffraction en faisceau convergent (CBED²)) sont décrites en Annexe 3. Seule la technique de CBED permet d'allier la bonne résolution spatiale, liée à la taille de sonde du MET à une très bonne résolution angulaire, liée à l'utilisation de clichés de lignes (d'environ 1° pour la mesure de l'orientation cristallographique et 0,5° pour la mesure de la désorientation cristallographique (mesure relative)). Pour chaque constituant, une étude statistique de 300 mesures de désorientations (de part et d'autre d'une paroi) en moyenne a été effectuée.

Dans la bainite

La bainite se présente sous forme de grains de 100µm décorés d'une importante précipitation de gros carbures souvent coalescés ainsi que d'une sous-structure de dislocations complexe présentant différents niveaux d'organisation. Nous classerons ces sous-joints dans trois catégories différentes (Figure 5):

- les **sous-joints** très fortement désorientés ($55^\circ < \theta < 65^\circ$) qui divisent les grains en **sous-grains**,
- les **parois** faiblement désorientées ($\theta < 7^\circ$) qui divisent les sous-grains en **cellules de restauration**,
- les **sous-joints de restauration** en formation ($\theta < 1^\circ$) qui divisent les cellules en **sous-cellules de restauration**.

¹ EBSD : Electron Backscattered Diffraction

² CBED : Convergent Beam Electron Diffraction

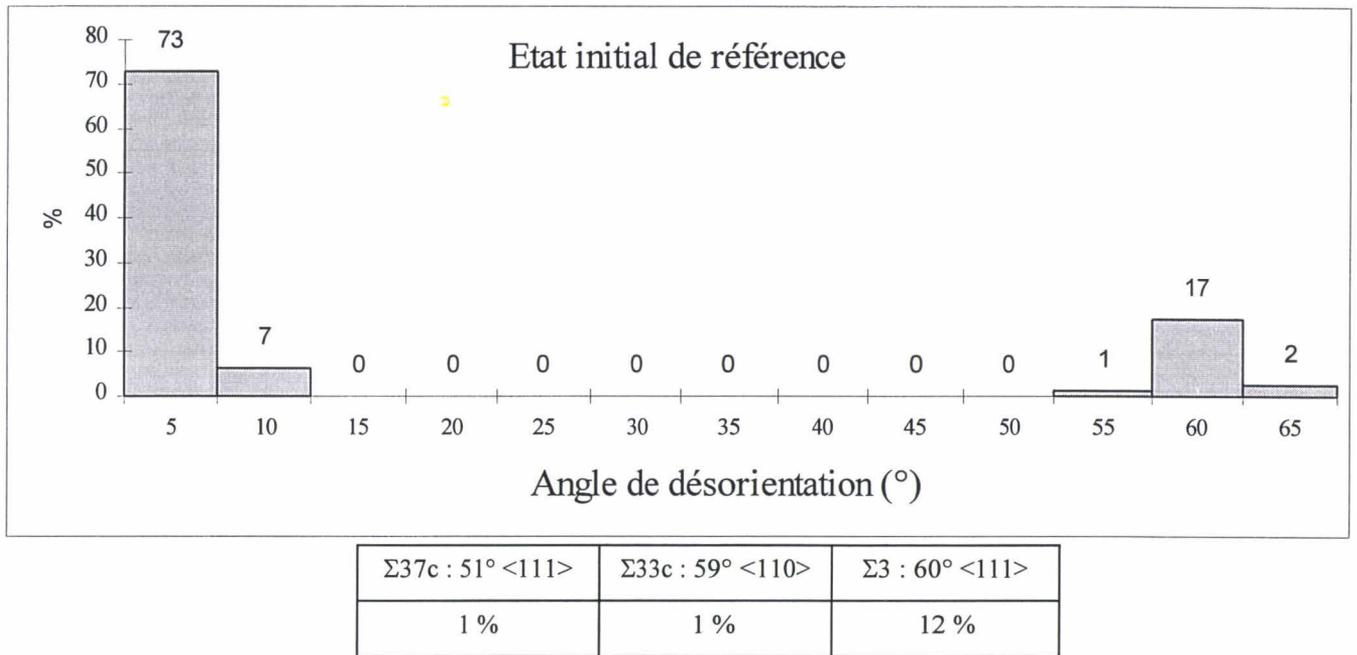


Figure 5 : Histogramme du pourcentage des désorientations et tableau des pourcentages des sous-joints de coïncidence (CSL) dans les grains de bainite du matériau de référence.

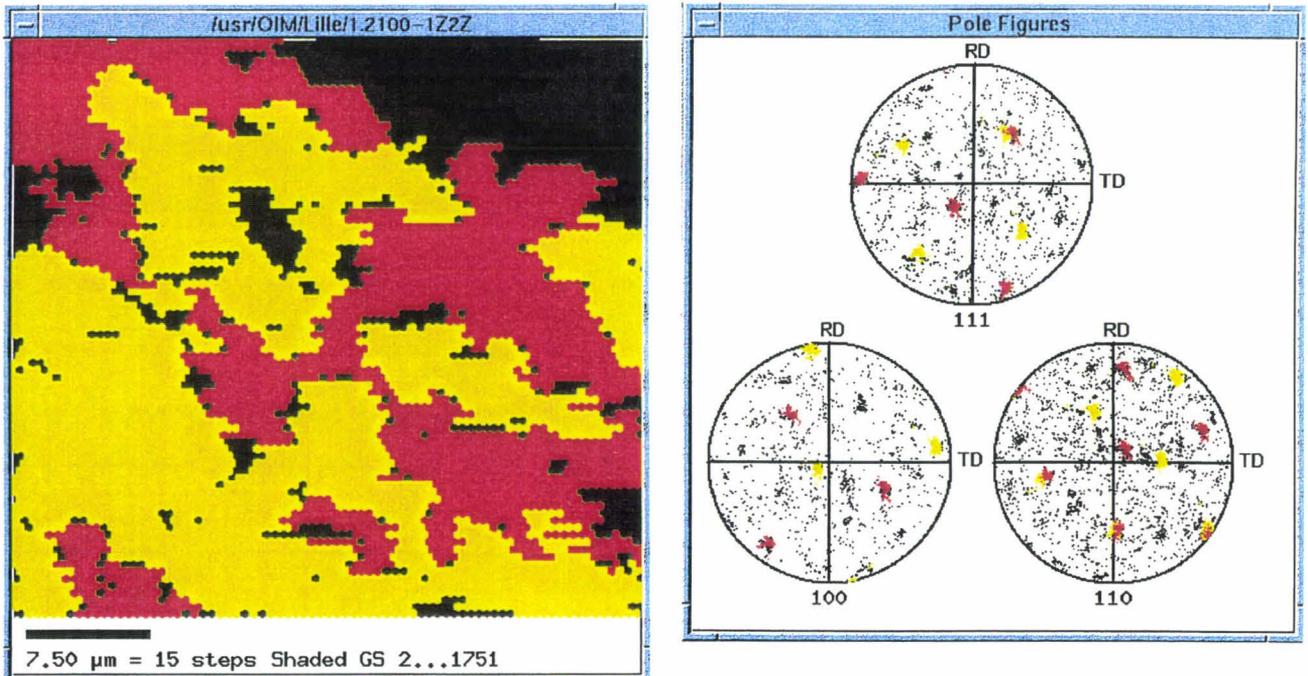


Figure 6 : Cartographie d'EBSP et figures de pôles associées d'un grain de bainite du matériau de référence mettant en évidence deux familles de sous-grains désorientées de 60° autour de $\langle 111 \rangle$.

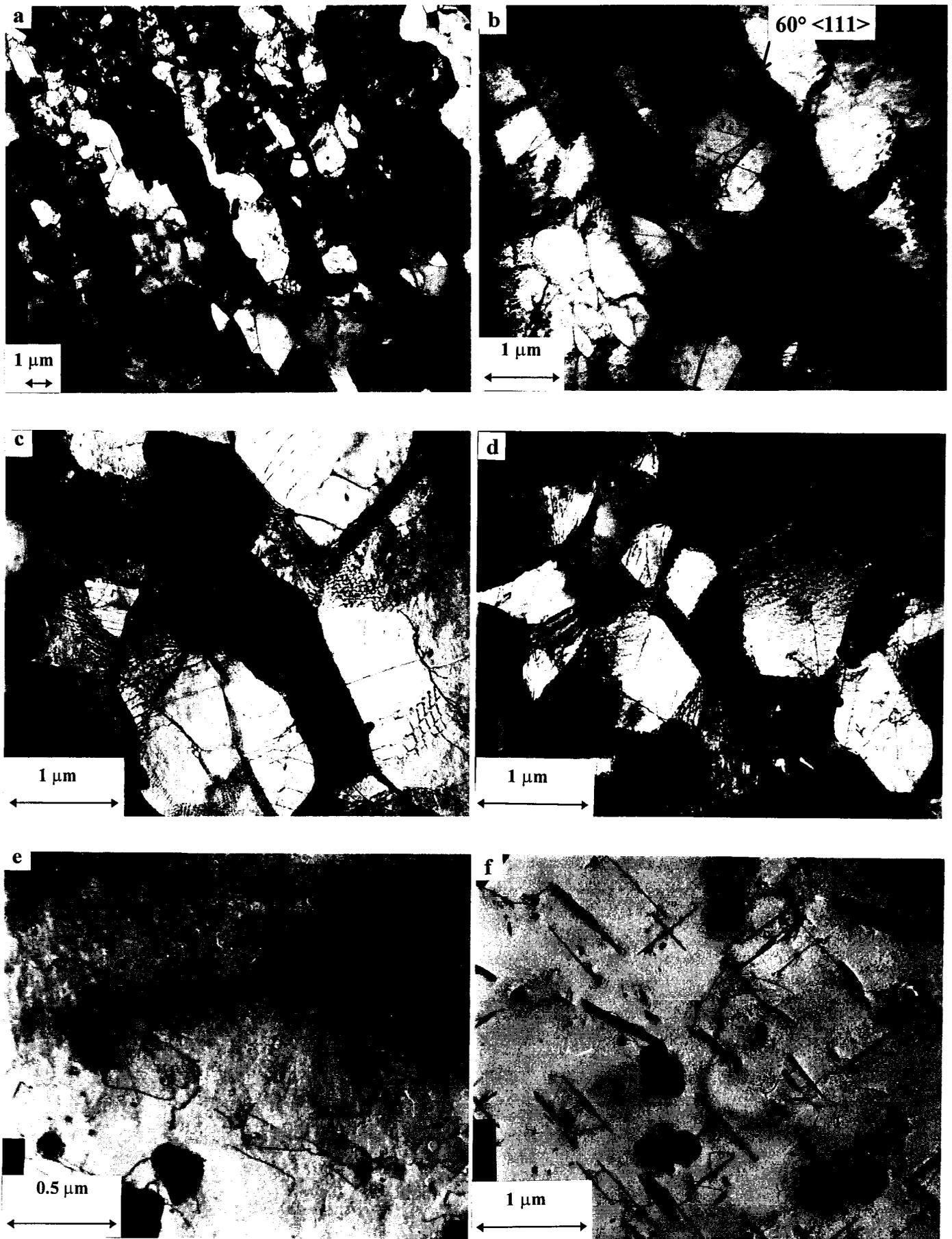


Figure 7 : Aspect des grains de bainite du matériau de référence divisés en sous-grains désorientés de 60° autour de <111> (a), contenant des cellules de restauration (b), divisées en sous-cellules de restauration et contenant des dislocations rectilignes (c et d). Structures de dislocations des grains de ferrite du matériau de référence (e et f).

Sous-joints très fortement désorientés ($55^\circ < \theta < 65^\circ$)

Ces sous-joints, très minces et marqués d'une très importante coalescence de carbures (Figure 5), sont très fortement désorientés (de type $\Sigma 3$, rotation de 60° autour d'un axe $\langle 111 \rangle$, Annexe 9) et divisent les grains de bainite en **sous-grains** (Figures 7a et 7b). Les résultats d'EBSD (diffraction des électrons rétro-diffusés) montrent qu'à l'intérieur d'un grain de bainite coexistent seulement deux familles différentes de sous-grains fortement désorientées entre elles. Les sous-grains d'une même famille sont par contre d'orientations cristallographiques très proches. La mise en évidence d'une telle texture (observée par toutes les techniques de diffraction utilisées) est originale et fera l'objet d'une analyse précise (cf ch3§II.1.2).

Sous-joints faiblement désorientés ($\theta < 7^\circ$)

Ces sous-grains sont divisés en **cellules de restauration** dont les parois sont souvent bien formées et décorées d'une précipitation plus fine et surtout moins coalescée que pour les sous-joints (Figures 7c et 7d). Les parois des cellules présentent une grande palette de désorientations atteignant 7° .

Sous-joints de restauration en formation ($\theta < 1^\circ$)

A l'intérieur des cellules coexistent deux types de dislocations : des dislocations individuelles très rectilignes et des dislocations probablement de nature vis arrangées en parois très peu denses, rappelant les structures de polygonalisation. Ces sous-joints de restauration divisent la majorité des cellules en unités de plus petite taille, que nous appellerons **sous-cellules de restauration** (Figures 7c et 7d) (environ $1\mu\text{m}$). Seuls les sous-joints de restauration les mieux formés induisent une désorientation qui reste très faible (inférieure à 1°).

Dans la ferrite

Les grains de ferrite (Figures 7e et 7f) se distinguent des grains de bainite par l'absence de sous-structure en cellules. Des dislocations en faible densité sont réparties de manière isolée.

Discussion

Ferrite

Les résultats obtenus concernant les structures de dislocations sont très intéressants et très novateurs. La comparaison avec la microstructure d'un 10CD910 similaire à notre matériau de référence avant vieillissement (cf ch3§II.1) nous permet de conclure que la densité de dislocations dans la ferrite est très faible à l'issue du traitement thermique et n'évolue pas au cours du vieillissement thermique. Ceci est contraire aux observations succinctes et non interprétées de Jones et Van den Avyle [3] après un vieillissement thermique à 593°C pendant 550h.

Bainite

La texture et les structures de dislocation développées dans la bainite après un si long revenu n'avaient, à notre connaissance, jamais été mises en évidence.

Une étude cristallographique sur un matériau non vieilli (cf ch3§II.1.2) permet de conclure que cette texture est issue du processus de germination de la bainite à partir de l'austénite. La croissance de deux grains de bainite ferritique désorientés de 60° autour d'un axe $\langle 111 \rangle$ est compatible avec les relations de Kurdjumov-Sachs et Nishiyama-Wasserman (qui définissent l'orientation de la phase α formée par rapport à la phase γ dont elle est issue). Les deux sous-grains de bainite ferritique peuvent donc être issus du même grain d'austénite.

Parallèlement, ce processus de germination texturée développe de fortes contraintes de cisaillement et des contraintes thermiques. Elles induisent une forte densité de dislocations dans les grains de bainite. Tant le revenu que l'utilisation à haute température conduisent à restaurer cette structure par la polygonisation en joints. Ce qui explique la présence de cellules dans les sous-grains bainitiques.

Comme nous l'avons déjà souligné, la microstructure des aciers est particulièrement variée. Seule une comparaison avec le même matériau (même composition chimique, même traitement thermique sur même géométrie) avant sa mise en service nous a permis d'accréditer nos hypothèses et de conclure sur l'effet du vieillissement en service sur la microstructure de départ aussi bien dans la ferrite que dans la bainite. (Cette étude est décrite en chapitre 3.)

II.3. Caractéristiques mécaniques conventionnelles

Les microduretés dans chacun des constituants sont reportées dans le Tableau 4. La bainite est plus dure que la ferrite en raison de sa structure de dislocations associée à son état de précipitation.

HV(50g) Bainite	HV(50g) Ferrite
196 (± 7)	167 (± 7)

Tableau 4 : Microduretés dans les deux constituants du matériau de référence.

Les caractéristiques mécaniques de l'acier étudié ont été mesurées à température ambiante et à la température de service. Elles sont comparées aux spécifications imposées par la Norme A36-602 (Tableau 5). Les valeurs trouvées sont inférieures aux valeurs spécifiées car notre matériau de référence a vieilli 150 000h à 565°C, ce qui l'a adouci mais n'a pas altéré sa ductilité.

	E (GPa)	Rm (MPa)	Rp _{0,2%} (MPa)	A (%)	Z (%)
Tamb	208	470	234	31	69
Norme Tamb		520-620	>310	>30	
T=565°C	150	264	157	36	60
Norme 500°C			>196*		

* : valeur donnée à titre indicatif dans la norme.

Tableau 5 : Caractéristiques mécaniques en traction monotone du matériau de référence.

II.4. Conclusions

L'acier de référence, vieilli thermiquement pendant 150 000h à 565°C est formé en proportions à peu près équivalentes de deux constituants très différents bien que tous deux de structure CC :

- la ferrite, qui présente de rares dislocations isolées ainsi qu'une forte densité de fins carbures,
- la bainite, qui présente une sous-structure complexe et fortement texturée de dislocations accrochées sur de gros carbures.

De telles différences de microstructures auront certainement une incidence sur le comportement en fatigue de l'acier. La connaissance complète et précise de sa microstructure est un atout indispensable pour comprendre ensuite son mode d'accommodation sous sollicitation cyclique à haute température.

III.MECANISME DE PLASTICITE CYCLIQUE DU 10CD910 DE REFERENCE

III.1.Comportement en fatigue oligocyclique à haute température

Notre étude sur l'endommagement de fatigue oligocyclique à chaud est centrée sur un type d'essai de fatigue oligocyclique dont les caractéristiques sont choisies pour simuler une sollicitation de fatigue thermique envisageable en service. (L'équivalence des évolutions microstructurales liées au dommage de fatigue thermique et au dommage de fatigue oligocyclique à chaud est vérifiée en Annexe 1). Une large gamme de niveaux de déformation a été étudiée pour décrire l'ensemble des cas envisageables. Ce sont les essais de référence.

Les essais de fatigue oligocyclique à haute température ont été réalisés suivant le mode opératoire décrit en Annexe 3.

III.1.1.Définition des essais

Les essais de fatigue oligocyclique sont pilotés sous variation de déformation totale contrôlée ($\Delta\epsilon_t$), avec un rapport de déformation $R_\epsilon = -1$ et sous vitesse de déformation totale constante ($\dot{\epsilon}$). A partir des boucles d'hystérésis obtenues, les contraintes en traction et en compression ainsi que la déformation plastique associée sont mesurées. Tout au long du cyclage, il est possible de suivre l'évolution de la contrainte. L'apparition d'une fissure macroscopique se propageant en volume se traduit par une diminution de la contrainte en traction, la contrainte en compression n'étant pas affectée. La durée de vie N_a est définie par le nombre de cycles N pour lequel on mesure une diminution de 25% de la contrainte stabilisée.

Les essais de référence ont été pilotés sous une vitesse de déformation totale de $4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ à une température de 565°C . Six variations de déformation totale ont été employées : 0,2%, 0,3%, 0,4%, 0,8%, 1,2% et 2%. Des essais interrompus à 5% et 50% du nombre de cycles à rupture ont également été effectués.

III.1.2.Comportement mécanique

Les résultats des essais de fatigue oligocyclique sont consignés dans le Tableau 6. Il regroupe les variations de déformation totale ($\Delta\epsilon_t$), plastique ($\Delta\epsilon_p$), élastique ($\Delta\epsilon_e$), l'amplitude de contrainte au cycle stabilisé ($\Delta\sigma/2$), mesurées à mi durée de vie ($N_a/2$) et le nombre de cycles à rupture (N_a).

Accommodation cyclique

L'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles et en fonction du pourcentage de durée de vie ($100 \cdot N/N_a$) est reportée sur la Figure 8. Le comportement cyclique de l'acier se caractérise :

- par un durcissement cyclique pour les tout premiers cycles,
- suivi d'un adoucissement cyclique très prononcé,
- puis d'une période de stabilisation jusqu'à rupture.

Le durcissement est d'autant plus rapide et l'adoucissement d'autant plus prononcé que le niveau de déformation imposé est important. La nature de l'accommodation de l'acier 10CD910 de référence, vieilli 150 000h en service, ne diffère pas beaucoup des résultats classiquement obtenus pour un matériau issu de traitement thermique.

L'hypothèse formulée par Jones et Van den Avyle et Polak [3, 10] (cf ch2§II.2.2) pour expliquer ce phénomène de durcissement-adoucissement ne peut s'appliquer dans notre cas, puisqu'elle fait intervenir un phénomène de durcissement par solution solide qui est très certainement négligeable après 150 000h de service.

$\Delta\varepsilon_t$ (%)	$\Delta\varepsilon_p$ (%)	$\Delta\varepsilon_e$ (%)	$\Delta\sigma/2$ (MPa)	N_a
0,19	0,10	0,09	142	15400
0,30	0,17	0,13	177	13000
0,39	0,21	0,18	173	6500
0,41	0,26	0,15	188	5200
0,79	0,66	0,13	197	1400
0,80	0,60	0,20	193	2000
1,19	0,96	0,23	207	1000
1,20	0,98	0,22	228,5	800
2,00	1,65	0,35	250,5	218
1,99	1,76	0,23	246	283

Tableau 6: Résultats des essais de fatigue oligocyclique ($T=565^\circ\text{C}$, $\dot{\varepsilon}_t=4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) du matériau de référence.

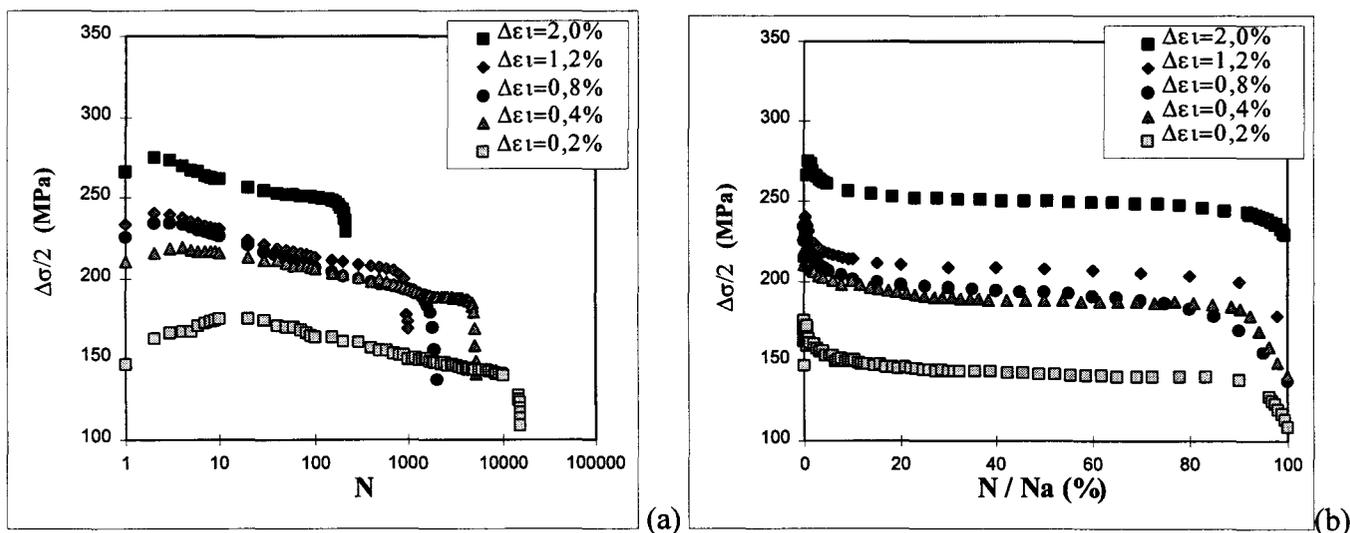


Figure 8 : Amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles (a), du pourcentage de durée de vie (b) lors d'essais de fatigue oligocyclique ($T=565^\circ\text{C}$, $\dot{\varepsilon}_t = 4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) du matériau de référence.

Le caractère biconstitué rend difficile l'interprétation de ces résultats macroscopiques. Des investigations plus précises aussi bien dans la ferrite que dans la bainite au cours du cyclage à l'aide des états interrompus à 5, et 50% de durée de vie sont indispensables.

Une première étape a consisté en l'étude de la microdureté de chaque constituant dont les résultats sont présentés pour une variation de déformation totale de 1,2% sur la Figure 9. Même si la bainite est plus dure que la ferrite, les deux constituants participent à l'accommodation :

- La bainite s'adoucit fortement dans les 5 premiers % de la durée de vie avant de s'adoucir plus lentement jusqu'à mi-durée de vie pour atteindre un niveau stable jusqu'à rupture. L'accommodation par la bainite sous forme d'adoucissement a déjà été observée lors de sollicitation de fluage [4].
- La ferrite, à l'inverse, durcit fortement au début du cyclage puis plus doucement jusqu'à atteindre un niveau d'équilibre identique à celui de la bainite.

Cette étude a permis de mettre en évidence l'intervention de deux constituants dans l'accommodation de la déformation.

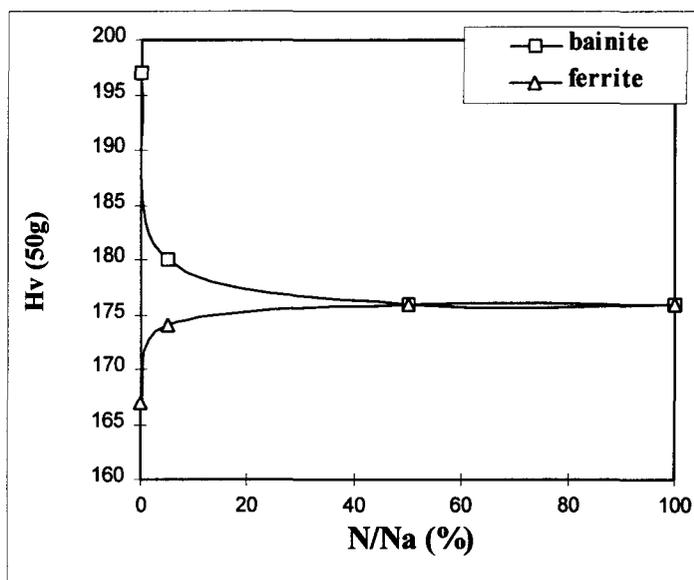


Figure 9 : Evolution de la microdureté de la ferrite et de la bainite du matériau de référence au cours du cyclage de fatigue oligocyclique ($T=565^{\circ}\text{C}$, $\dot{\epsilon}_t = 4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $\Delta\epsilon_t = 1,2\%$).

La seconde étape concerne la caractérisation de l'évolution microstructurale au MET (cf §III.2). Nous chercherons à comprendre les mécanismes de plasticité cyclique responsables de la phase d'adoucissement de la bainite et de durcissement de la ferrite puis de la phase de stabilisation.

Résistance à la fatigue oligocyclique

Les courbes de Manson-Coffin reliant la déformation plastique à la durée de vie ainsi que la «pseudo» courbe de Wöhler reliant la contrainte à saturation à la durée de vie sont présentées en Figure 10.

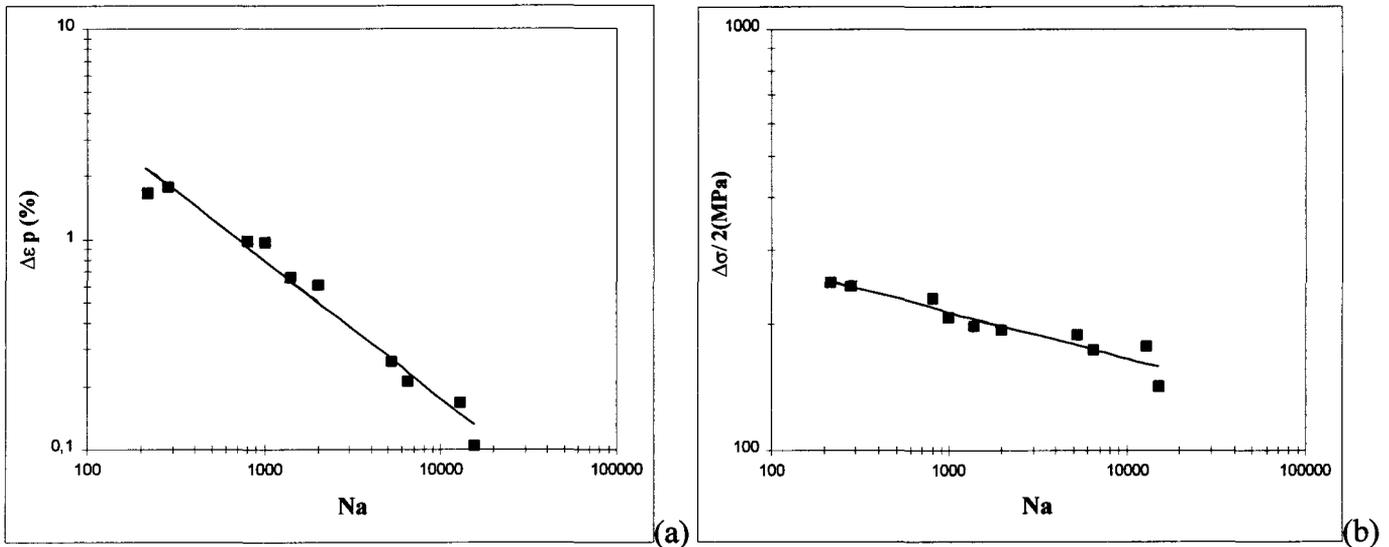


Figure 10 : Courbe de Manson-Coffin (a) et de «pseudo» Wöhler (b) pour des essais de fatigue oligocyclique ($T=565^{\circ}\text{C}$, $\dot{\epsilon}_t = 4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) du matériau de référence.

Les rares résultats de fatigue oligocyclique font état d'une très faible diminution de la durée de vie après vieillissement [11, 12]. La courbe de Manson Coffin que nous avons obtenue correspond à celle d'un composant de Cr-Mo-V vieilli en service de plus de 100 000h à une température comprise entre 540 et 620°C [12].

Seule la comparaison avec un matériau identique à notre 10CD910 de référence avant mise en service nous a permis de conclure avec certitude que le vieillissement a adouci l'acier sans altérer sa durée de vie en fatigue (cf ch3§II).

Amorçage des fissures

La surface des éprouvettes cyclées à rupture présente une grande densité de fissures (Figure 11a). La fissure principale résulte de la croissance puis de la coalescence de microfissures. L'étude des microfissures les plus petites permet de conclure que l'amorçage est intragranulaire quel que soit le niveau de déformation. Les microfissures semblent s'amorcer indifféremment dans la ferrite ou dans la bainite mais toujours le long d'une direction proche de 45° par rapport à l'axe de sollicitation (Figures 11c et 11d). La propagation des microfissures en surface ou en volume (sur coupe longitudinale) est transgranulaire quelle que soit le niveau de la déformation imposée (Figures 11e et 11f). L'avancée de la fissure a lieu indifféremment dans la bainite et dans la ferrite. Contrairement aux microfissures, la fissure principale se propage orthogonalement à l'axe de sollicitation. Le faciès de rupture dans la zone de propagation par fatigue présente des stries ductiles. La rupture finale par traction est du type ductile à cupules (Figure 11b).

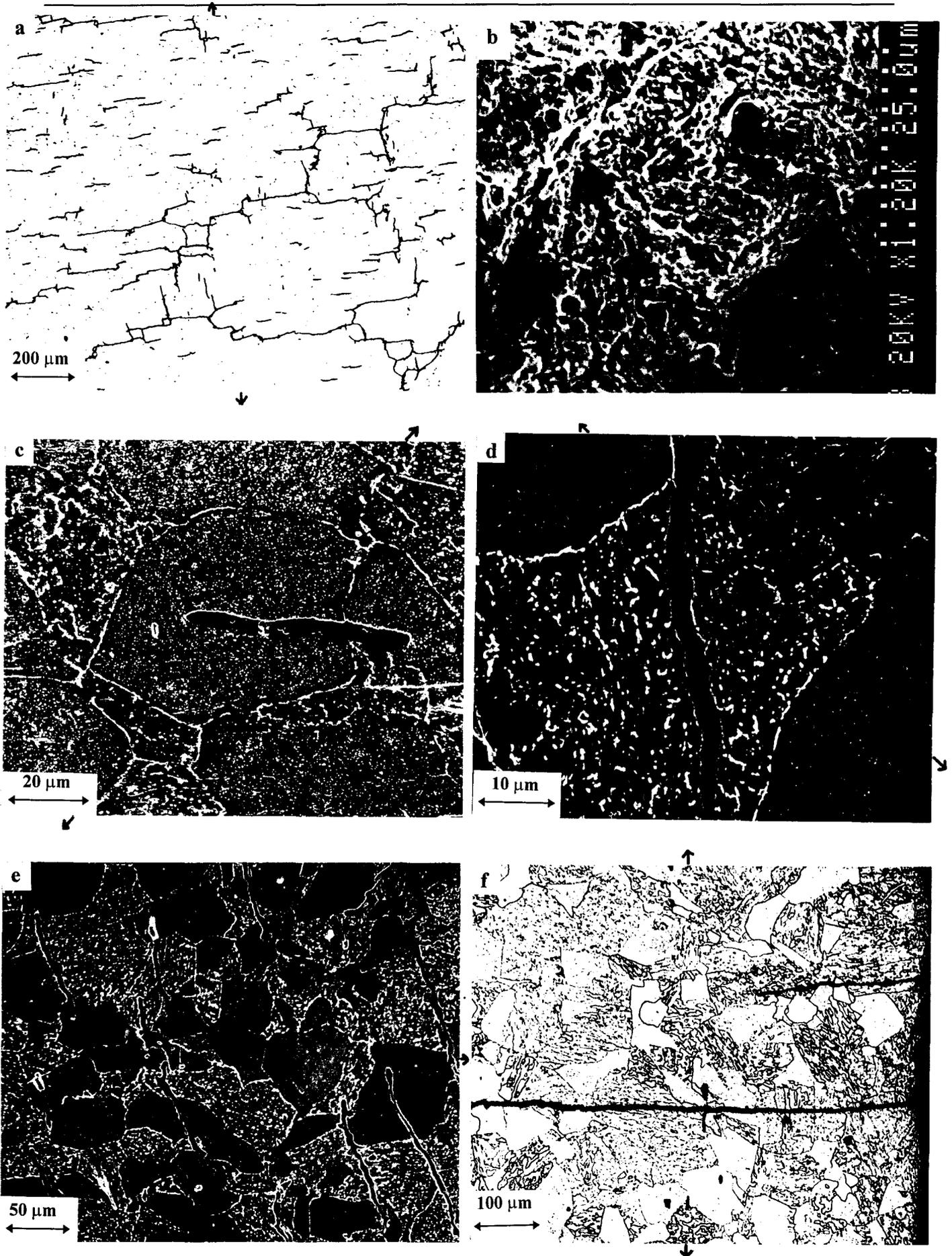


Figure 11 : Surface d'éprouvette (a) et faciès de rupture (à cupules) (b) du matériau de référence cyclé à rupture ($T=565^{\circ}\text{C}$, $\dot{\epsilon}_f=4 \cdot 10^{-3}\text{s}^{-1}$) pour $\Delta\epsilon_f=0,8\%$.

Amorçage en surface des microfissures de fatigue dans la ferrite (c), dans la bainite (d) du matériau de référence.
 Propagation des fissures de fatigue en surface (e), en volume (f) pour le matériau de référence.

III.2. Evolution microstructurale

Le comportement d'accommodation cyclique macroscopique est lié aux évolutions microstructurales induites par le dommage de plasticité cyclique.

Mais la précipitation (intragranulaire et intergranulaire) n'évolue pas au cours du cyclage. Les mécanismes microstructuraux d'endommagement ont donc été étudiés par analyse complète des sous-structures de dislocations après cyclage de fatigue oligocyclique à chaud. Le caractère biconstitué du matériau nous a amené à étudier séparément la bainite de la ferrite puis à comprendre leur interaction dans l'accommodation de la déformation.

Très rapidement, il a fallu se rendre à l'évidence que la seule observation de la nature et de la répartition des arrangements de dislocations ne serait pas suffisante pour caractériser, ni de façon qualitative ni de façon quantitative, le dommage de fatigue car :

- les cellules de restauration, observées dans la bainite avant fatigue, sont toujours présentes après fatigue (cf cartographie des évolutions microstructurales de fatigue dans la bainite sur la Figure 12),
- contrairement à certaines solutions solides recuites, le seul arrangement des dislocations observés dans la ferrite est de type cellulaire (cf cartographie des évolutions microstructurales de fatigue dans la ferrite sur la Figure 13).

Nous avons alors choisi d'explorer un paramètre microstructural jusqu'alors jamais étudié : la désorientation cristallographique entre cellules. Si la mise en oeuvre d'une mesure de désorientation entre cellules de dislocations a été évoquée dans la littérature [13, 14, 15, 16] elle n'a pas été réalisée de façon fiable. En effet, les études se sont heurtées à l'ampleur et à la complexité non seulement à obtenir des données (les résolutions angulaire $<1^\circ$, et spatiale $<1\mu\text{m}$ sont indispensables pour cette étude) mais également à les exploiter.

L'utilisation de la microdiffraction (cliché de Kikuchi) au MET associée à un traitement cristallographique semi-automatique très performant (Annexe 3) nous a permis de surmonter ces difficultés.

Nous avons choisi dans un premier temps d'étudier tout particulièrement l'évolution microstructurale au cours du cyclage (à 5%, 50% et 100%N/Na) pour une variation importante de déformation totale imposée (2%) dans le but de faciliter la recherche de paramètres microstructuraux pertinents, indicateurs du dommage de fatigue.

L'accent a ensuite été porté sur l'influence de la variation de déformation totale imposée (0,2; 0,4; 0,8; 1,2%).



Figure 12 : Cartographie des évolutions microstructurales de fatigue dans la bainite du matériau de référence.

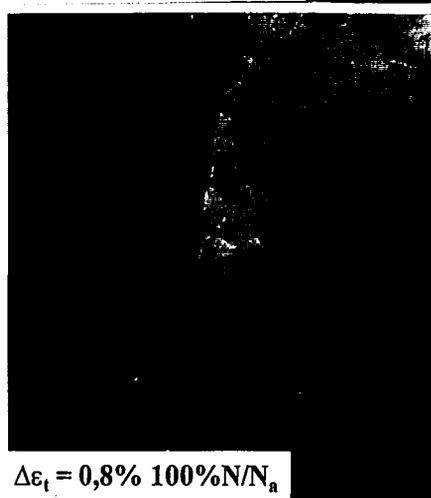
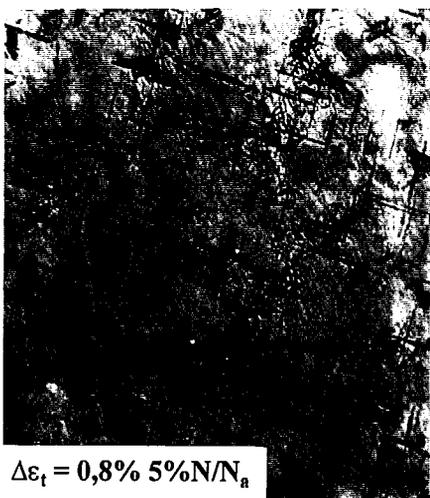
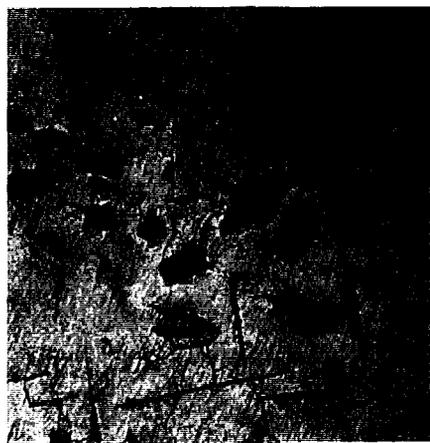


Figure 13 : Cartographie des évolutions microstructurales de fatigue dans la ferrite du matériau de référence.

III.2.1. Evolution des structures de dislocations dans la bainite

La cartographie de l'évolution des microstructures dans la bainite en fonction de la durée de vie et du niveau de sollicitation est représentée en Figure 12. **Elle montre pour chaque état une structure cellulaire, héritée de la restauration**, ayant eu lieu lors du revenu puis du vieillissement à 565°C. A ce stade de l'observation, les effets du dommage de fatigue ne sont pas visibles. Or, la bainite participe à l'accommodation de la déformation cyclique comme l'a montré l'étude de la microdureté (Figure 9). Ceci doit se répercuter sur sa microstructure. **Nous avons alors fait l'hypothèse que la désorientation des cellules de restauration évoluerait au cours de la sollicitation cyclique.**

Evolution au cours du cyclage

Etat cyclé à $\Delta\varepsilon_f=2\%$, 5%N/Na

L'architecture en sous-grains divisés en cellules est intacte par rapport à l'état initial et ne présente pas d'évolution cristallographique particulière. L'évolution majeure concerne l'intérieur des cellules (Figures 14b, 15b). Les sous-joints de restauration et les dislocations rectilignes semblent avoir évolué vers des enchevêtrements de dislocations, suggérant une mobilité certaine de ces dernières. Au milieu de ces dislocations apparaît un grand nombre de débris et boucles de dislocations, résultats typiques de l'interaction entre dislocations sous déformation cyclique [19, 17]. La dissociation des sous-joints de restauration se traduit par une diminution de la proportion des sous-joints faiblement désorientés et réciproquement par l'augmentation de la proportion des sous-joints fortement désorientés.

Etat cyclé à $\Delta\varepsilon_f=2\%$, 50%N/Na

C'est à nouveau à l'échelle des cellules que se manifeste principalement l'accommodation de la déformation (Figures 14c, 15c). Alors que les cellules se désorientent jusqu'à des valeurs supérieures à 10°, la densité des dislocations et des débris à l'intérieur des cellules semble diminuer très faiblement. On note également la légère dispersion de la désorientation des sous-grains de familles différentes autour des joints $\Sigma 3$ (60° autour de $\langle 111 \rangle$).

Etat cyclé à $\Delta\varepsilon_f=2\%$, 100%N/Na

La situation a considérablement évolué par rapport à l'état cyclé à mi durée de vie tant au niveau des parois inter-cellulaires qu'au niveau des dislocations intra-cellulaires (Figures 14d, 15d). D'une part, la désorientation de la majorité des cellules a augmenté et atteint dans certains cas des valeurs supérieures à 30°. D'autre part, la totalité des cellules présente une très faible densité de dislocations et est nettoyée des débris et boucles. Le processus de déstabilisation des joints $\Sigma 3$ s'est accru, notamment vers une diminution de la désorientation.

L'architecture des grains de bainite en familles de sous-grains est légèrement perturbée lors du cyclage. Ceci se traduit par la dispersion de la désorientation entre les familles autour des joints $\Sigma 3$. L'accommodation de la déformation plastique cyclique se concentre principalement à l'intérieur des cellules de restauration. Elle induit progressivement :

- la dissociation des sous-joints de restauration en formation à l'intérieur des cellules de restauration,
- puis la désorientation des parois des cellules de restauration (qui a, pour certaines, considérablement augmenté),
- et simultanément la forte diminution de la densité de dislocations à l'intérieur des cellules de restauration.

Influence de la variation de déformation imposée

Les évolutions des structures de dislocations au cours du cyclage sont de même nature quel que soit le niveau de déformation imposée (Figure 12). Les nombreuses observations au MET des états, avant et après cyclage, n'ont pas mis en évidence une évolution de la taille des cellules de restauration. Seule la présence d'unités de taille inférieure à celle des cellules (sous-cellules) est visible à l'état initial.

A rupture, seule la désorientation liée aux structures de dislocations permet de faire la distinction entre les différents niveaux de déformation totale imposée. L'augmentation de la variation de déformation se traduit par une augmentation de la désorientation des cellules de restauration, comme le montrent les histogrammes des désorientations pour $\Delta\varepsilon_t=0,8\%$ et $\Delta\varepsilon_t=2\%$ (Figure 16).

La correspondance entre la désorientation des parois des cellules et la densité des dislocations à l'intérieur des cellules témoigne du niveau de la sollicitation. Les niveaux des désorientations sont similaires entre l'état cyclé à rupture à $\Delta\varepsilon_t=0,8\%$ et l'état cyclé à mi-durée de vie à $\Delta\varepsilon_t=2\%$. Mais le stock de dislocations mobiles à l'intérieur des cellules de restauration, donc disponible pour le processus de restauration, est élevé à mi-durée de vie et épuisé à rupture.

Conclusions

Le dommage lié à la plasticité cyclique se traduit dans la bainite par l'augmentation de la désorientation des cellules de restauration :

- au cours du cyclage quelle que soit l'importance de la déformation subie,
- avec l'amplitude de déformation imposée quelle que soit la durée de vie en fatigue.

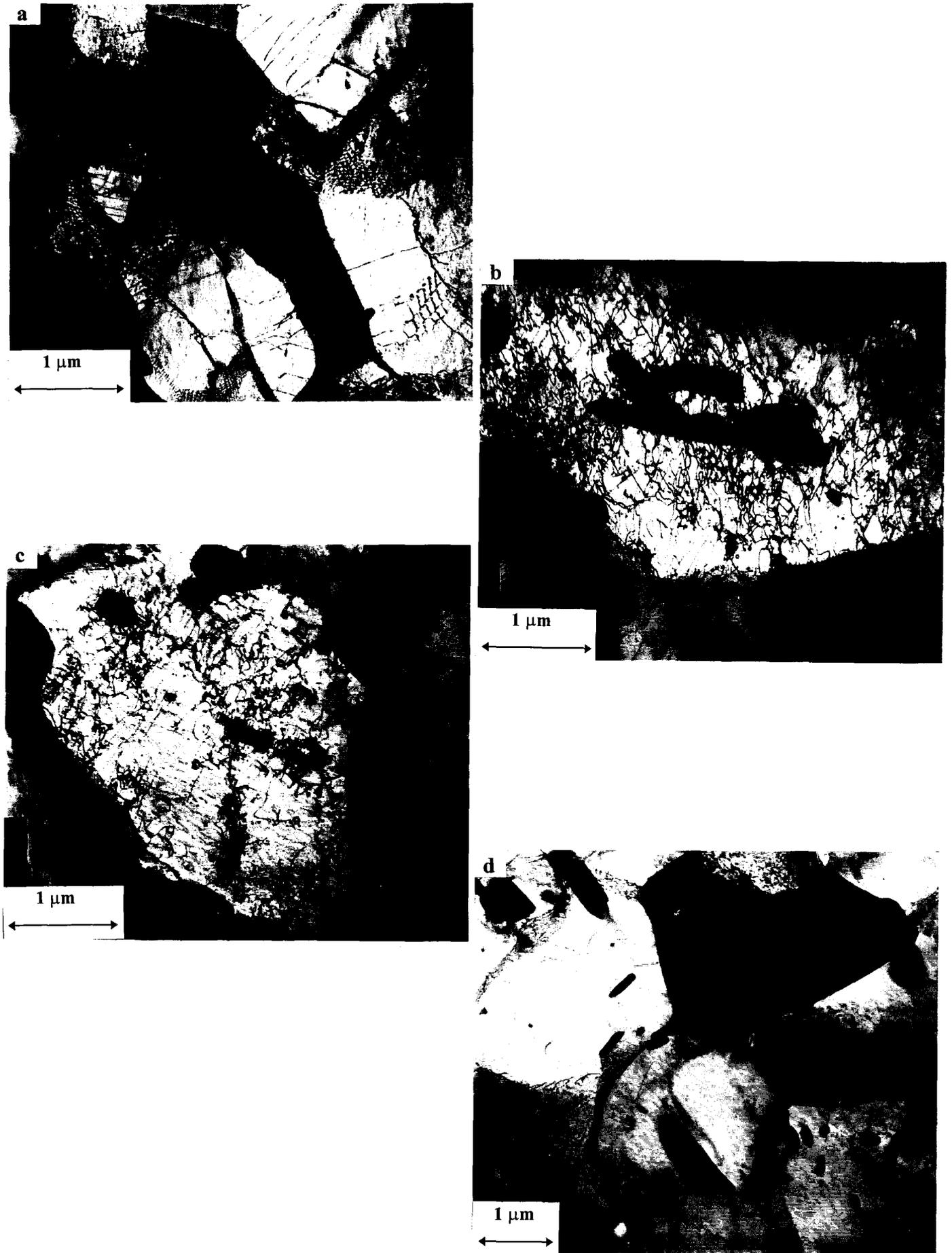
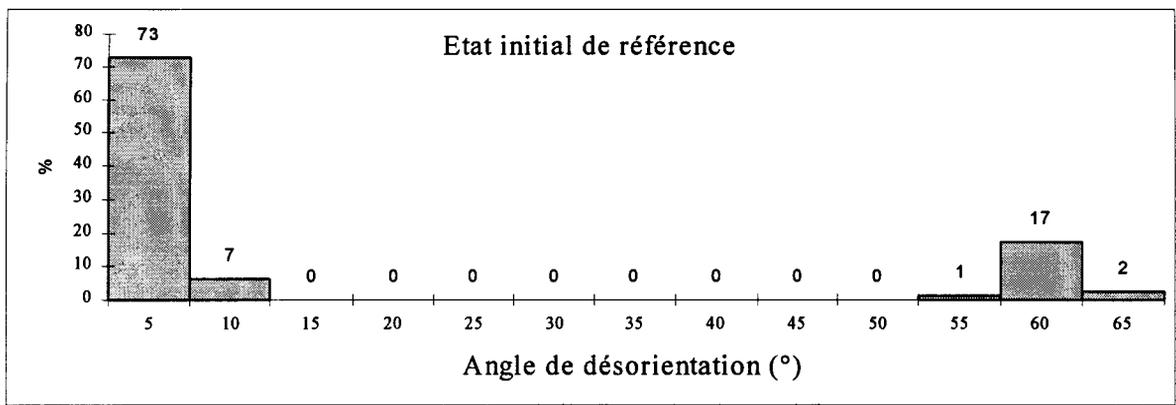
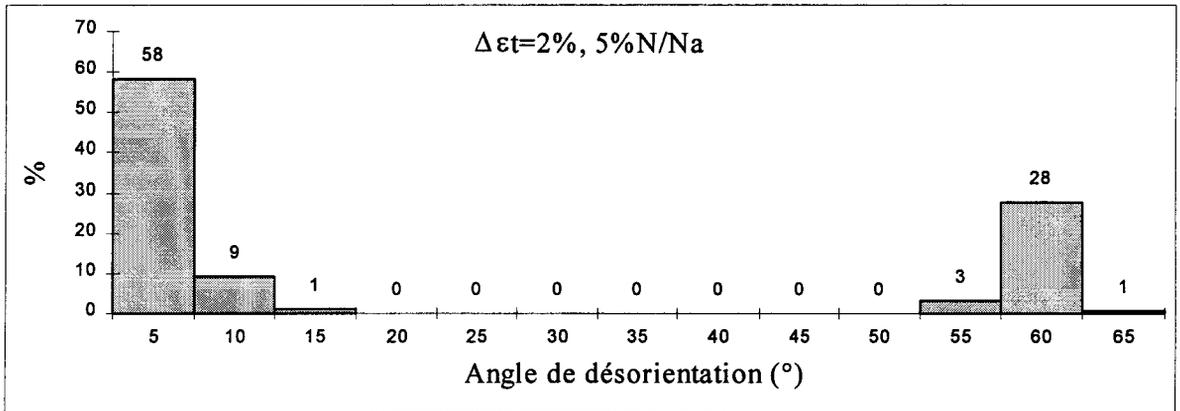


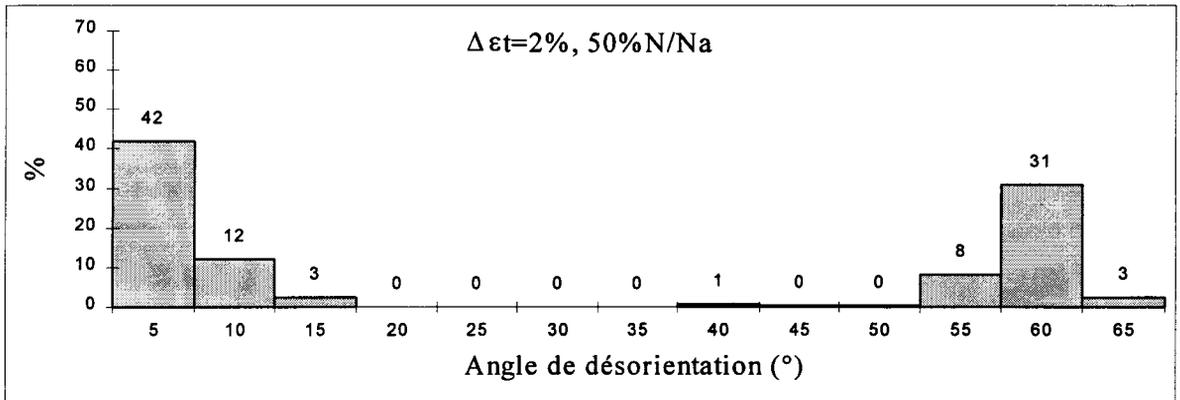
Figure 14 : Aspect des cellules de dislocations dans la bainite du matériau de référence avant cyclage (a) et à $\Delta\epsilon_f=2\%$, pour 5%N/Na (b), 50%N/Na (c), 100%N/Na (d).



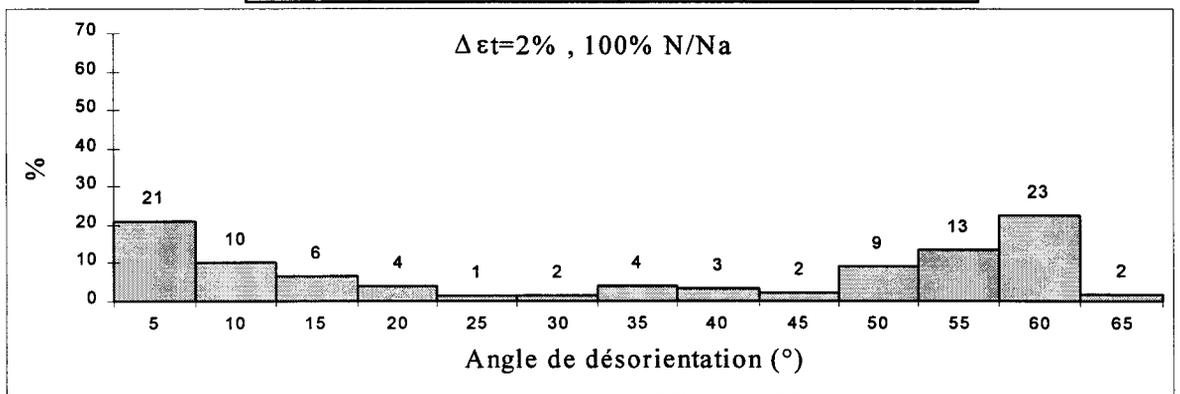
(a)



(b)



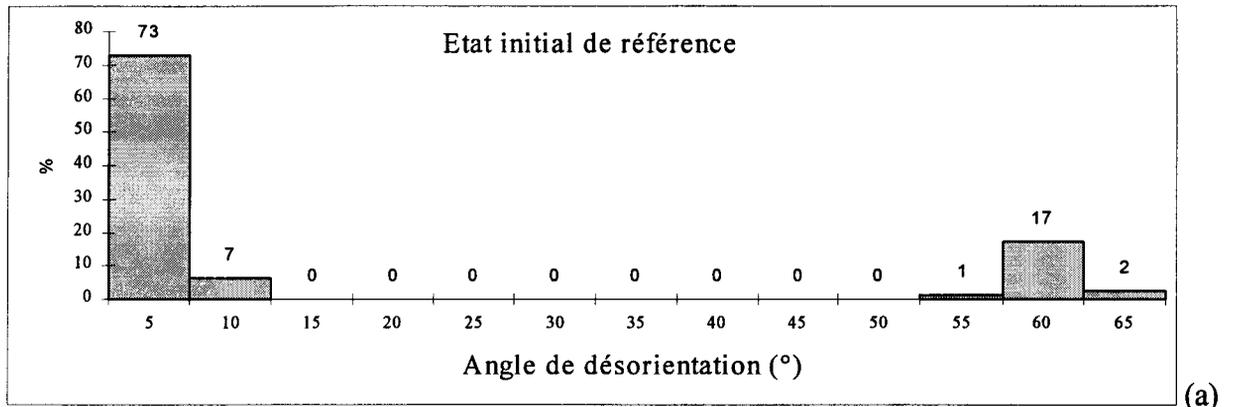
(c)



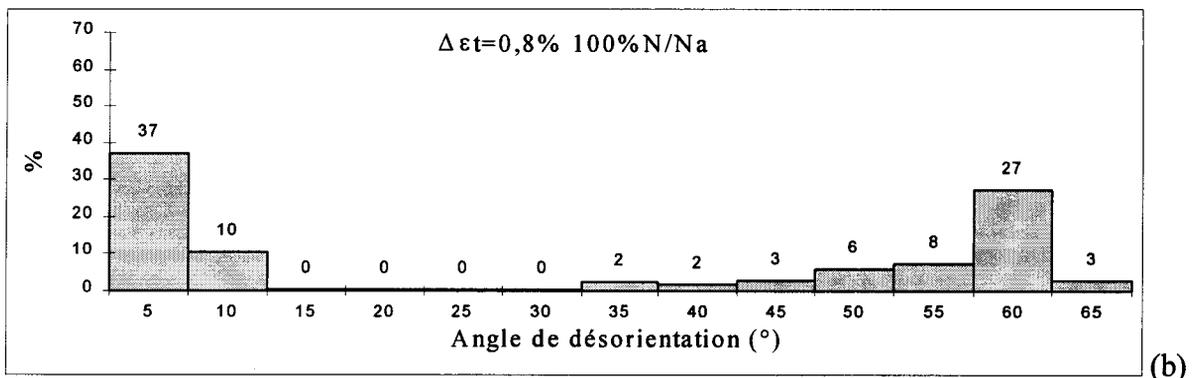
(d)

$\Sigma 43a$	$\Sigma 51a$	$\Sigma 7$	$\Sigma 9$	$\Sigma 49c$	$\Sigma 37c$	$\Sigma 31b$	$\Sigma 45c$	$\Sigma 3$	$\Sigma 43c$
$15^\circ <111>$	$16^\circ <110>$	$38^\circ <111>$	$39^\circ <110>$	$49^\circ <223>$	$51^\circ <111>$	$52^\circ <112>$	$53^\circ <122>$	$60^\circ <111>$	$61^\circ <233>$
2 %	1 %	1 %	2 %	5 %	4 %	5 %	3 %	8 %	5 %

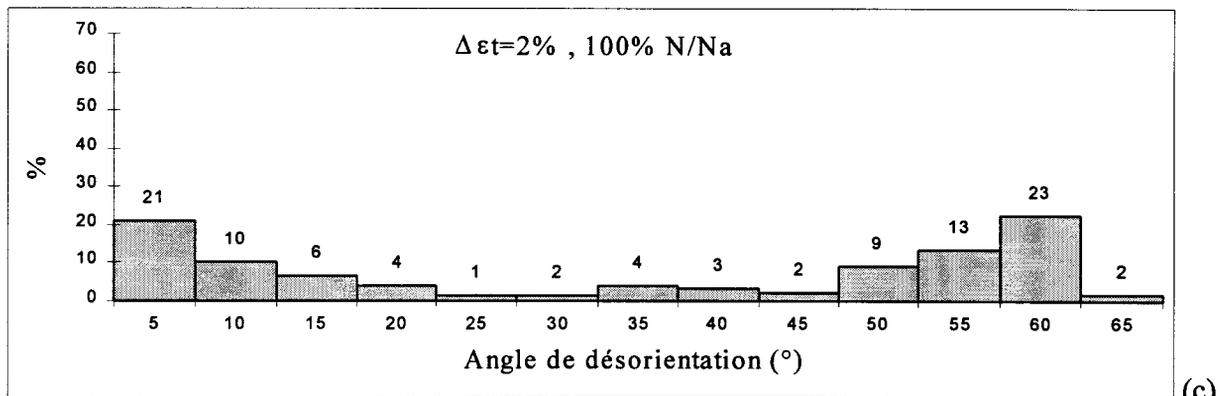
Figure 15 : Evolution de la désorientation des parois et pourcentage des sous-joints de coïncidence (CSL) dans la bainite du matériau de référence avant cyclage (a) et à $\Delta \epsilon_t = 2\%$, pour 5% N/Na (b), 50% N/Na (c), 100% N/Na (d).



$\Sigma 37c$ 51° <111>	$\Sigma 33c$ 59° <110>	$\Sigma 3$ 60° <111>
1 %	1 %	12 %



$\Sigma 7$ 38° <111>	$\Sigma 9$ 39° <110>	$\Sigma 49c$ 49° <223>	$\Sigma 45c$ 53° <122>	$\Sigma 3$ 60° <111>	$\Sigma 43c$ 61° <233>
2 %	1 %	6 %	4 %	16 %	1 %



$\Sigma 43a$ 15° <111>	$\Sigma 51a$ 16° <110>	$\Sigma 7$ 38° <111>	$\Sigma 9$ 39° <110>	$\Sigma 49c$ 49° <223>	$\Sigma 37c$ 51° <111>	$\Sigma 31b$ 52° <112>	$\Sigma 45c$ 53° <122>	$\Sigma 3$ 60° <111>	$\Sigma 43c$ 61° <233>
2 %	1 %	1 %	2 %	5 %	4 %	5 %	3 %	8 %	5 %

Figure 16 : Evolution de la désorientation des parois et pourcentage des sous-joints de coïncidence (CSL) dans la bainite du matériau de référence en fonction de la variation de déformation imposée : état initial (a), $\Delta \epsilon_t = 0,8\%$, 100%N/Na (b) et $\Delta \epsilon_t = 2\%$, 100%N/Na (c).

III.2.2. Evolution des structures de dislocations dans la ferrite

Une première évaluation des structures de dislocations développées dans la ferrite au cours du cyclage pour différentes variations de déformation imposées (Figure 13) a permis de conclure **que la seule structure formée en fatigue est une architecture cellulaire**. Aucune autre variété d'arrangements de dislocations typiques de la fatigue (murs, bandes persistantes de glissements, ...) n'apparaît, comme dans les aciers CFC et dans certains CC. Il a donc fallu s'intéresser à des paramètres quantitatifs qui permettent de différencier ces cellules pour les différents états cyclés. **Nous avons particulièrement axé nos travaux sur le critère de désorientation cristallographique entre ces cellules** (en plus des critères classiques morphologiques).

Aucune mesure de désorientation n'a été effectuée à l'état initial puisque la ferrite contient alors une faible densité de dislocations non arrangées (Figure 17a).

Au vu de l'hétérogénéité de la localisation de la déformation à l'intérieur des grains de ferrite, nous avons séparé les études des désorientations à coeur des grains, de celles près des joints de grains. Les grains qui présentent une forte densité de dislocations non arrangées ont fait l'objet d'une étude de désorientation sur profils linéaires (avec un pas d'environ 1,5 μm).

Evolution au cours du cyclage

Etat cyclé à $\Delta\varepsilon_f=2\%$, 5%N/Na

La microstructure s'enrichit considérablement en dislocations dès les 5 premiers % de la durée de vie (Figures 17b, 18a). Elles apparaissent réparties de façon homogène dans les grains sous forme d'enchevêtrements présentant un tout début d'organisation en cellules que nous appellerons **sous-cellules de fatigue**. La taille moyenne de ces sous-cellules de dislocations est d'environ 1 μm . Les parois de cette architecture sont très peu condensées et contiennent une faible densité des débris de dislocations ce qui induit la présence de faibles désorientations à coeur.

Certains grains présentent, près des joints de grains anguleux (aussi bien ferritiques que bainitiques), des sous-joints plus denses qui forment des cellules de fatigue de quelques microns contenant parfois des sous-cellules de fatigue aux parois très peu denses comme à coeur.

Etat cyclé à $\Delta\varepsilon_f=2\%$, 50%N/Na

L'architecture à coeur a globalement peu évolué par rapport à l'état interrompu à 5% de durée de vie. Les dislocations à coeur sont de plus en plus localisées dans certaines parois formant des débuts de cellules de fatigue de taille hétérogènes (jusqu'à 10 μm), à l'intérieur desquelles on retrouve l'architecture en sous-cellules aux parois peu denses (Figures 17d, 18c).

A mi-durée de vie, tous les grains de ferrite présentent des cellules, dans les parties très anguleuses des joints de grains, de morphologies identiques mais de désorientations plus importantes que celles observées à 5% de durée de vie (Figures 17c, 18b).

Ces évolutions microstructurales n'apparaissent pas de la même façon dans tous les grains. Une étude statistique a permis de mettre en évidence que ce n'est pas l'orientation cristallographique, ni l'entourage (ferritique ou bainitique), qui influencent la formation de cellules mais seulement la taille des grains de ferrite. Les grains de petite taille ont tendance à présenter une microstructure témoignant d'une accommodation de déformation plus importante que les gros grains.

Etat cyclé à $\Delta\varepsilon_f=2\%$, 100%N/Na

Si les cellules bien formées se localisaient jusqu'à présent principalement près des joints de grains, à rupture, elles apparaissent bien formées, même à coeur. La distribution hétérogène de la contrainte (fonction de la taille des grains) est confirmée puisqu'une grande différence de sous-structure apparaît entre les petits (Figures 19c et d, 20c et 20d) et les gros (Figures 19a et b, 20a et 20b) grains de ferrite.

Peu de nouvelles parois bien formées apparaissent dans les gros grains. Les cellules bien formées sont présentes près d'une partie de leurs joints et un début d'organisation en sous-cellules apparaît à coeur. Les désorientations atteintes par les joints en formation à coeur n'ont toujours pas évolué (par rapport à l'état initial). Les cellules près des joints de grains ont continué, par contre, à se désorienter jusqu'à 10° .

Certains grains, de petite taille, présentent des cellules, aussi bien à coeur que près des joints, de désorientations similaires. Les cellules près des joints de grains sont de taille assez homogène et n'ont pas évolué avec le cyclage. Les cellules présentes à coeur ont gardé la même taille qu'à 50% de durée de vie pour les plus grosses ($10\mu\text{m}$) et possèdent la taille des sous-cellules présentes initialement pour les plus petites ($1\mu\text{m}$). La densité des dislocations mobiles a considérablement diminué à l'intérieur des cellules.

L'accommodation du dommage plastique cyclique par la ferrite se traduit au long du cyclage par :

- **l'augmentation importante de la densité de dislocations au début du cyclage,**
- **l'arrangement simultané de ces dislocations en une architecture de sous-cellules de fatigue de petite taille aux parois peu denses,**
- **puis par la formation progressive de cellules de fatigue d'abord près des joints de grain (notamment ceux qui délimitent une zone aiguë du grain) puis à coeur des grains (notamment des petits grains), dont la désorientation augmente au cours du cyclage,**
- **et par la diminution simultanée de la densité des dislocations mobiles.**

Influence de la variation de déformation imposée

Quelle que soit la variation de déformation imposée (0,2%, 0,4%, 0,8% et 1,2%), le processus de formation de sous-joints pour aboutir aux cellules de fatigue est identique à celui décrit pour l'état cyclé à 2% (Figure 13). Si la nature de l'évolution ne dépend pas de la variation de déformation appliquée, il en va autrement de la cinétique du mécanisme. L'apparition des structures cellulaires est d'autant plus rapide et marquée que le niveau de déformation imposé est important. Ainsi, à mi-durée de vie, la présence de parois bien formées n'est nette que pour une variation de déformation totale imposée de 1,2% alors qu'elle n'est décelable qu'en fin de vie pour une variation de déformation totale de 0,4%. Si la taille des cellules formées semble augmenter quand le niveau de déformation diminue, elle est trop hétérogène pour être un critère quantitatif du niveau de déformation. C'est l'association entre la désorientation des parois des cellules formées et la densité de dislocations qui permet donc de différencier un état fortement cyclé interrompu en début de vie à un état faiblement cyclé à rupture. Pour un même niveau de désorientation atteint, le mécanisme de restauration est quasiment épuisé pour une faible déformation (la densité des dislocations est alors très faible), alors qu'il débute pour une forte déformation (la densité des dislocations est alors très importante).

Conclusions

Le dommage plastique cyclique se traduit dans la ferrite par :

- la formation de cellules de fatigue,
- et simultanément par leur désorientation qui augmente au cours du cyclage.

Ces effets sont d'autant plus rapides et marqués que le niveau de déformation imposé est important.

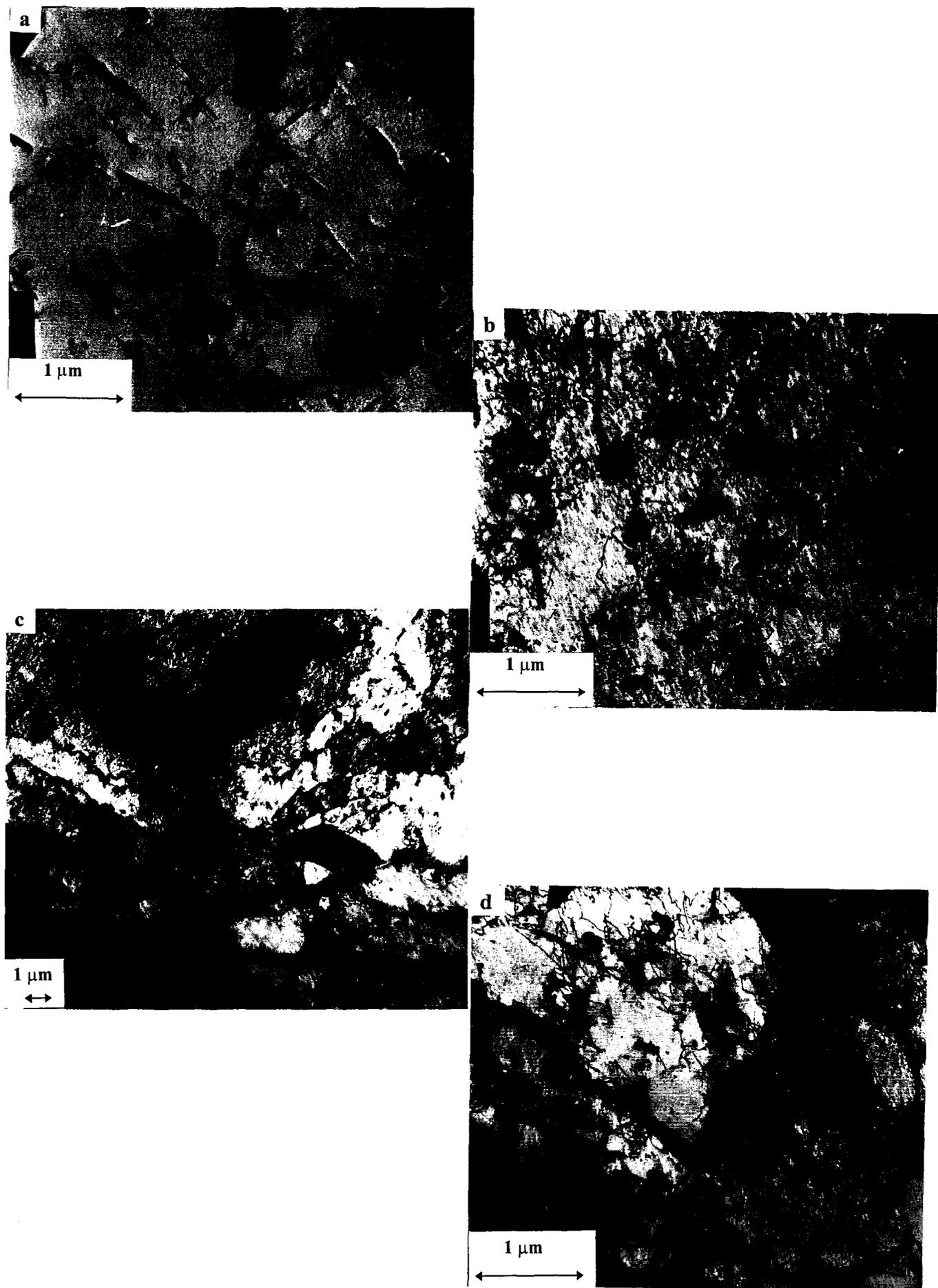


Figure 17 : Aspect des cellules de dislocations dans la ferrite du matériau de référence à l'état initial (a), à $\Delta\epsilon_t=2\%$, pour 5%N/Na (b), 50%N/Na près des joints de grains (c), 50%N/Na à coeur (d).

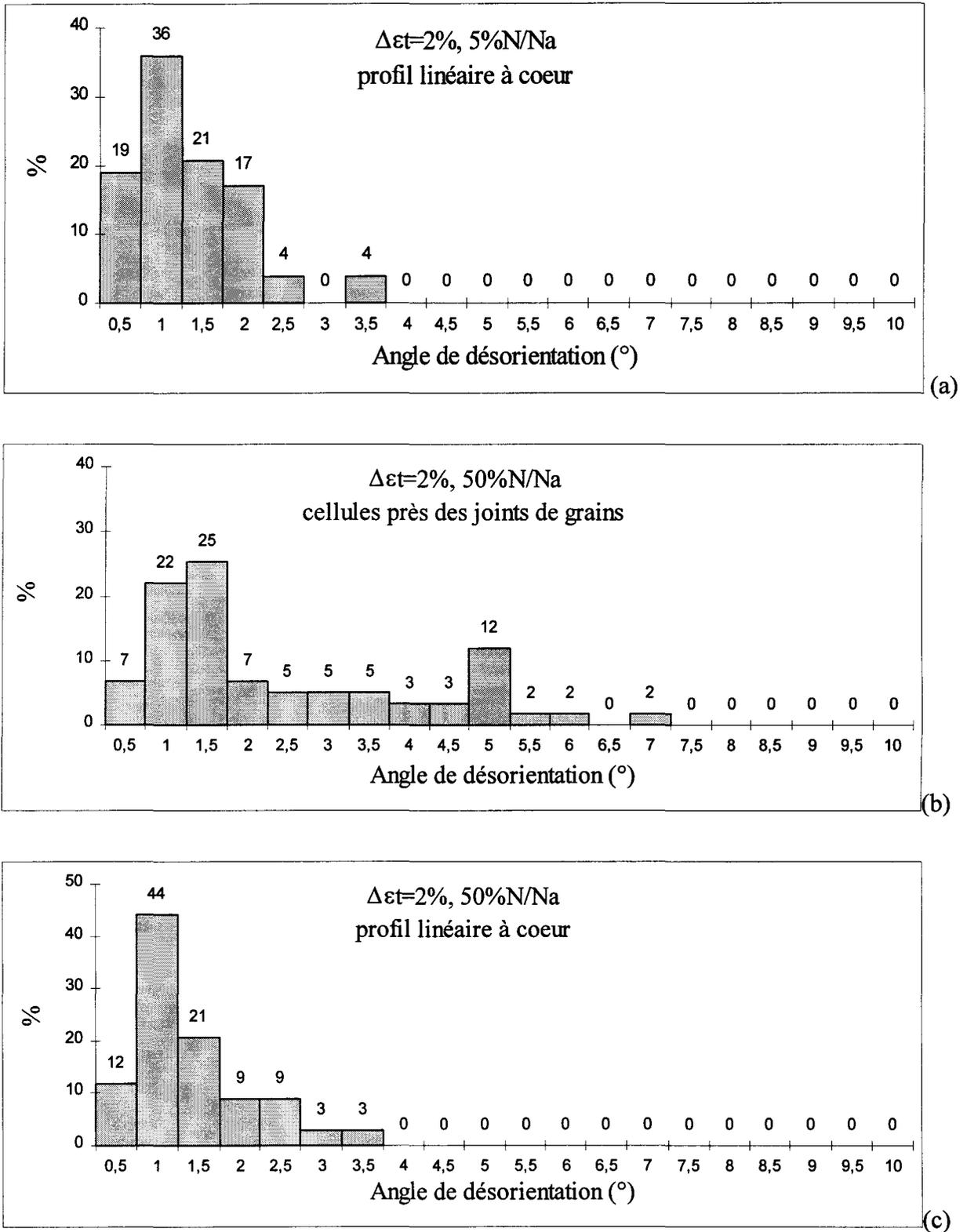


Figure 18 : Evolution de la désorientation dans la ferrite du matériau de référence à $\Delta\epsilon_t=2\%$ pour 5%N/Na (a), et à 50%N/Na près des joints de grain (b) et à coeur (c).

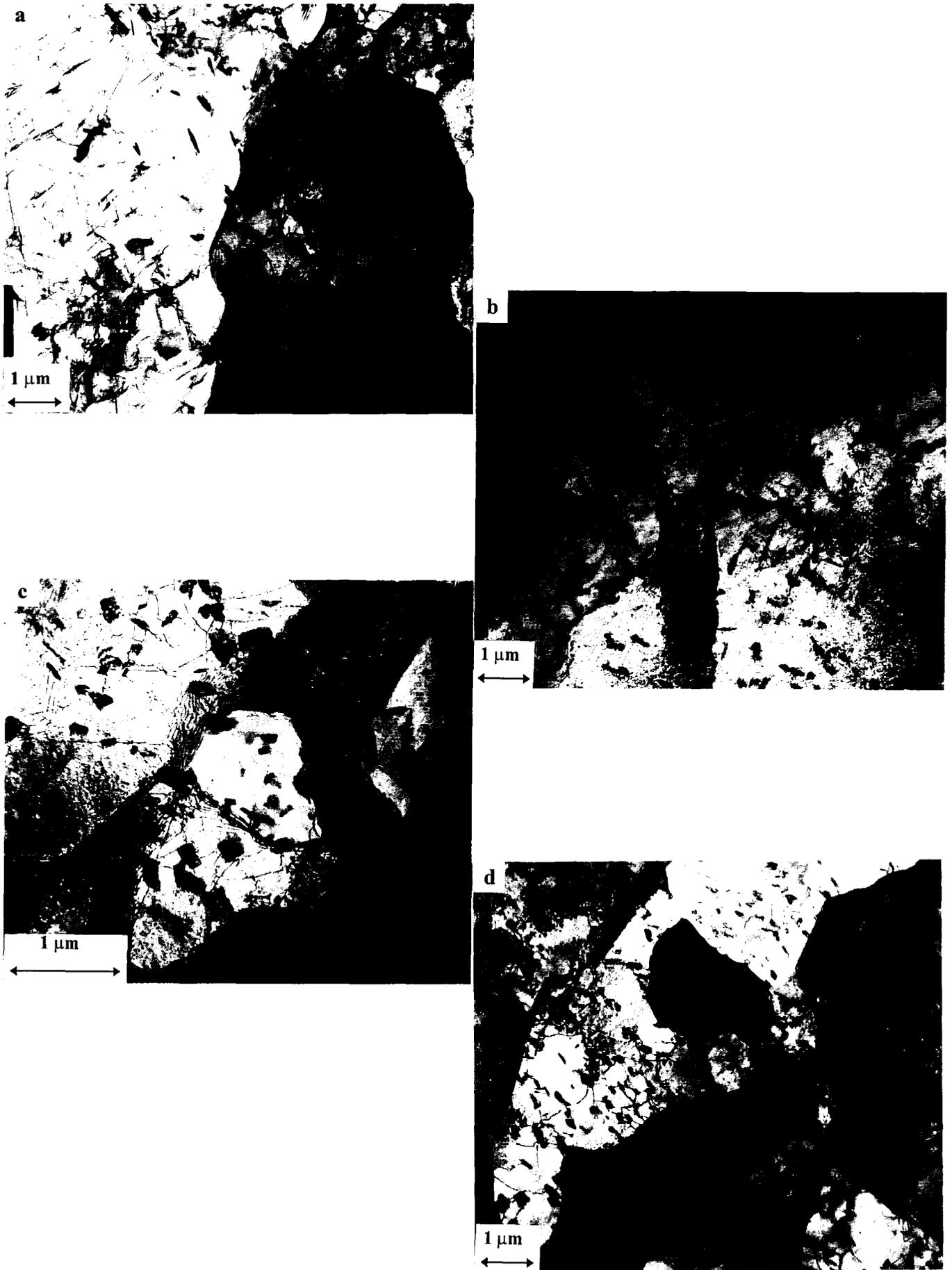


Figure 19 : Aspect des cellules de dislocations dans la ferrite du matériau de référence à $\Delta\varepsilon_t=2\%$, pour $100\%N/Na$ dans les gros grains, près des joints de grains(a) et à coeur (b) dans les petits grains, près des joints de grains (c) et à coeur (d).

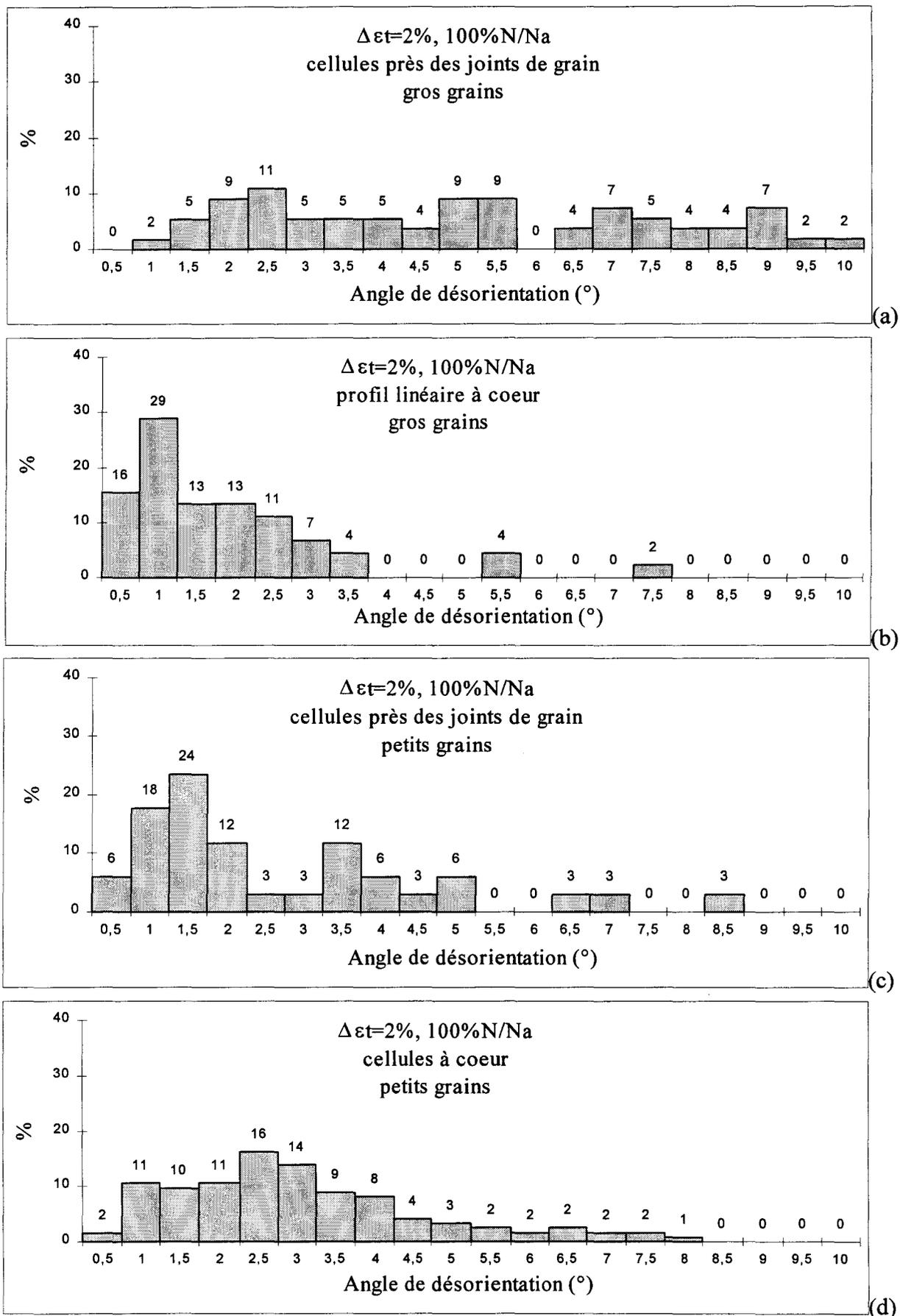


Figure 20 : Evolution de la désorientation dans la ferrite du matériau de référence à $\Delta\epsilon_f=2\%$, pour 100%N/Na dans les gros grains : près des joints de grains (a) et à coeur (b) et dans les petits grains : près des joints de grains (c) et à coeur (d).

III.3.Mécanisme de déformation

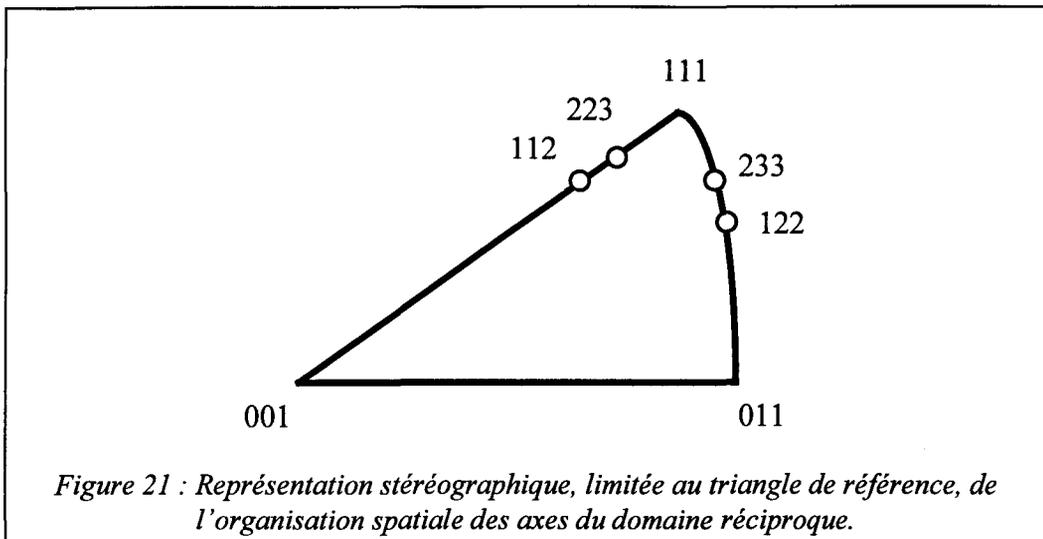
III.3.1.Cas de la bainite

Les observations microstructurales couplées avec l'étude des désorientations associées permettent de conclure que l'accommodation du dommage cyclique par la phase bainitique induit majoritairement une évolution localisée à l'intérieur des sous-grains, au niveau des cellules de restauration. Cette évolution est organisée en deux grandes étapes.

- La première étape consiste, dès les tout premiers cycles, en la dissociation des sous-joints de restauration, en formation à l'intérieur des cellules. Ceci induit le durcissement macroscopique observé au tout début du cyclage (Figure 8). Cette dissociation libère une forte densité de dislocations mobiles qui, ajoutées aux dislocations présentes dans les cellules avant cyclage, fournissent à la bainite un stock de dislocations mobiles important. La bainite présente un état similaire à un état écroui et peut alors facilement utiliser ce stock de dislocations mobiles pour accommoder la déformation. Les possibilités d'annihilation des dislocations sont alors nombreuses et facilitées par une sollicitation cyclique [18]. Ceci explique l'adoucissement important observé dans les 5 premiers % de durée de vie (Figure 9). Les interactions entre dislocations produisent également un grand nombre de débris et de boucles de dislocations typiques de la fatigue [19].

- La deuxième étape concerne la rotation des parois de cellules initialement faiblement désorientées. Cette évolution peut être attribuée à l'augmentation de la densité de débris de dislocations à l'intérieur des parois de cellules. Cette hypothèse est validée aussi bien par l'observation de l'arrangement des dislocations que par l'étude cristallographique associée. La forte évolution de la désorientation de ces parois dans la dernière moitié de vie correspond exactement à la disparition des dislocations à l'intérieur des cellules. Le mécanisme microstructural associé correspond au glissement des dislocations à l'intérieur des cellules (facilité par le vieillissement de la bainite, cf ch3§II.3) qui entraîne les débris et boucles de dislocations vers les parois des cellules. L'intégration progressive de ces débris dans les parois perturbe l'énergie du sous-joint qui évolue vers une plus forte désorientation plus favorable énergétiquement. Ce mécanisme opère jusqu'à épuisement du stock de dislocations présentes à l'intérieur des cellules.

Cristallographiquement, on a constaté que les sous-joints fortement désorientés de 60° autour de $\langle 111 \rangle$, ont tendance à se déstabiliser au cours du cyclage et à évoluer vers des sous-joints souvent un peu moins désorientés, toujours autour de $\langle 111 \rangle$, ou bien autour d'axes proches de $\langle 111 \rangle$ ($\langle 233 \rangle$, $\langle 112 \rangle$, $\langle 223 \rangle$, $\langle 122 \rangle$, Figure 21). Ces évolutions des $\Sigma 3$ semblent donc relativement faibles et peuvent être attribuées à une perturbation, liée au dommage plastique.



Le niveau de déformation appliqué joue un rôle important dans la première étape de l'accommodation microstructurale puisque le stock de dislocations libérées est plus important à fort qu'à faible niveau de déformation. La deuxième étape s'effectue peut être moins vite à faible niveau de déformation puisque la probabilité de pousser des débris jusqu'à une paroi (directement liée au libre parcours moyen d'une dislocation) augmente avec le niveau de déformation. Mais ce mécanisme d'accommodation de l'endommagement cyclique est épuisé avant la rupture puisque la densité de dislocations, de débris et de boucles est très faible à l'intérieur des cellules de restauration quel que soit l'état cyclé à rupture.

Le mécanisme de déformation cyclique dans la bainite révélé ici était jusqu'alors insoupçonné. Il explique de façon tout à fait logique que la bainite assimilable à un matériau prédéformé s'adoucisse sous sollicitation cyclique (Figure 8) par arrangements en structures de dislocations de faible énergie (annihilation et arrangement dans les parois préexistantes) [20].

Le mécanisme microstructural d'endommagement par fatigue oligocyclique à haute température des grains de bainite du matériau bainito-ferritique a été schématisé en Figure 22. L'influence du niveau de déformation a été schématisée en Figure 23.



Figure 22 : Schématisation des évolutions microstructurales dans la bainite du matériau de référence au cours du cyclage de fatigue oligocyclique à chaud.

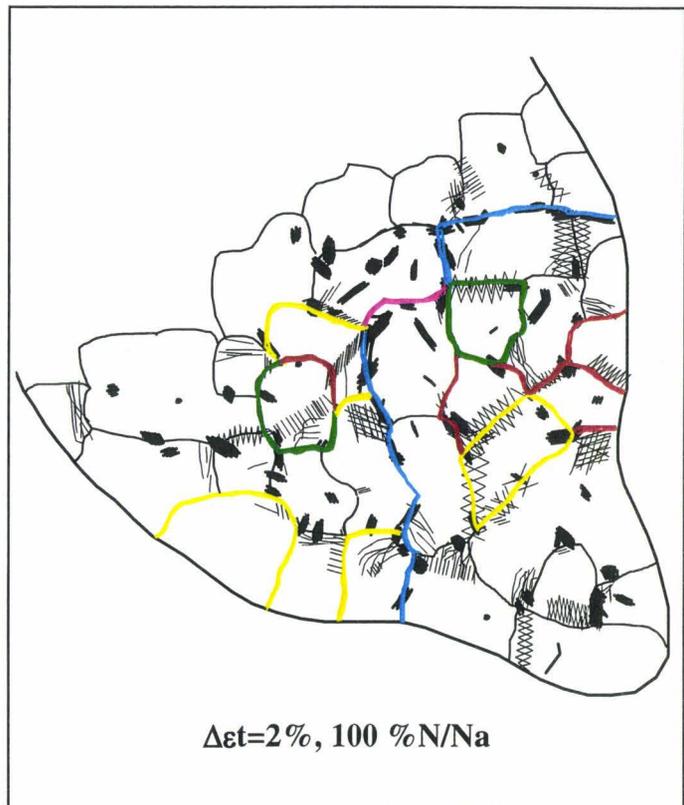
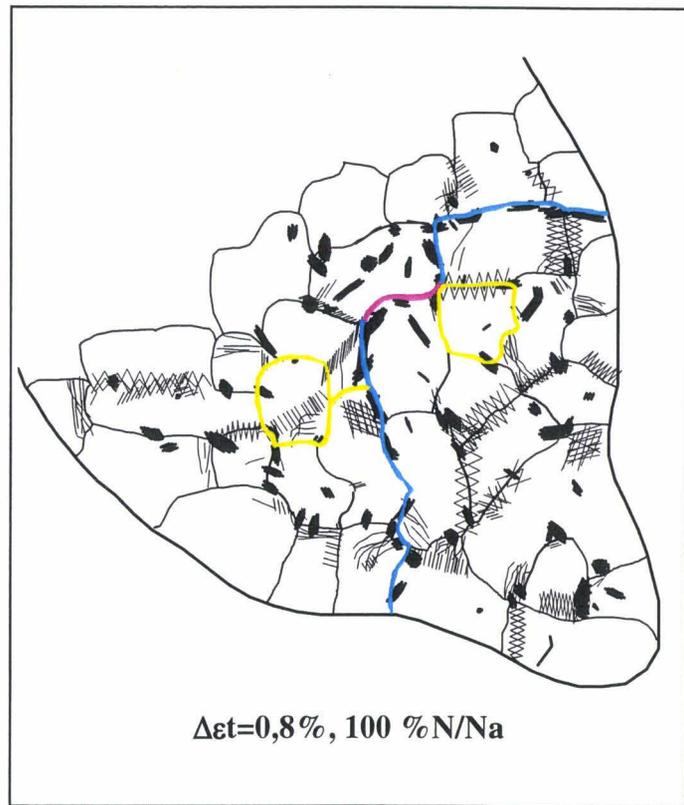
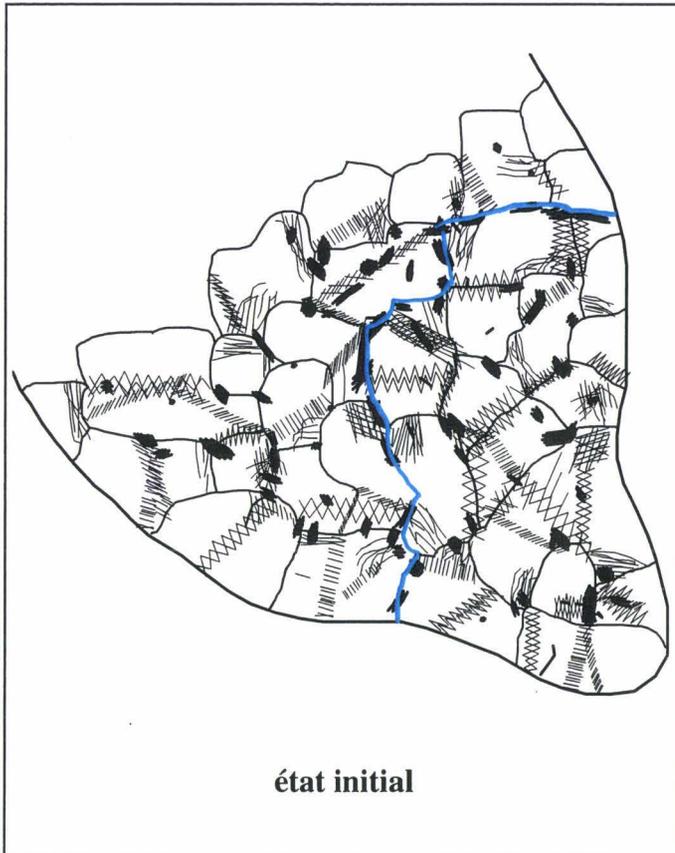


Figure 23 : Schématisation de l'influence de la variation de la déformation sur les évolutions microstructurales de fatigue oligocyclique à chaud dans la bainite du matériau de référence.

III.3.2.Cas de la ferrite

Le processus d'endommagement cyclique de la ferrite fait intervenir simultanément deux mécanismes microstructuraux successifs : écrouissage cyclique et équilibre dynamique.

- La ferrite, quasiment vierge de dislocations avant cyclage, s'écrouit cycliquement par la création d'une forte densité de dislocations. Ceci induit le durcissement observé dans les 5 premiers % de durée de vie (Figure 9). Le mouvement de ces dislocations et leurs interactions créent de nombreux débris et boucles de dislocations [19, 21].

- Le durcissement cyclique fait peu à peu place à une phase de stabilisation. Les dislocations ont tendance à s'arranger en parois pour minimiser leur énergie. La taille des sous-cellules formées n'évolue pas au cours du cyclage. C'est la densité des dislocations à l'intérieur des parois de cette architecture qui augmente quand le nombre de cycles augmente (Figure 24). Au cours du cyclage les dislocations mobiles glissent et entraînent les débris et boucles vers les sous-joints en formation. L'intégration de ces débris dans les parois perturbe l'énergie du sous-joint qui se désoriente par rotation-restauration pour retrouver une conformation stable énergétiquement. Au cours des cycles, la densité des débris de dislocations augmente dans les parois et engendre la formation de cellules de fatigue de plus en plus désorientées.

Ces deux mécanismes d'écrouissage cyclique et d'équilibre dynamique n'interviennent pas de façon homogène à l'intérieur des grains de ferrite. Les déformations des grains durs de bainite peuvent induire des concentrations de contraintes au niveau des joints de grain qui entourent les grains mous de ferrite. Même si le niveau de sollicitation imposée n'est pas très important, ce gradient empêche l'activation d'un seul glissement, favorisée par une déformation modérée et homogène, et impose l'activation rapide de plusieurs systèmes de glissement notamment près des joints de grains. Ceci explique, à bas niveau de cyclage, l'absence de murs dipolaires de dislocations, contrairement aux résultats de Yoshida [22], et la présence de cellules près des joints de grain. Les cellules se forment donc d'abord près des joints de grains, et préférentiellement vers ceux qui délimitent une zone aiguë puisque c'est dans ce volume que la concentration de la contrainte est la plus importante. C'est la raison pour laquelle les grains les plus petits sont divisés en cellules contrairement aux gros grains qui semblent avoir peu accommodé la déformation. Les cellules apparaissent peu à peu à coeur et leur taille assez variable traduit l'hétérogénéité de la déformation à l'intérieur des grains.

La densité des dislocations créées lors de la phase d'écrouissage augmente quand le niveau de la sollicitation croît. Or, le mode d'arrangement des dislocations en parois est identique quelle que soit la déformation imposée. L'augmentation de l'amplitude de déformation (pour une fraction de vie identique) se traduit alors par la légère diminution de la taille des cellules formées (très difficile à mettre en évidence pour le matériau de référence mais montrée dans le cas d'un 10CD910 essentiellement ferritique au chapitre 3) et surtout par l'augmentation

de la densité des dislocations dans les parois donc par l'augmentation de la désorientation (Figure 25).

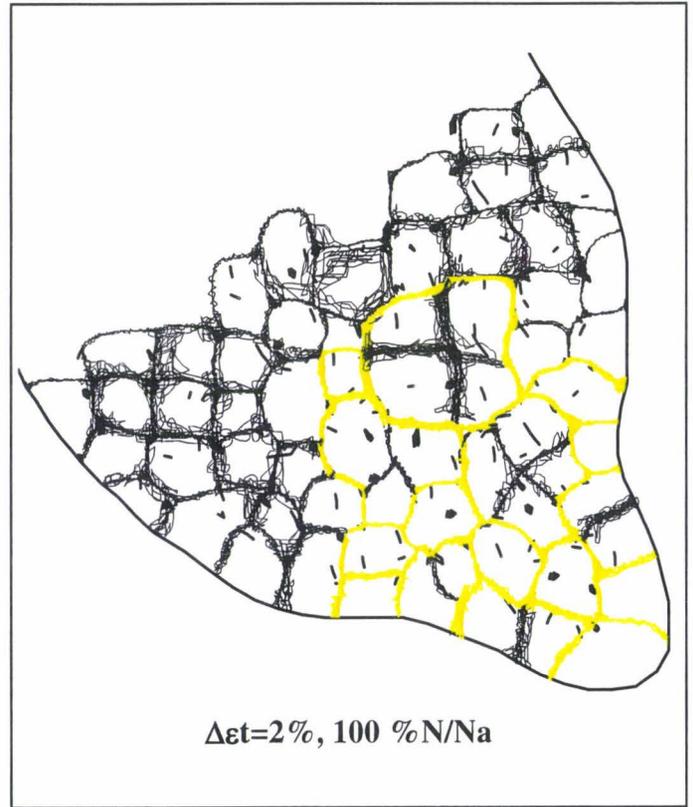
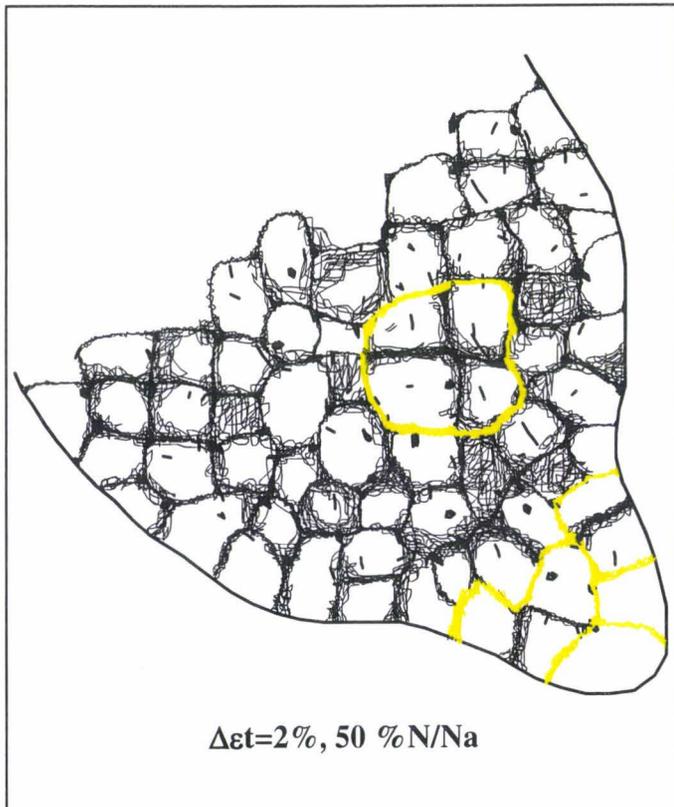
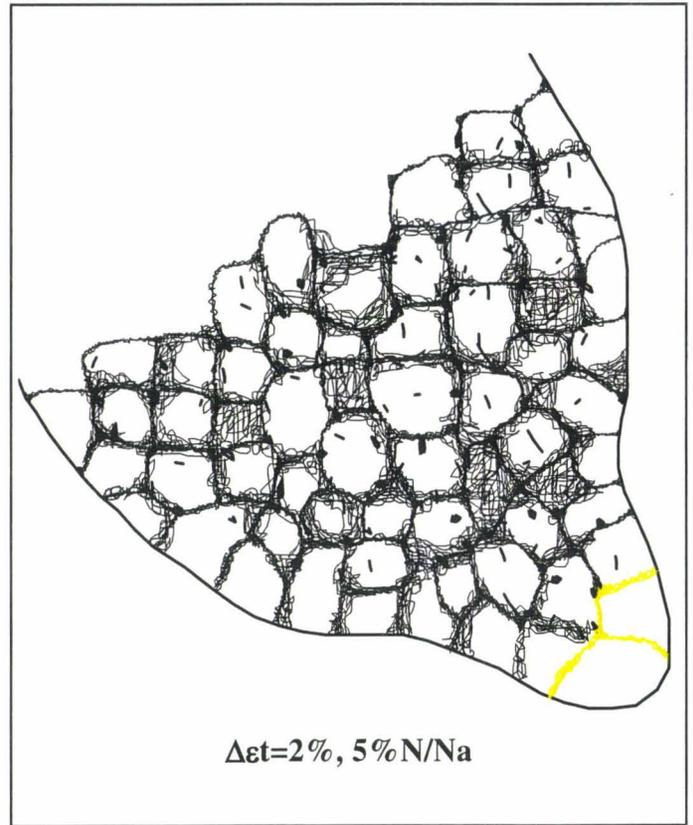
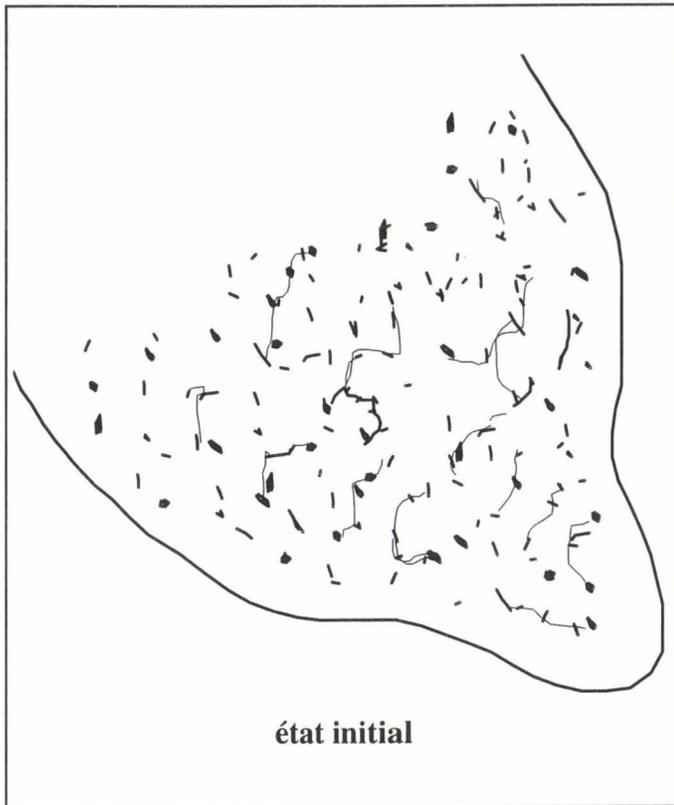
La formation de cellules à rupture ne permet pas de statuer sur le mode de déformation de cette ferrite. Seule l'étude du matériau essentiellement ferritique (cf ch3§III) nous permet de conclure que la ferrite du 10CD910, sous sollicitation cyclique à 565°C, a un comportement typique du domaine «haute température» en raison de la formation de murs dipolaires.

Le mécanisme microstructural d'endommagement par fatigue oligocyclique à haute température des grains de ferrite du matériau bainite-ferritique a été schématisé en Figure 24. L'influence du niveau de déformation a été schématisée en Figure 25.

III.4. Conclusions : Interaction Bainite-Ferrite

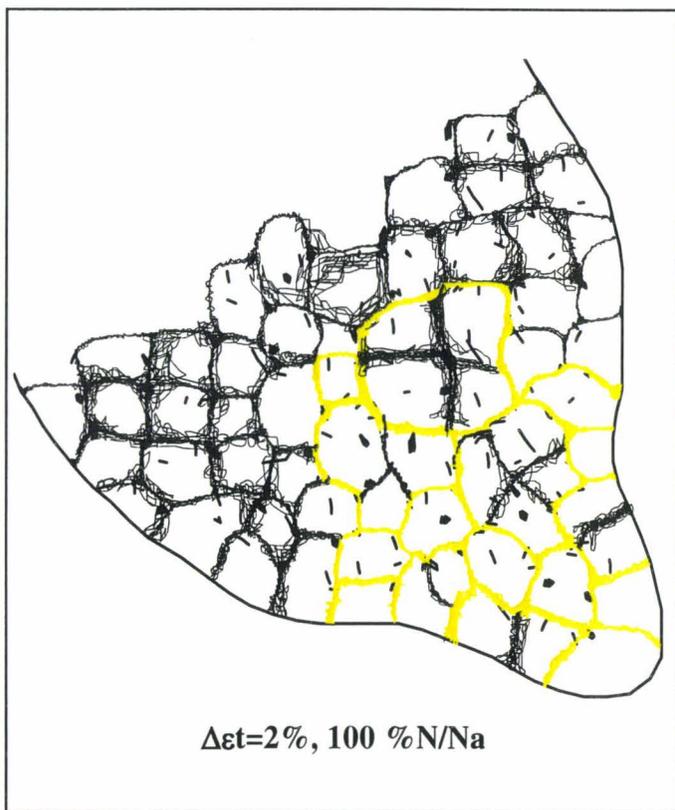
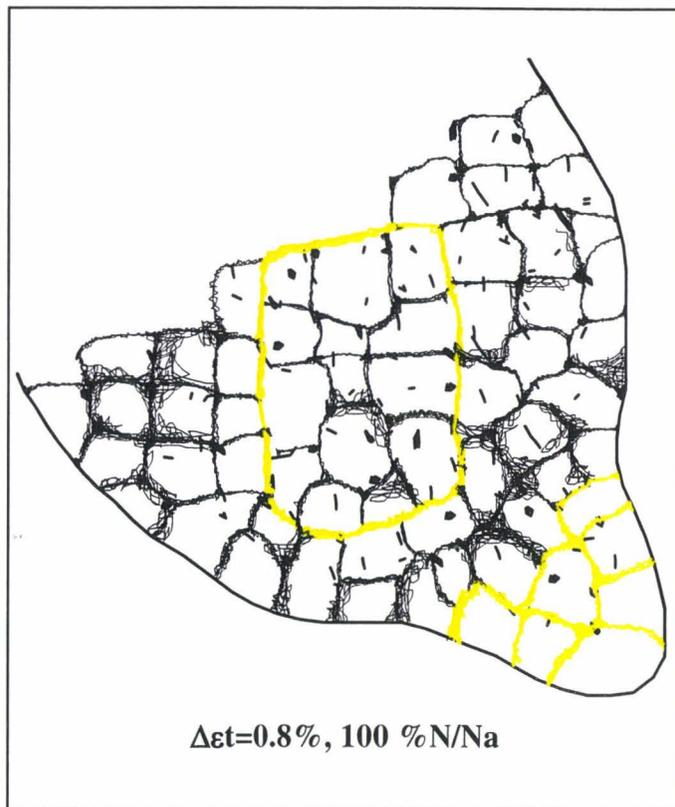
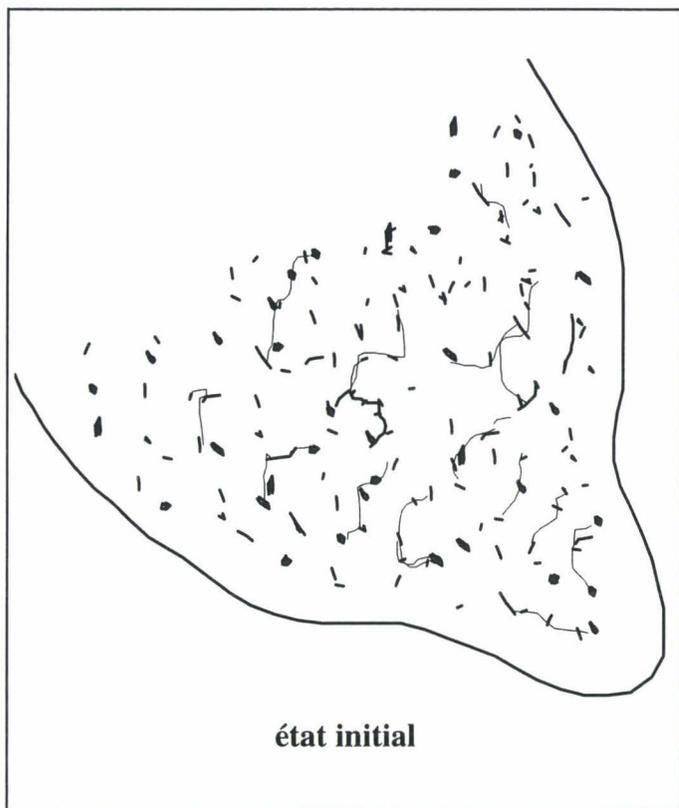
L'hypothèse formulée à partir de l'étude de la microdureté est donc vérifiée : les deux constituants bainite et ferrite participent à l'accommodation de la déformation. La bainite se comporte comme un matériau écroui mais facilement restaurable, alors que la ferrite est assimilable à un matériau recuit. Il paraît logique que, dans les tous premiers cycles, l'accommodation cyclique soit accomplie par le constituant disposant de dislocations mobiles, c'est à dire la bainite. En tenant compte des possibilités nombreuses d'annihilation, facilitée en sollicitation cyclique, la bainite s'adoucit alors énormément tout en intégrant des dislocations et des débris dans les parois de cellules préexistantes (Figure 9). Ainsi, de cycle en cycle, la capacité d'accommoder la déformation par la bainite diminue et se reporte vers la ferrite. C'est le transfert de charge. La ferrite répond par la création de dislocations, ce qui se traduit par une augmentation de sa microdureté (Figure 9). Les deux phases restaurent alors simultanément leur stock de dislocations en parois, préexistantes dans le cas de la bainite (cellules de restauration) ou en formation dans le cas de la ferrite (cellules de fatigue). La ferrite prend le relais progressivement, puisque sa densité de dislocations mobiles est constante entre 5 et 50% de durée de vie alors que celle de la bainite diminue au cours du cyclage. Le transfert est définitif de la bainite vers la ferrite quand le stock des dislocations mobiles est épuisé dans la bainite. La bainite accommode donc essentiellement la déformation au début du cyclage et donne le relais à la ferrite qui est seule pour accommoder la déformation en fin de vie.

Le transfert de charge de la ferrite vers la bainite est peu probable. L'étude d'un acier 10CD910 essentiellement ferritique (cf ch3§III) nous a permis d'associer à la ferrite un comportement de durcissement cyclique. Dans l'hypothèse du transfert de charge de la ferrite vers la bainite, à faible niveau de sollicitation (donc dans le cas d'une faible participation de la bainite dans l'accommodation de la déformation), le matériau de référence devrait durcir cycliquement. Or nos résultats (Figure 8) montrent un comportement d'adoucissement cyclique qui valide notre hypothèse du transfert de charge de la bainite vers la ferrite.



$0^\circ < \theta < 5^\circ$ $5^\circ < \theta < 10^\circ$

Figure 24 : Schématisation des évolutions microstructurales dans la ferrite du matériau de référence au cours du cyclage de fatigue oligocyclique à chaud.



$0^\circ < \theta < 5^\circ$

$5^\circ < \theta < 10^\circ$

Figure 25 : Schématisation de l'influence de la variation de la déformation sur les évolutions microstructurales de fatigue oligocyclique à chaud dans la ferrite du matériau de référence.

IV. INFLUENCE DES PARAMETRES D'ESSAIS

Notre étude sur l'endommagement de fatigue oligocyclique à chaud est centrée sur un type d'essai de fatigue oligocyclique dont les caractéristiques sont choisies pour simuler une sollicitation typique de fatigue thermique en service.

Mais l'évaluation des sollicitations en service est particulièrement difficile et la nature des chargements peut être très différente d'un composant à l'autre.

Pour compléter les résultats du chapitre précédent, nous avons étudié l'influence sur le comportement en fatigue oligocyclique à chaud et sur les mécanismes microstructuraux développés des deux paramètres essentiels :

- la vitesse de déformation (car la vitesse de déformation choisie à $4.10^{-3} s^{-1}$ dans l'essai de référence est plutôt dans la moyenne supérieure des sollicitations estimées en service),
- et l'introduction d'un temps de maintien (car si la sollicitation typique des composants en 10CD910 est la fatigue, la présence d'endommagement de type fluage entre les cycles de déformation n'est pas à exclure dans certains cas).

La nature et la répartition des arrangements de dislocations ont donc été étudiées pour la bainite et la ferrite après essais de:

- fatigue oligocyclique à faible vitesse de déformation,
- fatigue relaxation avec un temps de maintien en traction.

IV.1. Influence de la vitesse de déformation

IV.1.1. Comportement en fatigue oligocyclique à haute température

Les conditions des essais sont identiques à celles des essais de référence. Seule la vitesse de déformation est diminuée de 4.10^{-3} à $4.10^{-5} s^{-1}$, ce qui signifie qu'un cycle dure 100 fois plus longtemps que lors des essais de référence. Un essai a été conduit à rupture pour une variation de déformation totale imposée de 1,2%. Comme le montre la Figure 26, la diminution de la vitesse de déformation engendre un phénomène de relaxation. Le paramètre de «réponse» choisi est la contrainte maximum, à différencier de la contrainte à la déformation maximum.

Les résultats obtenus pour les essais à faible vitesse de déformation sont comparés avec ceux de référence pour le même niveau de déformation dans le Tableau 7 et la Figure 27. Le tableau regroupe les variations de déformation totale ($\Delta\epsilon_t$), plastique ($\Delta\epsilon_p$), élastique ($\Delta\epsilon_e$), l'amplitude de contrainte au cycle stabilisé ($(\sigma_{\max} + |\sigma_{\min}|)/2$) à mi-durée de vie ($N_a/2$), le nombre de cycles à rupture (N_a) et le temps à rupture (t_a). La nature de l'accommodation cyclique est comparée en Figure 27 pour les deux types d'essais.

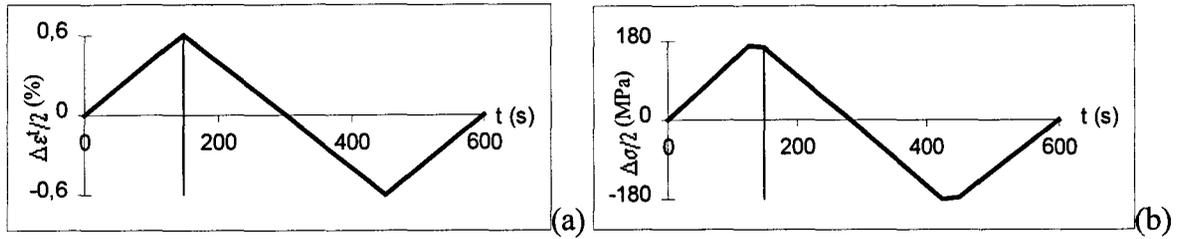


Figure 26 : Schématisation de la sollicitation (a) et de la réponse (b) pour un cycle stabilisé d'un essai de fatigue oligocyclique à haute température et faible vitesse de déformation ($\dot{\epsilon}_t = 4 \cdot 10^{-5} s^{-1}$).

$\dot{\epsilon}_t (s^{-1})$	$\Delta\epsilon_t (\%)$	$\Delta\epsilon_p (\%)$	$\Delta\epsilon_e (\%)$	$\Delta\sigma/2 (MPa)$	N_a	$t_a (h)$
$4 \cdot 10^{-3}$	1,20	0,98	0,22	228	800	1,33
$4 \cdot 10^{-3}$	1,19	0,96	0,23	207	1000	1,67
$4 \cdot 10^{-5}$	1,21	1,04	0,17	173	404	67,33

Tableau 7 : Résultats des essais de fatigue oligocyclique ($T=565^\circ C$, $\Delta\epsilon_t=1,2\%$) du matériau de référence pour $\dot{\epsilon}_t = 4 \cdot 10^{-3} s^{-1}$ et $\dot{\epsilon}_t = 4 \cdot 10^{-5} s^{-1}$.

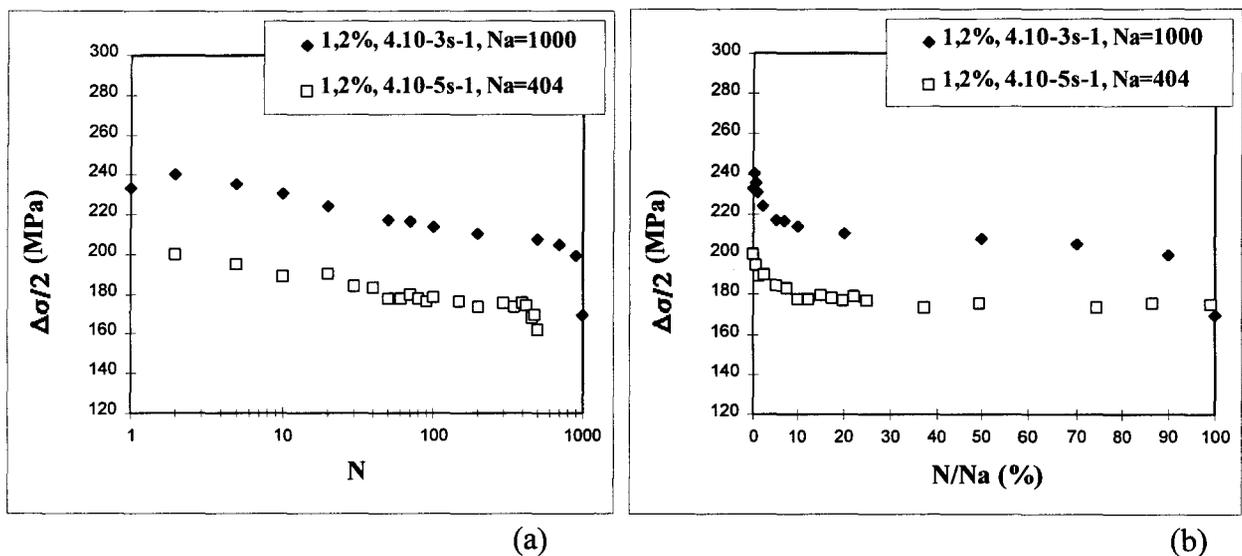


Figure 27 : Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles (a), du pourcentage de durée de vie (b) lors d'essais de fatigue oligocyclique ($T=565^\circ C$, $\Delta\epsilon_t=1,2\%$) du matériau de référence pour $\dot{\epsilon}_t=4 \cdot 10^{-3} s^{-1}$ et $\dot{\epsilon}_t=4 \cdot 10^{-5} s^{-1}$.

Ces résultats montrent très clairement que la décroissance de la vitesse de déformation induit:

- une forte modification dans le comportement d'accommodation cyclique du matériau qui se traduit par la diminution des contraintes atteintes,
- une importante diminution de la résistance en fatigue oligocyclique puisque le nombre de cycles à rupture (N_a) est divisé de moitié (en accord avec les résultats de Brinkman [23] et Polak [24]), ce qui correspond néanmoins à une forte augmentation du temps à rupture (t_a).

L'augmentation du temps d'un cycle par 100 renforce considérablement le dommage plastique ainsi que la contribution de l'oxydation. Comme nous l'avons souligné au chapitre 1, l'oxydation joue un rôle fondamental dans la phase d'amorçage des microfissures en fatigue oligocyclique à haute température. Mais la très grande augmentation du temps à rupture (t_a) tend à prouver dans ce cas que l'oxydation n'est pas le facteur qui gouverne l'amorçage.

IV.1.2. Evolution microstructurale

Bainite

Par rapport à l'état initial, l'évolution dans la bainite après cyclage à rupture à vitesse de déformation lente concerne la disparition des sous-joints de restauration en formation dans les cellules (Figure 28c). La bainite présente donc une sous-structure de nature identique après cyclage à faible ou forte vitesse de déformation.

Ferrite

L'observation de la ferrite montre comme pour l'essai de référence à 1,2% à rupture la formation de cellules de fatigue dans la majorité des grains au cours du cyclage (Figure 28d). La grande différence par rapport à l'essai de référence concerne la taille des cellules formées qui est sensiblement plus importante à faible vitesse de déformation qu'à vitesse de déformation élevée.

IV.1.3. Mécanisme de déformation

A l'état rompu, la très faible densité des dislocations à l'intérieur des cellules de restauration dans la bainite et le degré de formation des cellules de fatigue dans les grains de ferrite sont similaires pour les deux vitesses de déformation.

La seule influence de la diminution de la vitesse de déformation concerne la taille des cellules formées dans la ferrite qui augmente de 50%. La densité de dislocations formées lors du durcissement de la ferrite est moins importante à faible vitesse de déformation (en première approximation, $\dot{\epsilon} = \rho b L$). De plus, la faible vitesse de déformation permet aux dislocations de glisser sur un plus long parcours moyen. Ces deux déductions permettent de comprendre que la taille des cellules formées diminue quand la vitesse de déformation augmente. Ceci correspond aux résultats de Plumtree [21] qui fait état de la diminution la taille des cellules de dislocations formées en fatigue avec celle de la contrainte à saturation.

IV.1.4. Conclusions

Le mécanisme décrit pour les essais de référence peut donc être transposé dans le cas de sollicitations à plus faible vitesse de déformation après une simple augmentation de la taille des cellules formées dans la ferrite (de 50% environ quand on passe de $\dot{\epsilon}_f = 4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ à $\dot{\epsilon}_f = 4 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$), à amplitude de déformation et pourcentage de durée de vie égaux. Grâce à la réversibilité du phénomène mis en jeu, on peut prévoir qu'inversement une augmentation de vitesse de déformation induira une diminution de la taille des cellules de fatigue formées dans la ferrite.

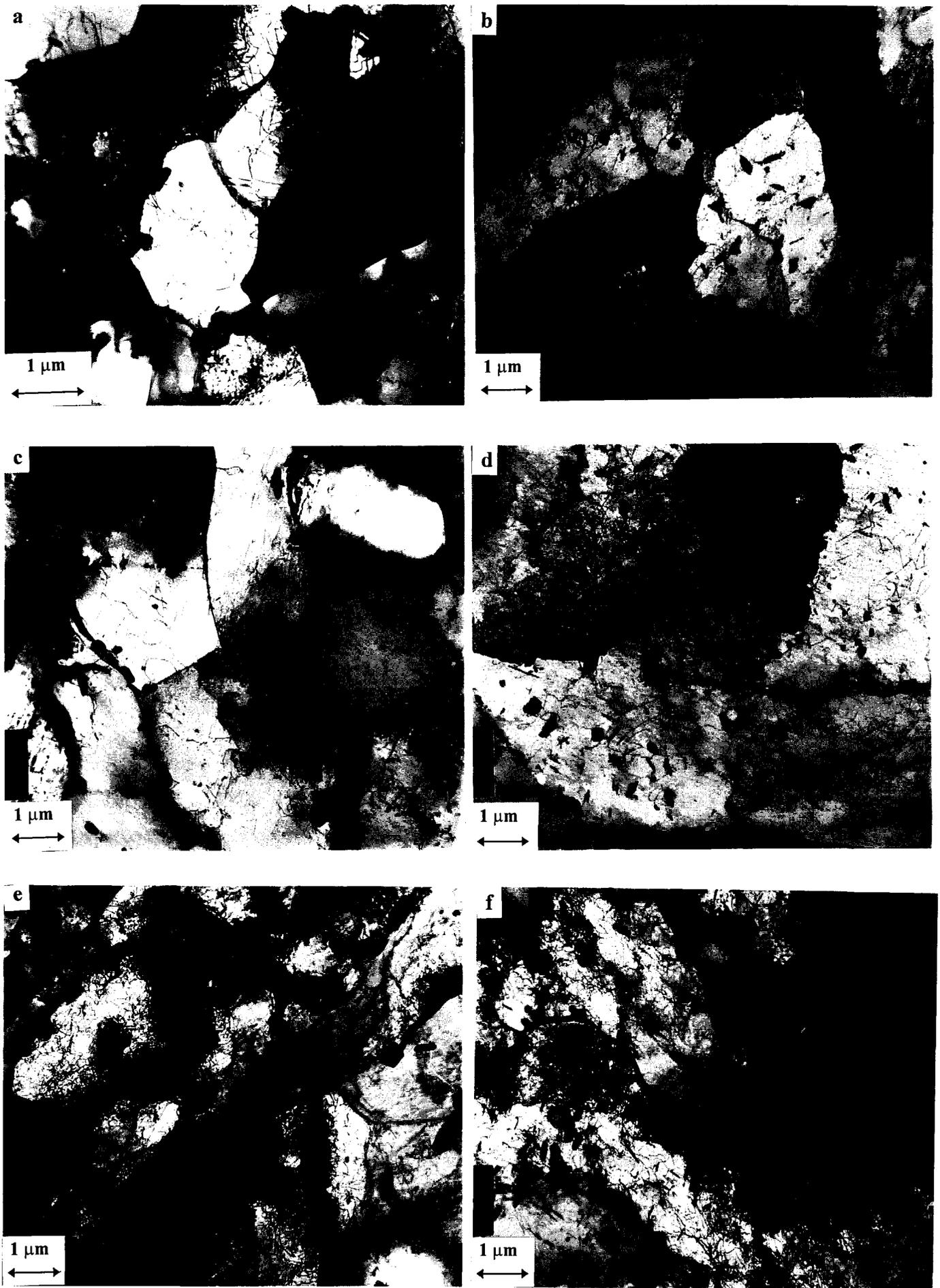


Figure 28 : Aspect des structures de dislocations du matériau de référence cyclé à rupture pour $\Delta\epsilon_f=1,2\%$ à forte vitesse de déformation ($\dot{\epsilon}_f=4 \cdot 10^{-3} s^{-1}$) dans la bainite (a) et la ferrite (b), à faible vitesse de déformation ($\dot{\epsilon}_f=4 \cdot 10^{-5} s^{-1}$) dans la bainite (c) et la ferrite (d), avec un temps de maintien ($t_m=10mn$) dans la bainite (e) et la ferrite (f).

IV.2. Influence de la relaxation

IV.2.1. Comportement en fatigue oligocyclique à haute température

Les conditions des essais sont identiques à celles des essais de référence. La relaxation est introduite par un temps de maintien de 10 mn en traction, ce qui signifie qu'un cycle dure 100 fois plus longtemps que lors des essais de référence (Figure 29).

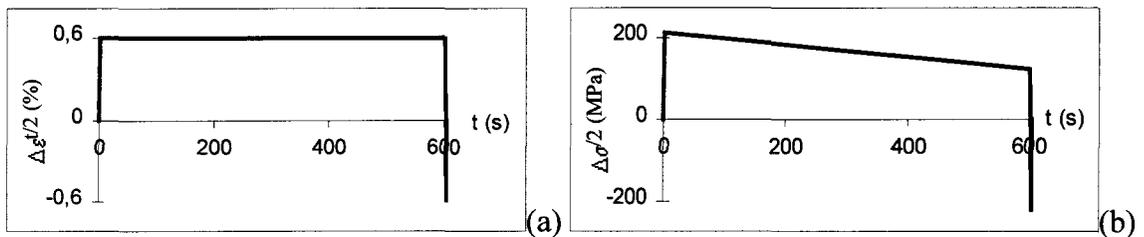


Figure 29 : Schématisation de la sollicitation (a) et de la réponse (b) pour un cycle stabilisé lors des essais de fatigue-relaxation.

Un essai a été conduit à rupture pour une variation de déformation totale imposée de $\Delta\varepsilon_t=1,2\%$. Les résultats obtenus sont comparés avec ceux de référence pour le même niveau de déformation dans le Tableau 8 et la Figure 30. Le tableau regroupe les variations de déformation totale ($\Delta\varepsilon_t$), plastique ($\Delta\varepsilon_p$), élastique ($\Delta\varepsilon_e$), l'amplitude de contrainte au cycle stabilisé ($(\sigma_{\max}+\sigma_{\min})/2$) à mi durée de vie ($N_a/2$), le nombre de cycle à rupture (N_a) et le temps à rupture (t_a). Comme le montre le schéma en Figure 29, l'introduction d'un temps de maintien conduit à un fort processus de relaxation. La paramètre de réponse choisi est toujours la contrainte maximum (différente de la contrainte après relaxation). Les courbes d'accommodation cyclique reliant l'amplitude de la contrainte au nombre de cycles sont présentées en Figure 30.

t_m (min)	$\Delta\sigma/2$ (MPa)	N_a	t_a (h)
0	207	1000	1,67
0	228,5	800	1,33
10	217	356	59,33

Tableau 8 : Résultats des essais de fatigue oligocyclique ($T=565^\circ\text{C}$, $\Delta\varepsilon_t=1,2\%$) du matériau de référence avec et sans temps de maintien.

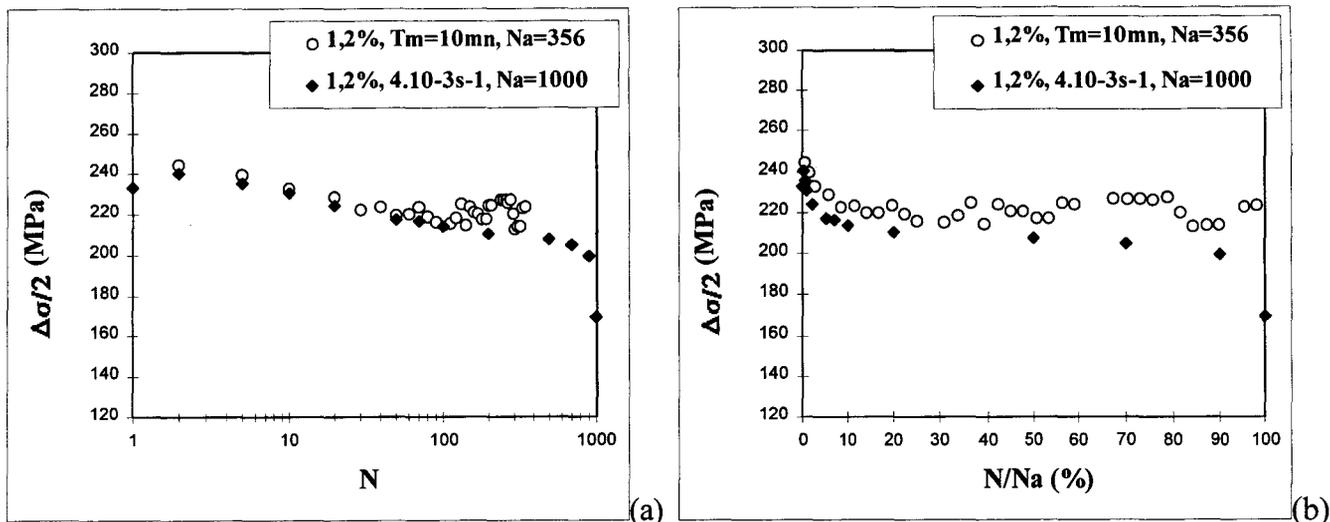


Figure 30 : Amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles (a), du pourcentage de durée de vie (b) lors d'essais de fatigue oligocyclique ($T=565^{\circ}C$, $\Delta\epsilon_f=1,2\%$) du matériau de référence avec et sans temps de maintien.

Ces résultats montrent que l'introduction d'un temps de maintien de 10 mn en traction :

- n'a pas d'incidence sur le comportement d'accommodation cyclique du matériau,
- mais induit une forte diminution de la résistance en fatigue oligocyclique puisque la durée de vie est divisée de plus de la moitié, alors que le temps à rupture a considérablement augmenté.

La faible résistance du matériau sous fatigue relaxation peut être imputée principalement, comme pour la fatigue à faible vitesse de déformation, à l'augmentation du dommage plastique par cycle (le niveau de sollicitation en fluage pur est d'environ 200 MPa). Si l'oxydation est incriminée comme facteur pénalisant lors de la fatigue [25], son rôle ne semble pas prépondérant en fatigue relaxation car la durée de l'essai (t_a) n'est pas un facteur limitant. Le dommage de fatigue relaxation semble légèrement plus pénalisant que le dommage de fatigue à faible vitesse de déformation (pour une même durée de cycle), ce qui s'explique par l'accumulation du dommage plastique plus importante lors des temps de maintiens. Pour mettre en évidence le rôle du dommage plastique, il s'est avéré nécessaire d'identifier le mécanisme microstructural associé.

IV.2.2. Evolution microstructurale

Bainite

La bainite, après essai de fatigue-relaxation à rupture pour $\Delta\epsilon_f=1,2\%$, contient toujours des cellules aux parois parfois très bien formées (Figure 28e). Elles présentent souvent des parois diffuses. Certaines zones de la taille de deux ou trois cellules ne contiennent plus les parois fines délimitant les cellules avant cyclage et forment ainsi des cellules de taille plus importante. Une

très forte densité de dislocations décore la majorité des cellules. Elles apparaissent souvent sous formes condensées dessinant une paroi très large (très différente des sous-joints de restauration initialement présents), ou bien sans organisation particulière. Globalement on observe donc par rapport à l'état initial la disparition des sous-joints de restauration à l'intérieur des cellules, la diminution du nombre des parois bien définies et minces des cellules et la libération d'une grande quantité de dislocations souvent arrangées en parois larges contenant une très forte densité de dislocations.

Ferrite

La ferrite, après essai de fatigue-relaxation à rupture pour $\Delta\epsilon_f=1,2\%$, présente également une très forte densité de dislocations. Elles sont très rarement arrangées en sous-joints bien formés et sont le plus souvent réparties de façon homogène laissant entrevoir des zones vides de dislocations, prémices de cellules de dislocations (Figure 28f). Il faut noter que cette microstructure présente une forte similitude avec celles observées pour les essais de référence cyclés à même niveau de déformation mais interrompus à 5 et 50% de durée de vie (Figure 13).

IV.2.3.Mécanisme de déformation

L'introduction d'un temps de maintien n'amplifie pas les évolutions microstructurales mais modifie sensiblement et conjointement :

- la nature de l'évolution microstructurale dans la bainite,
- la cinétique de transfert de la bainite vers la ferrite.

L'augmentation de la densité de dislocations dans la bainite ne peut pas s'expliquer par écrouissage cyclique puisque la bainite est dure à l'état initial et est entourée de grains mous de ferrite. Or, cette augmentation du taux de dislocations correspond simultanément à la "disparition" de certaines parois de cellules en plus des sous-joints de restauration présents initialement dans les cellules. Le premier stade du mécanisme de déformation consiste donc en la dissociation des sous-joints de restauration et de parois de cellules pour libérer une forte densité de dislocations. La sollicitation en fluage ne peut être négligée puisque le niveau de sollicitation en fluage pur est d'environ 200MPa. On peut supposer que c'est cette augmentation de sollicitation monotone qui aide à la dissociation de parois de cellules.

La densité de dislocations libérées étant très importante, la bainite peut accommoder beaucoup de déformation par restauration dans le cas de la fatigue-relaxation. Le transfert de charge à la ferrite est donc très retardé.

L'introduction d'une sollicitation monotone au cours de cyclage de fatigue a tendance à faciliter la création de cellules de fatigue dans la ferrite des 10CD910 ferritiques [3, 26, 27, 28]. Donc la faible densité de cellules de fatigue créées après fatigue relaxation renforce l'hypothèse de la déformation tardive de la ferrite.

IV.2.4.Conclusions

L'arrangement des dislocations en parois très larges et diffuses (bien différentes de celles produites lors du cyclage continu) est un indicateur très précis de la présence d'un fort taux de fluage imbriqué dans la sollicitation de fatigue. L'évolution des structures de dislocations dans la phase ferritique, liée au dommage de fatigue-fluage, est identique mais retardée par rapport à celle développée lors des essais de référence. La cartographie de ferrite, mise au point lors d'essais de fatigue oligocyclique à chaud, peut alors s'appliquer lors de sollicitations de fatigue-relaxation en décalant les microstructures obtenues pour un même niveau de sollicitation, à une fraction de durée de vie plus importante.



V.CONCLUSIONS

L'acier 10CD910 de référence, vieilli thermiquement 150 000h à 565°C possède une microstructure complexe formée en proportion à peu près équivalente de deux constituants très différents bien que tous deux de phase α :

- la bainite qui apparait comme un matériau écroui mais facilement restaurable,
- la ferrite assimilable à un matériau recuit.

Notre étude sur le dommage de fatigue oligocyclique à chaud a d'abord permis de révéler deux indicateurs microstructuraux caractéristiques de cet endommagement :

- l'un qualitatif relatif au degré de formation des cellules de fatigue dans la ferrite,
- l'autre quantitatif relatif à la désorientation des cellules de restauration dans la bainite.

L'évolution de ces paramètres microstructuraux a permis la compréhension du mécanisme de plasticité cyclique de l'acier 10CD910 bainito-ferritique. Il rend compte du comportement mécanique intrinsèque de chaque constituant et de leur interaction. La bainite qui possède une forte densité de dislocations mobiles s'adoucit fortement par annihilation et intégration des dislocations et des débris dans les parois de cellules de restauration. Ainsi, de cycle en cycle, sa capacité d'accommoder la déformation diminue et se reporte vers la ferrite. C'est le transfert de charge. La ferrite répond d'abord par la création de dislocations. Les deux phases restaurent alors simultanément leur stock de dislocations en parois, préexistantes dans le cas de la bainite (cellules de restauration) ou en formation dans le cas de la ferrite (cellules de fatigue).

La diminution de la vitesse de déformation se traduit uniquement par l'augmentation de la taille des cellules de fatigue formées dans la ferrite. En revanche, l'introduction d'un temps de maintien modifie la morphologie des parois de cellules dans la bainite et retarde la formation des cellules dans la ferrite. Ces modifications s'expliquent logiquement à partir du mécanisme d'endommagement plastique cyclique proposé. La cartographie des structures de dislocations dans la ferrite peut s'appliquer, moyennant de légères adaptations, à de telles sollicitations (cf ch4§II.2.3).

REFERENCES.

- 1 : **J. Polak, M. Klesnil, P. Liskutin.** *Initiation and Growth of Short Fatigue Cracks in α -iron.* Acta Technica CSAV, 6, 1985, pp. 650-662.
- 2 : **T. Yুক্তoshi, K. Nishida.** *The Effect of Heat Treatment on the Creep Rupture Strength of a Low Carbon 21/4Cr-1Mo Steel.* Transactions, ISIJ, 12, 1972, pp. 283-290.
- 3 : **W.B. Jones, J.A. Van Den Avyle.** *Substructure and Strengthening Mechanisms in 2.25Cr-1Mo Steel at Elevated Temperatures.* Metall. Trans., 11A, 1980, pp. 1275-1286.
- 4 : **M.C. Murphy, G.D. Branch.** *Metallurgical Changes in 2.25Cr-1Mo Steel During Creep Rupture Test.* Journal of the Iron and Steel Institute, 209, 1971, pp. 546-561.
- 5 : **P. K. Liaw, M. G. Burke, A. Saxena, J.D.Landes.** *Fracture Toughness Behavior of Ex-Service 21/4Cr-1Mo Steels from a 22 Year-old Fossil Power Plant.* Metall. Trans., 22A, 1991, pp. 455-468.
- 6 : **J. Beech, D. H. Warrington.** *M_7C_3 to $M_{23}C_6$ transformation in chromium containing alloys.* Journal of The Iron and Steel Institute, 1966, pp. 460-468.
- 7 : **R. G. Baker, J. Nutting.** *The Tempering of 21/4Cr-1Mo Steel after Quenching and Normalizing.* Journal of the Iron and Steel Institut, 192, 1959, pp. 254-268.
- 8 : **A. Benvenuti, D. D'Angelo, G. Fedeli, N. Ricci.** *Microstructural Changes in Long Term Aged Steels.* First Int. Conf. on Microstructure and Mechanical Properties of Aging Materials, 1992, pp. 43-48.
- 9 : **T. Wada.** *Changes in Microstructure and Tensile Strength of Cr-Mo Steels after Long Term Service Exposure.* 8505-052 Metals / Materials Technology Series, ASM, Metal Park, 1985, pp. 91-100.
- 10 : **J. Polak, M. Klesnil, J. Helesic.** *Cyclic Stress-Strain Response of 21/4Cr-1Mo Steel at Elevated Temperatures.* Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct, 9 (3), 1986, pp. 185-194.
- 11 : **A.J. McEvily, J. Bunch.** *Fatigue Behavior of Chromium-Containing Ferritic Steels at Elevated Temperature.* Final Technical Report. University of Connecticut. Pub : IMS (UC/MET--22278-01), 1985.
- 12 : **K. Kimura, K. Fujiyama, T. Inukar, I. Murakami, N. Okabe.** *Service Induced Degradations of Creep and Fatigue Properties for Steam and Turbine Component Materials.* Pub : The Minerals Metals and Materials Society. Ed : P.K. Liaw, R. Viswanathan, K. L. Murty, E.P. Simonen, D. Frear, 1993, pp. 49-59.
- 13 : **Y.G. Nakagawa, H. Yoshizawa, M.E. Lapidés.** *Measurement of Fatigue Accumulation in High-Strength Steels by Microstructural Examination.* Metall. Trans., 21A, 1990, pp. 1989-1996.
- 14 : **C Fukuoka, H. Yoshizawa, Y.G. Nakagawa, M.E. Lapidés.** *Microstructural Examination of Fatigue Crack Tip in High Strength Steel.* Metall. Trans., 24A, 1993, pp. 2209-2216.
- 15 : **C Fukuoka, Y.G. Nakagawa.** *Microstructural Evaluation of Cumulative Fatigue Damage Below the Fatigue Limit.* Scripta Materialia, 34 (9), 1996, pp. 1497-1502.
- 16 : **C Fukuoka, Y.G. Nakagawa, K. Yoshida.** *Microstructural Evaluation of Cumulative Damage in a Plant Component Sample.* Pub : PVP-Vol. 332, Plant Systems/Components Aging Management ASME. Ed : I.T. Kisisel, 1996, pp. 7-14.
- 17 : **E.S. Kayali, A. Plumtree.** *Stress-Substructure Relationships in Cyclically and Monotonically Deformed Wavy Slip Mode Metals.* Metall. Trans., 13A, 1992, pp. 1982-1033.
- 18 : **P.J. E. Forsyth.** *Some further observations on the fatigue process in pure aluminium.* Journal of the Institute of Metals, 82, 1953-1954, pp. 449-455.

- 19 : **O. K. Chopra, C. V. B. Gowda.** *Substructural development during strain cycling of alpha-iron.* Phil. Mag, 30, 1974, pp. 583-591.
- 20 : **C. Laird, Z. Wang, B. T. Ma, H. F. Chai.** *Low Energy Dislocation Structures Produced by Cyclic Softening.* Materials Science of Engineering, A 113, 1989, pp. 245-257.
- 21 : **A. Plumtree.** *Correlation between microstructure and cyclic behavior.* LCF and elasto-plastic behavior of materials. Ed : K.T. RIE. Pub : Elsevier Applied Science. 1987, pp. 19-30.
- 22 : **T. Yoshida, H. Umaki, M. Nakashiro.** *High Temperature Fatigue Life Assessment of 2.25Cr-1Mo Steel by Microstructural Observation.* Creep and fatigue Design and Life Assessment at High Temperature, C494/020, 1996.
- 23 : **C.R. Brinkman, M.K. Booker, J. P. Strizak, W. R. Corwin.** *Elevated Temperature Fatigue Behavior of 21/4Cr-1Mo Steel.* Transactions of the ASME Journal of Pressure Vessel Technology, 1975, pp. 252-257.
- 24 : **J. Polak, J. Helesic, M. Klesnil.** *Effect of Elevated Temperature on The Low Cycle Fatigue of 2.25Cr-1Mo Steel. Part I : Constant Amplitude Straining.* Low Cycle Fatigue, 1985. Pub : ASTM, USA, 1988, pp. 43-57.
- 25 : **B A. Kschinka, JF. Stubbins.** *Effects of Hold Times, Pre-Notching, and Environment on the Elevated Temperature Fatigue Life of Bainitic 2,25Cr-1Mo Steel.* Conference: Properties of High Strength Steels for High Pressure Containments. Pub : American Society of Mechanical Engineers, 1986, pp. 87-91.
- 26 : **P. Vining.** *Mechanisms of Elevated Temperature Fatigue Damage in 21/4Cr-1Mo Steel.* Thesis of Naval Postgraduate School, 1981.
- 27 : **H. Yoshizawa.** *Development of an Analysis to determine the Intragranular Distorsion During Creep and its Application to Assessing the Creep Life of 2.25Cr-1Mo Steels.* Rapport Thesis, Michigan Technological University, 1997.
- 28 : **K.D. Challenger, G.A. Miller, C.R. Brinkman.** *An explanation for the Effects of Hold Periods on the Elevated Temperature Fatigue Behavior of 21/4 Cr-1Mo Steel.* Journal of Engineering Materials and Technology, 103, 1981, pp. 7-14.

LISTE DES FIGURES ET TABLEAUX

Figure 1 : Schematization of fatigue cracking process.	51
Figure 2: General view of a header.	53
Figure 3: Optical microscopy : general view of the bainite-ferritic structure of the reference steel (a), Scanning electron microscopy : study of the precipitation (b). Transmission electron microscopy : extraction replica (precipitation) (c), thin foil (dislocation structures) (d).	54
Figure 4 : Precipitation in bainite of the reference steel : numerous and coarsed M_6C carbides, numerous small M_7C_3 carbides and rare $M_{23}C_6$ carbides (a), $[0\ 3\ \bar{1}]$ microdiffraction pattern of M_7C_3 (b), $[100]$ microdiffraction pattern of M_6C (c), $[100]$ microdiffraction pattern of $M_{23}C_6$ (d). Precipitation in ferrite of the reference steel : platelets of M_2C (e), platelets of M_2C aligned along $\langle 100 \rangle$ directions of the matrix (f).	56
Figure 5 : Bar charts illustrating the percentage of misorientations and table of percentages of coincidence site lattice subboundaries in bainite grains of the reference steel.	59
Figure 6 : EBSD mapping and associated pole figures of a bainite grain of the reference steel : two families misoriented of 60° around $\langle 111 \rangle$ axis (twin relation in BCC).	59
Figure 7 : Bainite grains in the reference steel are divided into subgrains misoriented of 60° around $\langle 111 \rangle$ (a), which are divided into recovery cells (b), which contain recovery subcells and stright line dislocations (c). Dislocations structures in ferrite grains of the reference steel (e and f).	60
Figure 8 : Stress amplitude versus the number of cycles (a), versus the fraction life (b) during high temperature low cycle fatigue test ($T=565^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon}_t = 4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) on the reference steel.	65
Figure 9 : Evolution of microhardness in ferrite and bainite of the reference steel during high temperature low cycle fatigue test ($T=565^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon}_t = 4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $\Delta\epsilon_t = 1,2\%$).	66
Figure 10 : Manson-Coffin and «pseudo» Wöhler curves during high temperature low cycle fatigue test ($T=565^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon}_t = 4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) on the reference steel.	67
Figure 11 : Aspect of surface sample (a) and cracking features of the reference steel fatigue cracked for $T=565^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon}_t = 4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $\Delta\epsilon_t = 0,8\%$ (b). Initiation in surface of microcracks in ferrite grain (c), in bainite grain (d) of the reference steel. Fatigue crack propogation in surface (e) and in volume (f).	68
Figure 12 : Mapping of fatigue microstructural evolution in bainite of the reference steel.	70
Figure 13 : Mapping of fatigue microstructural evolution in ferrite of the reference steel.	71
Figure 14 : Aspect of dislocation cells in bainite of the reference steel before cycling (a), and for $\Delta\epsilon_t = 2\%$, at 5%N/Na (b), 50%N/Na (c), 100%N/Na (d).	74
Figure 15 : Evolution of cell misorientation and table of percentages of coincidence site lattice subboundaries in bainite of the reference steel before cycling (a), and for $\Delta\epsilon_t = 2\%$, at 5%N/Na (b), 50%N/Na (c), 100%N/Na (d).	75

Figure 16 : Evolution of cell misorientation and table of percentages of coincidence site lattice subboundaries in bainite of the reference steel with the total strain variation : before cycling (a), $\Delta\epsilon_t=0.8\%$, 100%N/Na (b) and $\Delta\epsilon_t=2\%$, 100%N/Na (c).	76
Figure 17 . Aspect of dislocation cells in ferrite of the reference steel before cycling (a), and for $\Delta\epsilon_t=2\%$, at 5%N/Na (b), 50%N/Na near the grain boundaries(c), 50%N/Na inside the grain (d).	80
Figure 18 : Evolution of cell misorientation in ferrite of the reference steel for $\Delta\epsilon_t=2\%$ at 5%N/Na (a), and 50%N/Na near the grain boundaries (b), and inside the grain (c).	81
Figure 19 : Aspect of dislocation cells in ferrite of the reference steel for $\Delta\epsilon_t=2\%$, at 100%N/Na in large grains, near the grain boundaries (a), inside the grain (b); and in small grains, near the grain boundaries (c), inside the grain (d).	82
Figure 20 : Evolution of subboundaries misorientation in ferrite of the reference steel for $\Delta\epsilon_t=2\%$ at 100%N/Na in large grains : near the grain boundaries (a), and inside the grain (b) and in small grains : near the grain boundaries (c), and inside the grain (d).	83
Figure 21 : Stereographic representation of the spatial organisation of reciprocal domain axis.	85
Figure 22 : Schematization of microstructural evolutions in bainite of the reference steel during high temperature low cycle fatigue tests.	86
Figure 23 : Influence of strain variation on microstructural evolutions in bainite of the reference steel during high temperature low cycle fatigue tests.	87
Figure 24 : Schematization of microstructural evolutions in ferrite of the reference steel during high temperature low cycle fatigue tests.	90
Figure 25 : Influence of strain variation on microstructural evolutions in ferrite of the reference steel during high temperature low cycle fatigue tests.	91
Figure 26 : Schematization of sollicitation (a) and response (b) for a stabilized cycle of a high temperature low cycle fatigue test at slow strain rate ($\dot{\epsilon}_t = 4 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$).	93
Figure 27 : Stress amplitude versus the number of cycles (a), versus the fraction life (b) during high temperature low cycle fatigue test ($T=565^\circ\text{C}$, $\Delta\epsilon_t=1,2\%$) on the reference steel for $\dot{\epsilon}_t=4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ and $\dot{\epsilon}_t=4 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.	93
Figure 28 : Aspect of dislocation structures of the reference steel for $\Delta\epsilon_t=2\%$, at 100%N/Na : for a high strain rate ($\dot{\epsilon}_t=4 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$) in bainite (a) and in ferrite (b), for a low strain rate ($\dot{\epsilon}_t=4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) in bainite (c) and in ferrite (d), with or without hold time in bainite (e) and in ferrite (f).	95
Figure 29 : Schematization of sollicitation (a) and response (b) for a stabilized cycle of fatigue-creep test.	96
Figure 30 : Stress amplitude versus the number of cycles (a), versus the fraction life (b) during high temperature low cycle fatigue test ($T=565^\circ\text{C}$, $\Delta\epsilon_t=1,2\%$) with and without hold time.	97

Table 1: Chemical composition of the reference steel (without Fe).	53
Table 2: Accurate description and chemical analysis (without carbone) of carbides observed in the reference 21/4Cr-1Mo steel.	57
Table 3 : Comparison of chemical composition of M_7C_3 and M_6C after ageing in service.	58
Table 4 : Microhardness in ferrite and bainite of the reference steel.	62
Table 5 : Tensile properties of the reference steel.	63
Table 6: Results of high temperature low cycle fatigue tests ($T=565^{\circ}C$, $\dot{\epsilon}_t=4 \cdot 10^{-3} s^{-1}$) of the reference steel.	65
Table 7 : Results of high temperature low cycle fatigue tests ($T=565^{\circ}C$, $\Delta\epsilon_t=1,2\%$) of the reference steel for $\dot{\epsilon}_t = 4 \cdot 10^{-3} s^{-1}$ and $\dot{\epsilon}_t = 4 \cdot 10^{-5} s^{-1}$.	93
Table 8 : Results of high temperature low cycle fatigue tests ($T=565^{\circ}C$, $\Delta\epsilon_t=1,2\%$) of the reference steel with and without hold time.	96

Chapitre 3

CHAPITRE 3 : INFLUENCE DES PARAMETRES MATERIAUX

I. INTRODUCTION	111
II. INFLUENCE DU VIEILLISSEMENT	113
II.1. Sur la microstructure	113
II.1.1. <i>Précipitation</i>	113
II.1.2. <i>Structures de dislocations</i>	114
II.1.3. <i>Conclusions</i>	118
II.2. Sur les propriétés mécaniques classiques	118
II.3. Sur le comportement en fatigue	119
II.3.1. <i>Evolution microstructurale</i>	119
II.3.2. <i>Mécanisme de déformation / Discussion</i>	121
II.3.3. <i>Conclusions</i>	122
III. INFLUENCE DE LA FRACTION VOLUMIQUE FERRITE-BAINITE	123
III.1. Sur les propriétés mécaniques classiques	123
III.2. Sur le comportement en fatigue	124
III.2.1. <i>Evolution microstructurale</i>	125
III.2.2. <i>Mécanisme de déformation / Discussion</i>	132
III.3. Conclusions	133
IV. CONCLUSIONS	136
Références	
Liste des figures et tableaux (Anglais)	



CHAPITRE 3 : INFLUENCE DES PARAMETRES MATERIAUX

I.INTRODUCTION

Dans le chapitre 2, nous avons proposé un mécanisme de déformation plastique (sous différentes natures de sollicitation cyclique) pour le matériau de référence (vieilli 150 000h en service). Mais le comportement en fatigue oligocyclique à chaud de l'acier 10CD910 peut fortement varier selon sa microstructure (cf ch1§III). Il s'agit donc maintenant de tenir compte du rôle de la microstructure sur les mécanismes de déformation plastique. Nous avons concentré notre étude sur l'influence des deux paramètres suivants qui définissent la microstructure de l'acier :

- le vieillissement,
- la fraction volumique ferrite-bainite.

Afin d'étudier séparément l'effet de ces deux paramètres sur le matériau de référence, nous avons été amenés à comparer les matériaux suivants décrits en Figure 1.

	Effet de la fraction volumique ferrite-bainite • matériau vieilli • forte proportion de ferrite	Effet de la fraction volumique ferrite-bainite • matériau régénéré • faible proportion de ferrite
Effet du vieillissement	matériau VF35 (référence) • vieilli • 35 % ferrite	matériau RF45 • régénéré • 45 % ferrite
	matériau VF95 • vieilli • 95 % ferrite	matériau RF12 • régénéré • 12 % ferrite

Figure 1 : Matrice des matériaux utilisés pour l'étude de l'effet du vieillissement et de l'effet de la fraction volumique ferrite-bainite.

- La comparaison entre le matériau de référence vieilli VF35 et le matériau de référence régénéré RF45 (par un traitement d'austénitisation suivie d'une normalisation-revenu identique à celui de fin de fabrication du matériau de référence) permet d'étudier l'effet du vieillissement.

- La comparaison entre le matériau de référence vieilli VF35 et le matériau vieilli VF95 (à forte fraction volumique de ferrite) permet d'étudier l'effet de la fraction volumique ferrite-bainite dans le cas de matériaux vieillis essentiellement ferritiques.

- La comparaison entre le matériau de référence régénéré RF45 (par un traitement d'austénitisation suivi d'une normalisation puis d'un revenu) et le matériau de référence régénéré RF12 (suivant un traitement thermique similaire mais pour une vitesse de refroidissement plus rapide) permet d'étudier l'effet de la fraction volumique ferrite-bainite dans le cas de matériaux régénérés faiblement ferritiques.

Pour chaque matériau, la démarche appliquée est la suivante :

- caractérisation microstructurale de la précipitation et des structures de dislocations,
- réalisation d'une matrice d'essais de fatigue oligocyclique à haute température pour différentes amplitudes de déformation totale appliquées (identiques à ceux décrits pour le matériau de référence dans le chapitre 2),
- mise en évidence de l'influence du paramètre considéré sur le comportement macroscopique en fatigue oligocyclique à chaud,
- étude de certains états fatigués pour caractériser l'influence du paramètre considéré sur le mécanisme d'endommagement de plasticité cyclique.

II. INFLUENCE DU VIEILLISSEMENT

Afin d'évaluer et de comprendre l'influence du vieillissement en service, il est nécessaire d'étudier un matériau non vieilli possédant les mêmes caractéristiques microstructurales (composition chimique et fraction volumique ferrite-bainite) que le matériau vieilli de référence. Ne disposant pas d'acier répondant à ces critères, nous avons choisi d'appliquer à notre matériau de référence vieilli un traitement de régénération (Annexe 5). Il garantit la même composition chimique avant et après vieillissement. Ce traitement commence par une austénitisation (à 900°C) pour redissoudre les précipités et homogénéiser la solution solide. Cette austénitisation est suivie d'un traitement de normalisation-revenu identique à celui de fin de fabrication du collecteur, ce qui garantit aux deux matériaux une proportion et une nature de constituants équivalentes.

Le 10CD910 issu de ce traitement thermique :

- est vierge de tout vieillissement et de toute sollicitation en service,
- possède la même composition chimique que le matériau vieilli,
- contient 55% de bainite et 45% de ferrite.

Il sera repéré **RF45** dans la suite de l'étude.

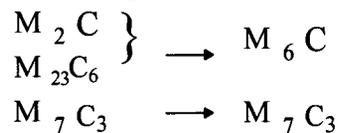
II.1. Sur la microstructure

II.1.1. Précipitation

La comparaison entre l'état de précipitation des matériaux RF45 (Annexe5) et VF35 (Annexe 4) permet de conclure que le vieillissement de 150 000h en service a provoqué une évolution importante de la nature, de la morphologie et de la composition chimique des carbures.

Bainite :

La séquence de précipitation observée peut se résumer comme suit:



Le vieillissement de 150 000h conduit globalement au léger grossissement de la précipitation sans modifier fortement la densité des carbures. Ce phénomène s'explique par la disparition des fines plaquettes de M_2C et des nombreux carbures de $M_{23}C_6$ au profit de la germination d'une densité élevée de gros carbures de M_6C et par la persistance et le grossissement des carbures de M_7C_3 (Figure 4a). Les carbures ont tendance à s'enrichir en éléments d'alliage (spécialement pour l'élément majoritaire) aux dépens du fer. Ces constatations permettent de conclure à un appauvrissement de la matrice en éléments d'alliage.

Ferrite :

La principale nature de carbures observés avant et après vieillissement dans la ferrite sont des carbures M_2C (Figure 4b). Leur densité et leur taille ont légèrement augmenté avec le vieillissement. Comme pour la bainite, l'enrichissement des M_2C en éléments d'alliage (notamment en molybdène) permet d'expliquer l'appauvrissement de la solution solide en molybdène déjà évoquée [1]. La ferrite n'a donc pas été le siège de croissance de gros carbures de M_6C comme certains l'observent pour de longs vieillissements [2, 3].

Notre étude présente l'originalité d'analyser un vieillissement rarement étudié de 150 000h en service. Elle permet de comparer le même 10CD910 régénéré et vieilli. Les résultats permettent de compléter les séquences de précipitations observées auparavant pour des très longs revenus et de comprendre la réelle influence du vieillissement sur la solution solide et sur la précipitation. Une étude similaire effectuée sur un autre 10CD910 vieilli plus de 100 000h (Annexe 7) permettra de confirmer la séquence de précipitation observée.

II.1.2.Structures de dislocations

Bainite

Les grains de bainite présentent avant et après vieillissement une forte densité de dislocations. Le degré d'organisation des dislocations sous forme de cellules augmente avec le temps de vieillissement (Figure 5).

Une étude en EBSP a révélé à l'état régénéré la présence de sous-joints très fortement désorientés ($50^\circ < \theta < 65^\circ$) qui divisent les grains en familles de sous-grains (Figure 2), comme nous l'avions déjà observée à l'état vieilli (cf Figure 6 ch2§II.2.2).

L'influence majeure du vieillissement concerne l'organisation des structures de dislocations à l'intérieur des sous-grains. La densité de dislocations n'évolue pas, contrairement à leur degré d'organisation qui augmente. La présence de cellules déjà bien formées dans le matériau régénéré montre que le revenu de 3h à 700°C a permis un léger début de restauration de ces dislocations en parois (faiblement désorientées ($\theta < 3^\circ$)). Mais la grande majorité des dislocations restent encore enchevêtrées. Le processus de restauration débuté lors du revenu continue au cours du vieillissement en service. Il conduit à l'intégration des dislocations dans les parois déjà formées, leur arrangement en nouvelles parois de cellules ou en sous-joints peu denses à l'intérieur des cellules. La taille des cellules de restauration est identique, qu'elles soient formées pendant le revenu lors du traitement thermique ou lors du vieillissement en service.

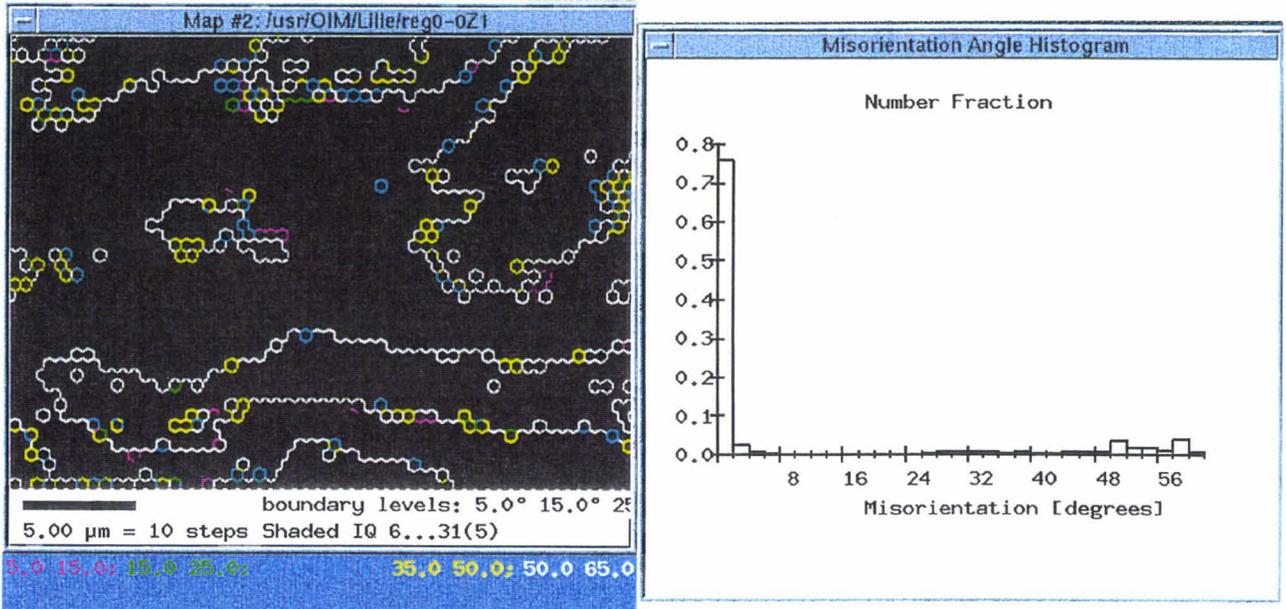


Figure 2 : Cartographie d'EBS et histogrammes des désorientations associées d'un grain de bainite du matériau RF45 mettant en évidence la présence de familles de sous-grains désorientés de 60° autour de $\langle 111 \rangle$.

Remarques sur la germination de la bainite

Notre investigation permet de conclure que la présence de sous-joints fortement désorientés et d'une densité de dislocations importante dans la bainite des 10CD910 résulte du traitement thermique d'origine.

L'origine des dislocations est liée aux contraintes de cisaillement et aux contraintes thermiques, développées lors de la transformation bainitique.

La texture observée dans les grains de bainite est issue du processus de germination de la bainite à partir de l'austénite. L'architecture des grains de bainite est constituée en deux familles de sous-grains. Les sous-grains d'une même famille présentent des orientations cristallographiques similaires. On peut alors établir un parallèle avec les très faibles désorientations observées entre les lattes d'une même gerbe de bainite aciculaire [4, 5]. Par contre la présence des sous-joints très fortement désorientés séparant deux familles de sous-grains bainitiques à l'intérieur d'un même grain n'a jamais été observée.

Or, les observations ont montré que l'orientation relative de la bainite ferritique et de l'austénite-mère correspond aux relations classiques de KS (Kurdjumov-Sachs, 1930) et NW (Nishiyama-Wasserman, 1934). Si on idéalise la morphologie d'une latte de bainite à un parallélogramme de dimension $a > b > c$, la croissance des lattes obéit aux lois cristallographiques suivantes [6]:

- Direction de Croissance : $[\bar{1}01]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$
- Plan d'habitat (aire=ab) : $(232)_\gamma \approx (\bar{1}54)_\alpha$
- Relations d'orientation : $[\bar{1}01]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$
 $(111)_\gamma // (011)_\alpha$

Supposons qu'un sous-grain de bainite ferritique ($Fe_{\alpha 1}$) germe à partir d'un grain d'austénite (Fe_{γ}) suivant ces relations. Une étude cristallographique (Figure 3) permet de montrer que la croissance d'un deuxième sous-grain de bainite ferritique ($Fe_{\alpha 2}$) désorienté de 60° autour de $\langle 1\ 1\ \bar{1} \rangle$ par rapport à $Fe_{\alpha 1}$ est compatible avec les relations de croissance de KS.

Notre étude permet donc de mettre en évidence la croissance texturée de familles de sous-grains de bainite à partir d'un même grain d'austénite.

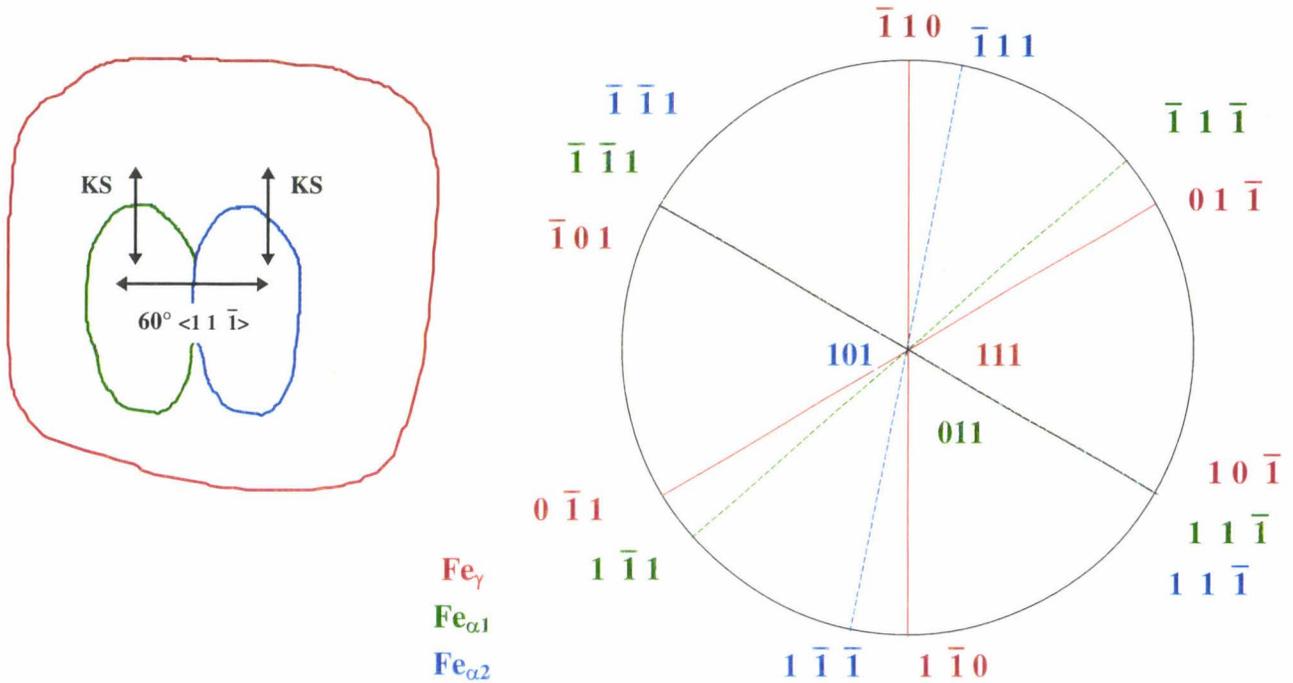


Figure 3 : Projection stéréographique représentant les relations d'orientation de KS entre Fe_{γ} et $Fe_{\alpha 1}$ et entre Fe_{γ} et $Fe_{\alpha 2}$, alors que $Fe_{\alpha 1}$ et $Fe_{\alpha 2}$ sont désorientés de 60° autour de $\langle 1\ 1\ \bar{1} \rangle$.

Ce type de croissance a déjà été observée pour les lattes de martensites. Son existence au sein de la bainite confirme bien la similitude des mécanismes de germination des deux constituants.

Ferrite

La ferrite apparaît quasiment vierge de dislocations à l'état «non vieilli» et évolue très peu au cours du vieillissement (Figure 6). Ces constatations permettent de conclure que la faible augmentation de la densité de dislocations (présentant une tendance à s'arranger en parois), observée par Jones et Van den Avyle [7], est due à la présence d'une faible contrainte qui s'ajoute au vieillissement.

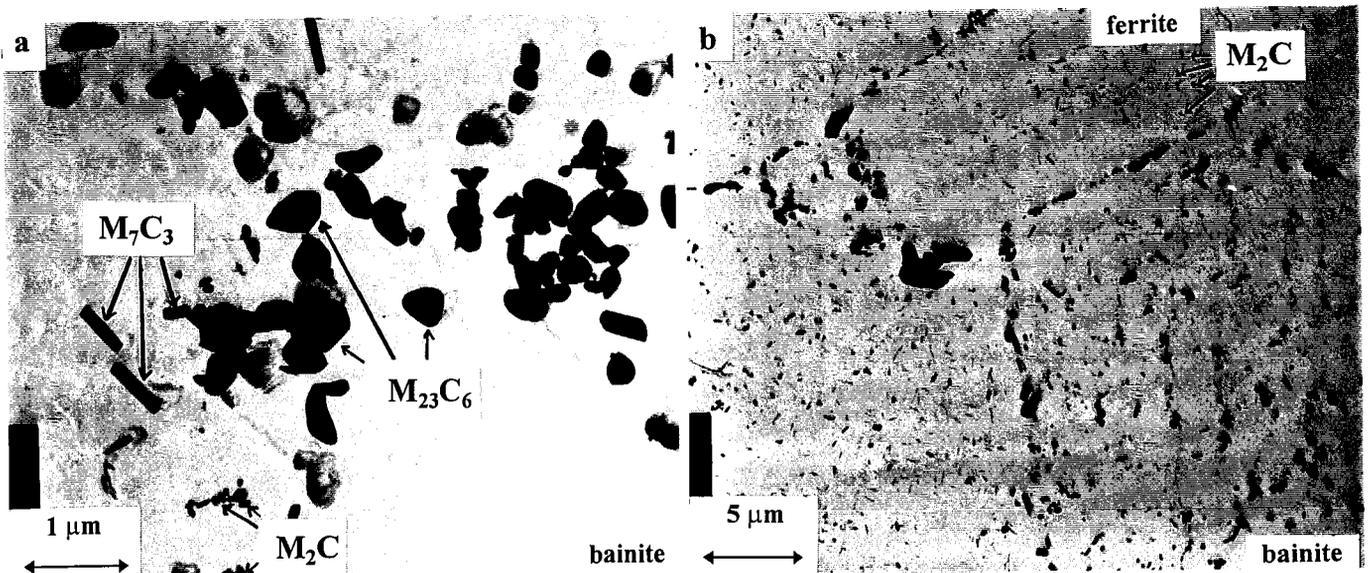


Figure 4 : Etat de la précipitation dans la bainite (a) et la ferrite (b) du matériau RF45.



Figure 5 : Aspect des cellules dans la bainite des matériaux VF35 (a) et RF45(b).

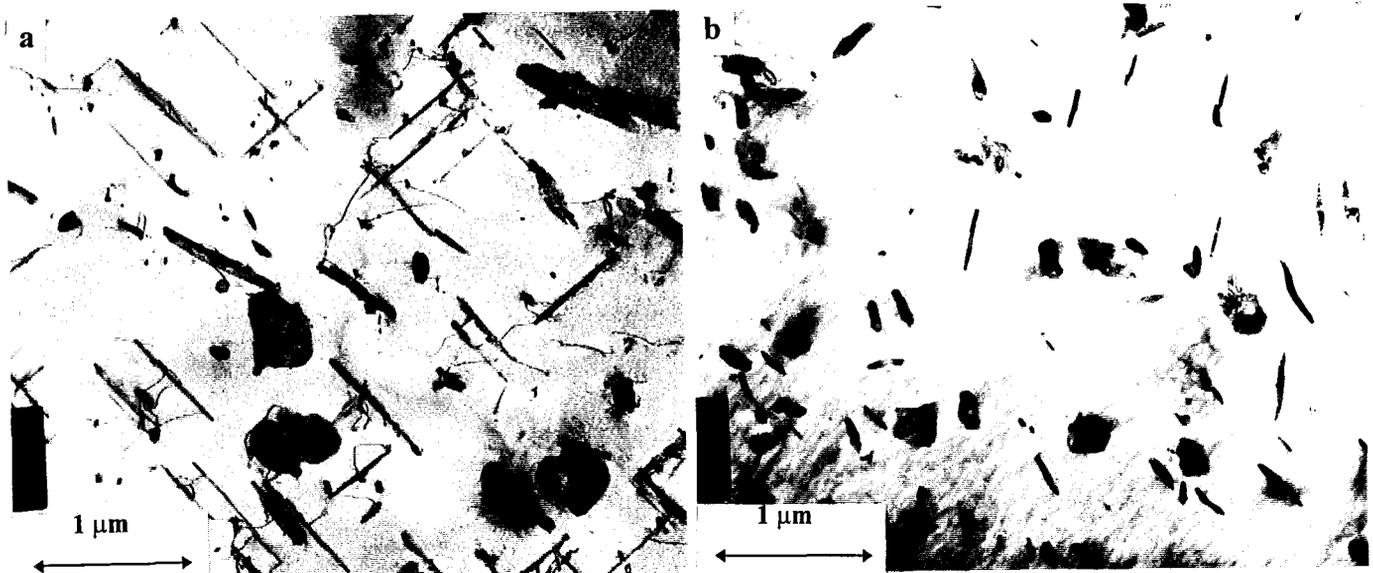


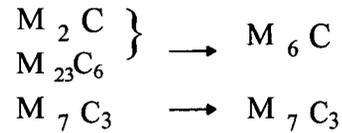
Figure 6 : Aspect des structures de dislocations des grains de ferrite des matériaux VF35(a) et RF45 (b).

II.1.3. Conclusions

L'influence du vieillissement sur la microstructure du 10CD910 se résume donc comme suit:

dans la bainite :

- à l'évolution de la nature des carbures :



- au grossissement moyen des carbures ainsi qu'à leur enrichissement en éléments d'alliage,
- à la restauration des dislocations en parois de cellules.

dans la ferrite :

- à la persistance et au léger allongement des fines plaquettes de M_2C ainsi qu'à leur enrichissement en éléments d'alliage.

II.2. Sur les propriétés mécaniques classiques

Le vieillissement dégrade un peu la résistance du matériau à haute température (diminution de la limite d'élasticité et de la résistance à la traction). Il ne semble toutefois pas affecter la dureté (à température ambiante) des deux constituants (Tableau 1). Ceci s'explique car l'influence du vieillissement concerne essentiellement la capacité de mobilité des dislocations dans chacune des phases (état de la précipitation, de la solution solide et arrangement des dislocations). Or, le processus de glissement des dislocations est thermiquement activé. Donc l'influence du vieillissement est d'avantage visible à haute qu'à basse température.

	HV30	HV(50g) Bainite	HV(50g) Ferrite	E (GPa)	Rm (MPa)	Rp _{0,2%} (MPa)	A (%)	Z (%)
RF45	144 (±3)	197 (±5)	160 (±9)	202	306	180	36	60
VF35	145 (±3)	196 (±7)	167 (±7)	150	264	157	36	60

Tableau 1 : Dureté, microduretés (température ambiante) et caractéristiques de traction monotone à 565°C des aciers régénéré RF45 et vieilli VF35.

L'influence du vieillissement de 150 000h en service se traduit par:

- la diminution d'environ 15% de la limite d'élasticité et de la charge à rupture du matériau,
- la conservation de sa ductilité.

II.3. Sur le comportement en fatigue

Les résultats complets des essais de fatigue oligocyclique à chaud sont décrits en Annexe 5 pour le matériau régénéré et en Annexe 4 pour le matériau vieilli. Ils sont résumés en Figure 7 par les courbes d'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles et les courbes de Manson-Coffin reliant la variation de déformation plastique au nombre de cycles à rupture.

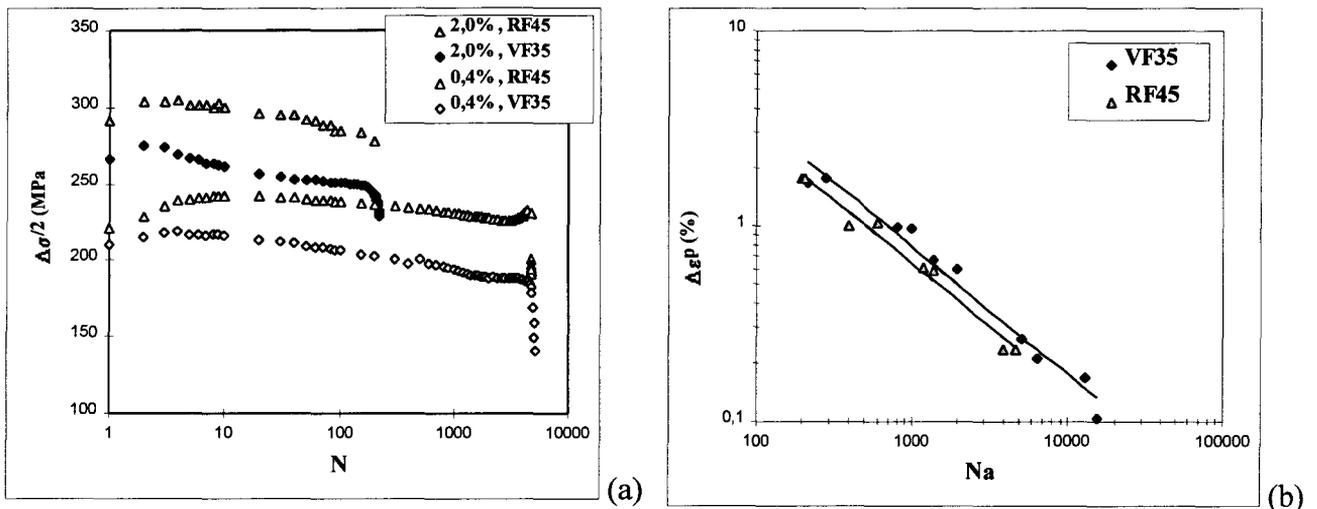


Figure 7 : Amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles (a), Courbes de Manson-Coffin (b) lors d'essais de fatigue oligocyclique ($T=565^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon}_t = 4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) pour les matériaux RF45 et VF35.

L'influence d'un important vieillissement en service sur le comportement en fatigue oligocyclique à chaud d'un 10CD910 peut se traduire :

- sur l'accommodation cyclique, par la réduction de la période de durcissement, l'accentuation importante de l'adoucissement jusqu'en fin de vie et la diminution importante du niveau des contraintes,
- sur la résistance en fatigue à chaud, par l'augmentation légère des durées de vie.

II.3.1. Evolution microstructurale

Nous avons choisi de comparer la nature et la répartition des arrangements de dislocations pour la bainite et la ferrite des matériaux régénéré (RF45) et vieilli (VF35), cyclés à rupture pour une variation de déformation totale imposée de $\Delta\epsilon_t=1,2\%$.

Bainite

La déformation cyclique a induit dans les deux bainites la restauration des dislocations mobiles en parois de cellules. Les cellules de dislocations bien formées sont moins nombreuses pour le matériau régénéré que pour le matériau vieilli et laissent des zones de la taille de deux ou trois cellules sans organisation particulière des dislocations (Figure 8a). La taille des cellules

bien formées correspond à la taille moyenne des cellules de la bainite du matériau de référence cyclé dans les mêmes conditions.

La bainite vieillie possède, après essai de fatigue, une microstructure témoignant d'une accommodation de la plasticité cyclique plus marquée que la bainite régénérée cyclée dans les mêmes conditions (Figure 8).

Ferrite

La ferrite est marquée par une importante évolution microstructurale qui se traduit par la présence de cellules de dislocations aux parois denses dans la majorité des petits grains et près des joints de grains aigus dans les gros grains (Figure 8b). La taille des cellules formées est nettement plus faible (diminution de 10-5 à 3-1 μm environ) et le stade d'évolution des microstructures est bien plus avancé pour le matériau régénéré que pour le matériau de référence cyclé dans les mêmes conditions (Figure 8).

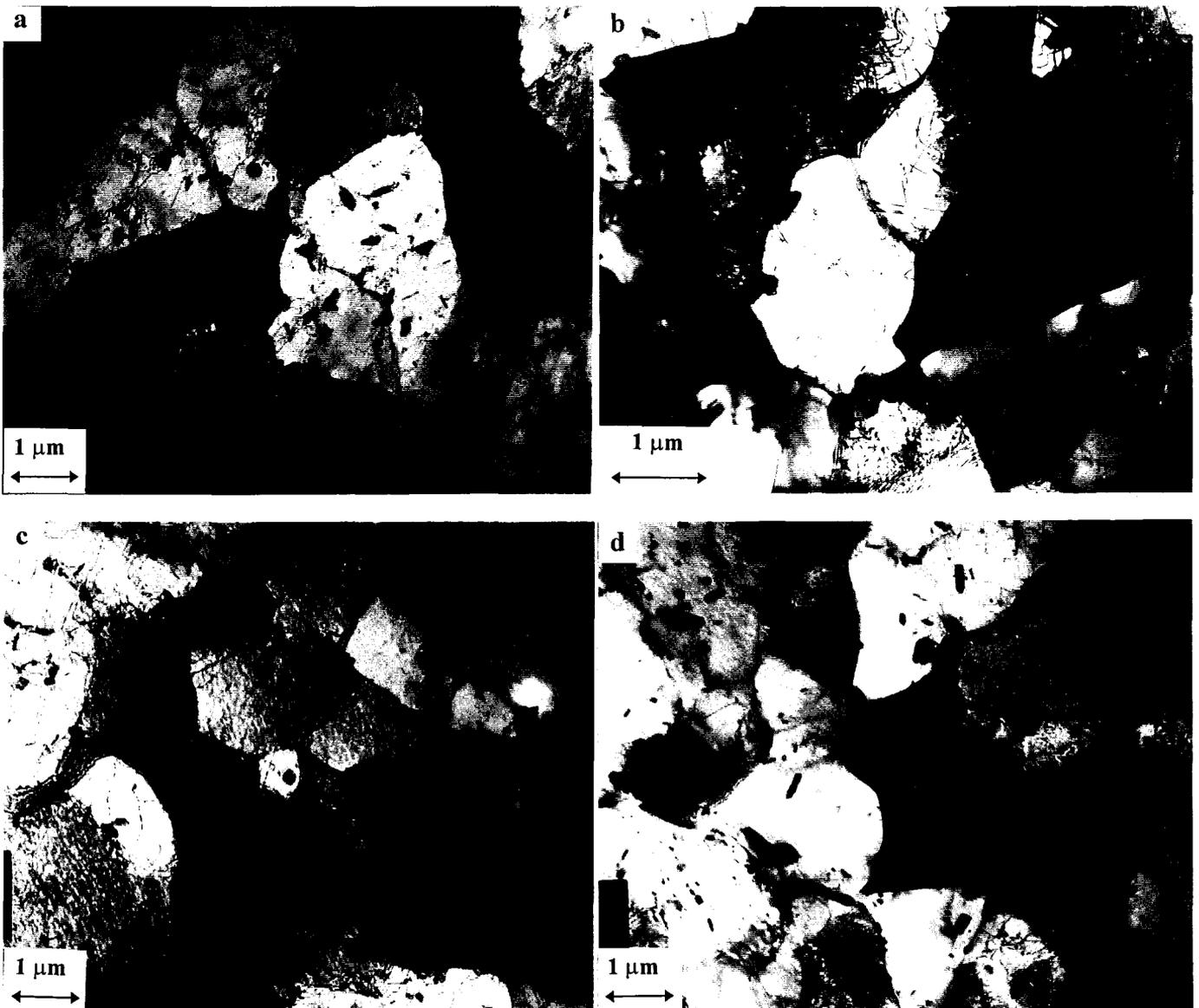


Figure 8 : Aspect des structures de dislocations après essai de fatigue oligocyclique ($T=565^{\circ}\text{C}$) conduits à rupture pour $\Delta\varepsilon_f=1,2\%$, $100\%N/Na$ dans la ferrite (a) et la bainite (b) du matériau VF35, dans la ferrite (c) et la bainite (d) du matériau RF45.

II.3.2.Mécanisme de déformation / Discussion

Le vieillissement de la bainite a provoqué la disparition des fines plaquettes de M_2C dans la bainite et a abouti à la disparition des fins carbures et au grossissement de la précipitation. Il a également appauvri la matrice en éléments d'alliage, en particulier en carbone, responsable du durcissement par solution solide. La matrice est donc libérée de causes importantes de forces de friction, gênantes pour le mouvement des dislocations. Le vieillissement a également permis l'arrangement des dislocations enchevêtrées en sous-joints de restauration très peu denses. Globalement, le vieillissement a donc favorisé dans la bainite l'éventuelle libération d'un stock de dislocations mobiles (à partir des sous-joints) et la mobilité des dislocations.

Pour les mêmes raisons, la réduction des forces de friction induite par le vieillissement facilite le glissement des dislocations dans la ferrite.

On peut alors expliquer le comportement de durcissement cyclique de l'acier régénéré. Lors des premiers cycles, les enchevêtrements de dislocations sont difficilement dissociés, donc la densité des dislocations mobiles plus limitée et leur glissement plus difficile. Le ralentissement de l'annihilation des dislocations conduit alors à restreindre l'adoucissement. L'adoucissement cyclique de la bainite vieillie est donc plus prononcé que celui de la bainite régénérée.

Le transfert de charge de la bainite vers la ferrite (cf ch2§III.4) apparaît comme une conséquence de la limitation de la capacité de la bainite à accommoder la déformation. Cette limitation peut être due, soit à une annihilation très prononcée des dislocations, soit à une production trop faible des dislocations mobiles. Le transfert de charge est donc actif très tôt pour le matériau régénéré pour la seconde raison.

Le mode de déformation dans la ferrite, par durcissement cyclique puis restauration, est en revanche identique avant et après vieillissement. On retrouve également l'influence du gradient de contrainte à l'intérieur des grains de ferrite, lié aux joints de grains bainite-ferritiques. La taille des cellules formées est par contre plus faible dans le cas du matériau régénéré. Ceci s'explique par la forte densité de dislocations créée par écrouissage cyclique dans la ferrite (très sollicitée dans ce matériau) et par la faible mobilité des dislocations (dues aux forces de friction importantes dans cet état régénéré). On retrouve alors la relation proposée par Plumtree et al [8] entre la contrainte à saturation importante développée lors l'essai de fatigue et la faible taille des cellules formées dans la ferrite.

Le fort durcissement cyclique de la ferrite associé au léger adoucissement de la bainite au cours de l'essai se traduit macroscopiquement par d'importants niveaux de contrainte.

II.3.3. Conclusions

Les aciers 10CD910 sont constitués de ferrite et de bainite, d'aptitudes très différentes à accommoder la déformation.

A l'état régénéré («non vieilli»), la ferrite est facilement écrouissable et la bainite peu déformable. Le comportement macroscopique en fatigue de l'acier est alors fortement influencé par celui de la ferrite.

Le vieillissement modifie essentiellement la bainite. Il permet la libération de dislocations mobiles et facilite leur glissement. Si bien qu'à l'état vieilli, la ferrite est toujours écrouissable mais la bainite devient facilement restaurable. Le comportement macroscopique en fatigue de l'acier est alors dicté par celui de la bainite.

Les répercussions du vieillissement sur le mécanisme d'endommagement plastique cyclique du 10CD910 peuvent se résumer par :

- **l'augmentation de la contribution de la bainite pour accommoder la déformation,**
- **la diminution de la contribution de la ferrite pour accommoder la déformation,**
- **le ralentissement du transfert de charge de la bainite à la ferrite.**

L'influence du vieillissement se traduit microstructuralement, pour la même sollicitation, par:

- **la formation de cellules de fatigue dans la ferrite moins rapide.**
- **l'augmentation de la taille de ces cellules.**

III. INFLUENCE DE LA FRACTION VOLUMIQUE FERRITE-BAINITE

Le 10CD910 présente la particularité d'avoir une microstructure très sensible au traitement thermique. La vitesse de trempe du traitement initial (suivant l'épaisseur du matériau traité) conditionne le rapport ferrite-bainite pour une même composition chimique. Les normes industrielles s'accommodent d'une très large gamme de proportion ferrite-bainite. Or, comme nous l'avons vu dans le cas du matériau de référence, les deux constituants jouent chacun un rôle important dans l'accommodation de la déformation. La fraction volumique ferrite-bainite a donc assurément une incidence considérable sur la réponse du 10CD910 face à une sollicitation cyclique à chaud.

Le **matériau de référence VF35** (Annexe 4) et le **matériau VF95** (Annexe 7) ont tous les deux vieilli en service plus de 100 000h et l'on peut considérer qu'ils ne diffèrent que par leur taux de constituants. Ils nous permettent d'étudier l'influence d'une forte fraction volumique de ferrite sur le comportement mécanique en fatigue oligocyclique à haute température d'un acier 10CD910 vieilli.

Pour élargir le domaine d'études, nous avons étudié l'incidence d'une faible proportion de ferrite à l'aide de deux matériaux régénérés à partir du matériau de référence. Ils possèdent donc la même composition chimique. Le traitement de régénération est identique pour les deux matériaux. Le volume des coupons traités a permis de modifier la fraction volumique de ferrite de 45%, c'est le **matériau RF45** (Annexe 4) à 12%, c'est le **matériau RF12** (Annexe 6).

III.1.Sur les propriétés mécaniques classiques

De façon attendue, la fraction volumique de ferrite et de bainite a une grande influence sur la dureté de l'acier et sur ses propriétés mécaniques monotones que le matériau soit vieilli (Tableau 2) ou régénéré (Tableau 3).

	HV30	HV(50g) Bainite	HV(50g) Ferrite	E (GPa)	Rm (MPa)	Rp _{0,2%} (MPa)	A (%)	Z (%)
VF35	145 (±3)	196 (±7)	167 (±7)	150	264	157	36	60
VF95	130 (±9)	-	160 (±10)	125	240	101	-	77

Tableau 2 : Dureté, microduretés (température ambiante) et caractéristiques de traction monotone à 565°C des aciers vieillis VF35 et VF95.

	HV30	HV(50g) Bainite	HV(50g) Ferrite	E (GPa)	Rm (MPa)	Rp _{0,2%} (MPa)	A (%)	Z (%)
RF12	157 (±7)	198 (±6)	-	-	-	240*	-	-
RF45	144 (±3)	197 (±5)	160 (±9)	202	306	180	36	60

* : valeur calculée à partir du premier quart de cycle lors d'essais en fatigue oligocyclique à 565°C.

Tableau 3 : Dureté, microduretés (température ambiante) et caractéristiques de traction monotone à 565°C des aciers régénérés RF12 et RF45.

L'augmentation de la teneur en ferrite se traduit par :

- la diminution de la dureté,
- la diminution de la limite d'élasticité,
- l'augmentation de la ductilité.

III.2. Sur le comportement en fatigue

Les résultats complets des essais de fatigue oligocyclique à chaud sont décrits en Annexe 4 pour le matériau de référence et en Annexe 6 pour le matériau VF95. Ils sont comparés en Figure 9 par les courbes de l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles et les courbes de Manson-Coffin reliant la variation de déformation plastique au nombre de cycles à rupture.

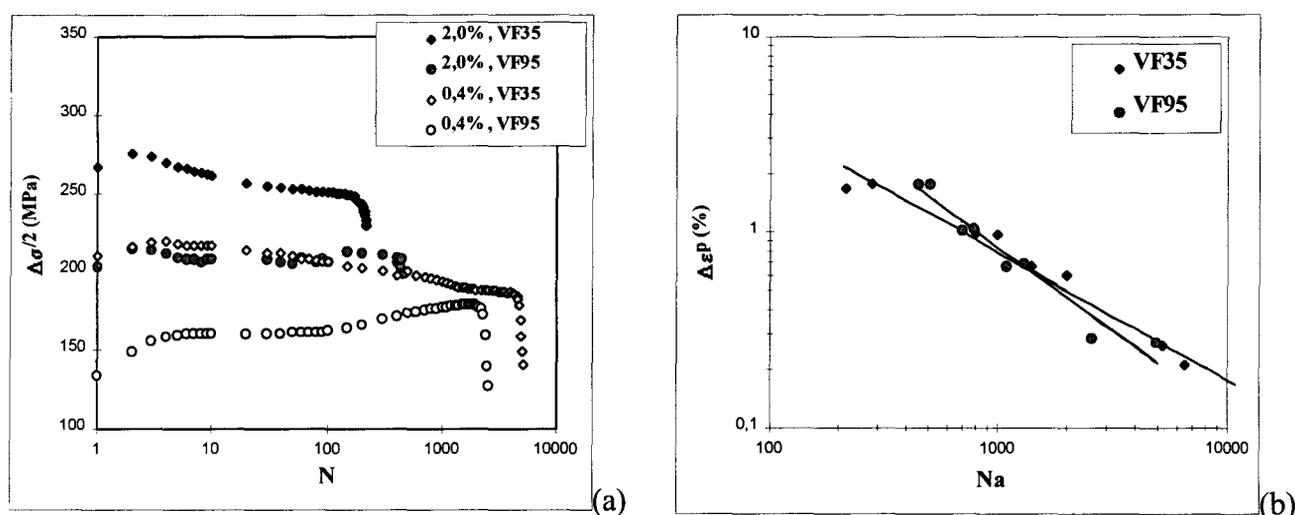


Figure 9 : Amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles (a), Courbes de Manson-Coffin (b) lors d'essais de fatigue oligocyclique ($T=565^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon}_t = 4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) pour les matériaux VF35 et VF95.

L'augmentation de la fraction volumique de ferrite de 35 à 95% joue un rôle essentiel sur le mode d'accommodation cyclique du 10CD910 vieilli, mais secondaire sur sa durée de vie en fatigue oligocyclique à chaud. Si, après les 2 premiers cycles, le matériau bainito-ferritique présente un stade d'adoucissement cyclique marqué, le matériau majoritairement ferritique adopte un comportement de durcissement (ou de stabilisation pour les forts niveaux de déformation imposée). Les niveaux de contrainte stabilisée diminuent nettement (entre 10 et 15%) quand la fraction volumique de ferrite croît de 35 à 95%. Les durées de vie sont dans l'ensemble légèrement plus élevées (excepté à très faible niveau de déformation appliquée) quand la proportion de ferrite augmente.

La comparaison entre les deux matériaux régénérés permet de conclure que l'augmentation de la fraction volumique de ferrite de 12% à 35% (Figure 10) contribue à

restreindre son comportement d'adoucissement tout au long du cyclage, à diminuer de manière sensible les contraintes moyennes et à augmenter légèrement la résistance en fatigue oligocyclique à chaud du 10CD910. Ces conclusions sont parfaitement en accord avec celles obtenues pour les matériaux vieillis.

Les tendances observées par l'augmentation de la fraction volumique de ferrite de 35% à 95% pour l'acier vieilli sont généralisables dans le cas d'une croissance de 12% à 35% pour l'acier régénéré.

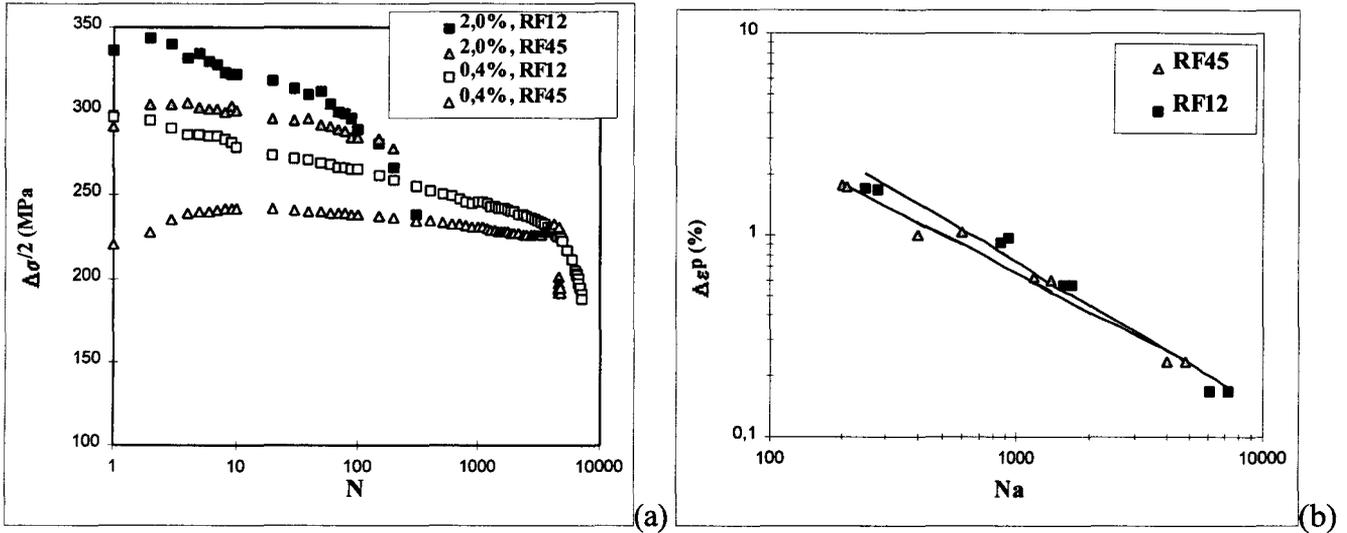


Figure 10 : Amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles (a), Courbes de Manson-Coffin (b) lors d'essais de fatigue oligocyclique ($T=565^\circ\text{C}$, $\dot{\varepsilon}_t = 4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) pour les matériaux RF12 et RF45.

La fraction volumique ferrite-bainite conditionne la réponse du 10CD910 face à une sollicitation cyclique à chaud. La tendance qu'elle impose est indépendante de l'état de vieillissement du matériau. L'augmentation de la fraction volumique de ferrite :

- favorise un comportement de durcissement cyclique qui est d'autant plus prononcé que le niveau de déformation imposé est important,
- diminue les niveaux de contraintes développées par le 10CD910 sans altérer fortement les durées de vie.

III.2.1. Evolution microstructurale

De manière identique à celle effectuée sur le matériau de référence, une étude complète concernant l'arrangement des dislocations et la désorientation associée (imagerie et diffraction) a été effectuée pour le matériau VF95 sur les états :

- cyclés pour $\Delta\varepsilon_t=1,2\%$ à 5% , 50% et 100% N/N_a ,
- cyclé pour $\Delta\varepsilon_t=0,8\%$ à 100% N/N_a ,
- cyclé pour $\Delta\varepsilon_t=0,4\%$ à 100% N/N_a .

Aucune mesure de désorientation n'a été effectuée sur le matériau avant cyclage, puisque la ferrite contient une faible densité de dislocations non arrangées en cellules (Figure 11).

Etat cyclé à $\Delta\varepsilon_t=1,2\%$, 5%N/Na

La ferrite a accommodé la déformation par écrouissage cyclique. La densité de dislocations, conjointement à celle de boucles et des débris, a considérablement augmenté par rapport à l'état initial (Figure 12a).

Certains grains de ferrite du matériau VF95 possèdent une architecture en **sous-cellules** similaire à celle observée dans la ferrite du matériau de référence. On retrouve donc un arrangement des dislocations en parois peu denses et peu organisées qui traduit la tendance à l'activation de plusieurs systèmes de glissement.

On observe par contre dans les autres grains du 10CD910 essentiellement ferritique une sous-structure de murs rectilignes, typiques de la déformation cyclique des CC à bas niveau de déformation dans le domaine «haute température» (cf ch1§IV.1.2). La formation de tels murs dipolaires requiert l'activation d'un seul système de glissement.

Les désorientations liées aux murs et aux sous-cellules sont dans tous les cas très faibles puisqu'elles n'excèdent pas 5° (Figure 13a), comme pour la ferrite du bainito-ferritique cyclé dans les mêmes conditions.

Etat cyclé à $\Delta\varepsilon_t=1,2\%$, 50%N/Na

A mi-durée de vie, certains murs et parois peu denses font place à des parois de cellules plus denses et plus désorientées (Figure 12b, Figure 13b). Ces évolutions sont de même nature mais plus avancées que dans la ferrite du matériau bainito-ferritique.

La taille des cellules formées est hétérogène et directement liée au nombre de sous-cellules qu'elles contiennent. Elles peuvent être de la taille des sous-cellules initialement présentes, soit d' $1\mu\text{m}$ ou dépasser parfois $10\mu\text{m}$. Ces mécanismes de déformation semblent plus activés près des joints de grains qu'à coeur (donc dans les petits grains). Mais la légère hétérogénéité observée pour la ferrite du matériau VF95 n'est pas comparable au gradient de microstructure présent dans les grains de ferrite entourés de bainite de l'acier de référence.

Le degré de formation des cellules est nettement moins important et les désorientations atteintes nettement plus faibles pour le matériau bainito-ferritique que pour le matériau essentiellement ferritique.

Etat cyclé à $\Delta\varepsilon_t=1,2\%$, 100%N/Na

L'évolution est continue et le retard dans l'évolution des structures de dislocations de la ferrite entourée de bainite sur la ferrite seule est évident à rupture.

Les cellules formées ne décoorent que les joints de grains de certains grains de ferrite du matériau bainito-ferritique alors qu'elles divisent tous les grains de ferrite du matériau ferritique (Figure 12c). Elles diffèrent par leur taille qui est beaucoup plus homogène et en moyenne plus petite dans le cas du matériau essentiellement ferritique (les tailles des cellules formées sont similaires pour le matériau ferritique à rupture pour $\Delta\varepsilon_t=1,2\%$ et pour le matériau de référence pour $\Delta\varepsilon_t=2\%$).

Le second critère, plus important, qui traduit la différence entre le comportement de la ferrite seule ou entourée de bainite est la désorientation des sous-joints. La rotation des sous-joints atteint des valeurs nettement plus importantes quand la ferrite est seule à accommoder (Figure 13c) (les désorientations des cellules formées atteignent des valeurs supérieures à 30° pour le matériau ferritique à rupture pour $\Delta\varepsilon_t=1.2\%$ alors qu'elles ne dépassent pas 10° pour le matériau de référence, cyclé à rupture, même pour $\Delta\varepsilon_t=2\%$).

Influence de la variation de déformation imposée

Quel que soit le niveau de déformation imposée, les grains de ferrite sont divisés en cellules de fatigue (Figure 14). La taille des cellules augmente légèrement quand l'amplitude de déformation imposée diminue (en moyenne de $1,8\mu\text{m}$ pour $\Delta\varepsilon_t=1,2\%$ à $2,2\mu\text{m}$ pour $\Delta\varepsilon_t=0,4\%$) [8]. Le critère principal qui reflète le niveau de déformation imposée est la désorientation des cellules de fatigue. Plus la déformation imposée est importante, plus les cellules sont désorientées (Figure 15).

L'influence de la variation de déformation est identique dans les deux aciers mais plus marquée dans le matériau VF95. A $0,4\%$ de variation de déformation totale imposée à rupture, les cellules sont déjà formées mais peu désorientées pour la ferrite entourée de ferrite alors qu'elles commencent à peine à se former pour la ferrite entourée de bainite (cf Figure 13 ch2§III.2).

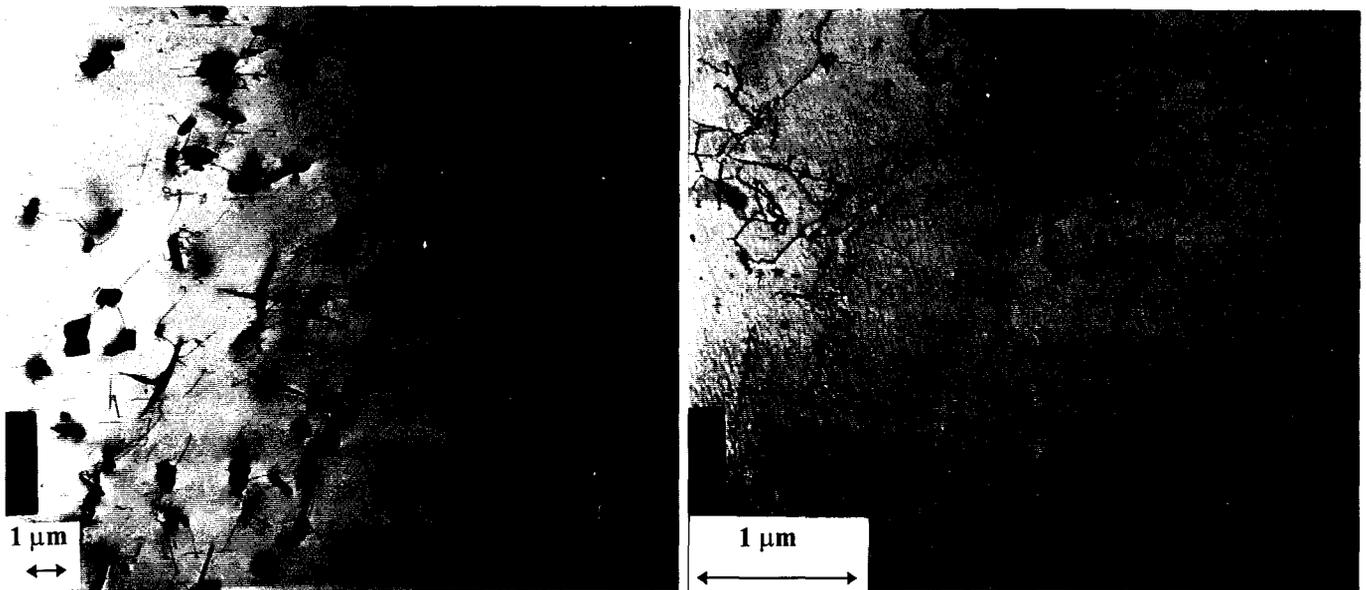


Figure 11 : Aspect des structures de dislocations de la ferrite du matériau VF95.

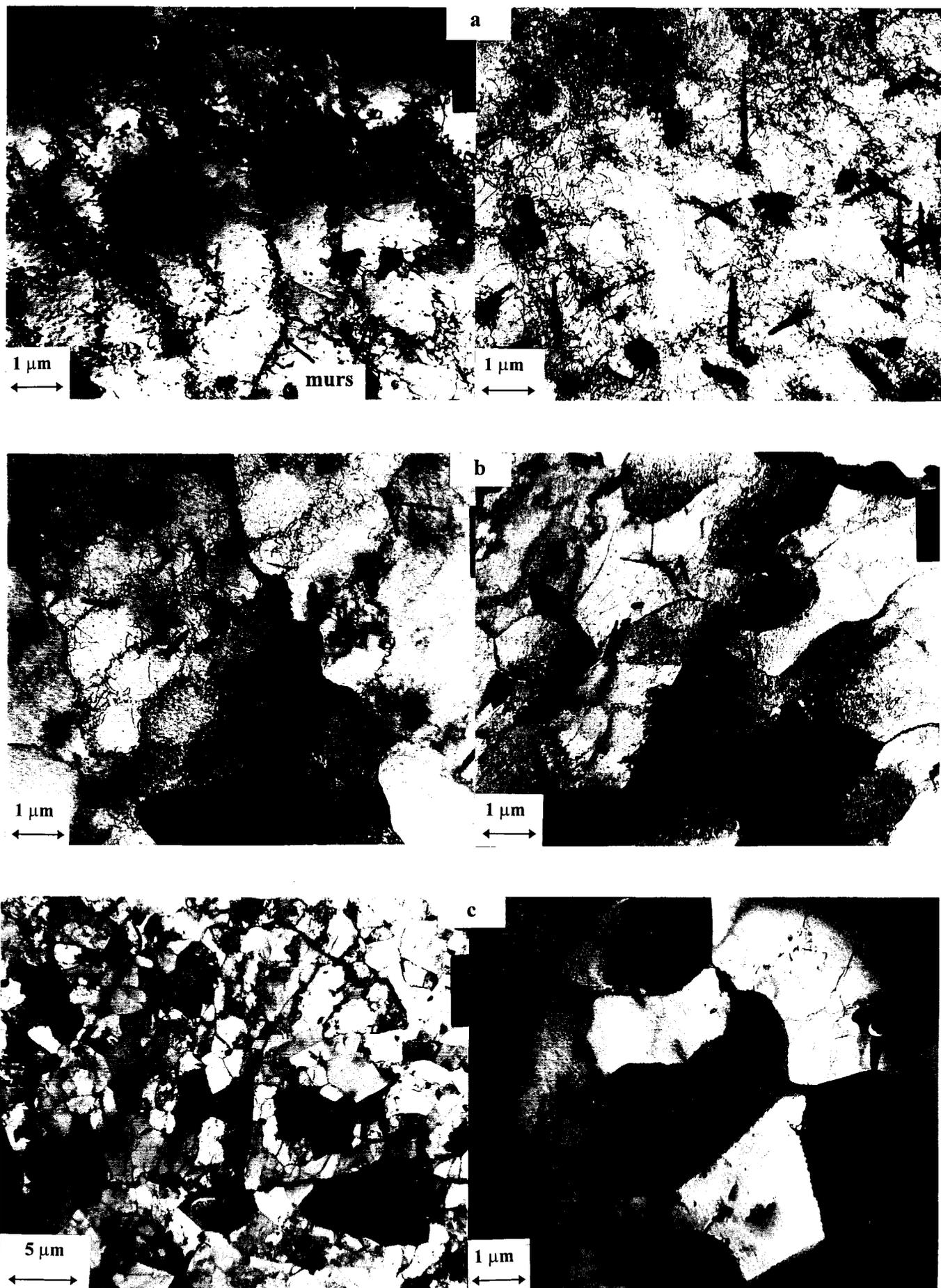
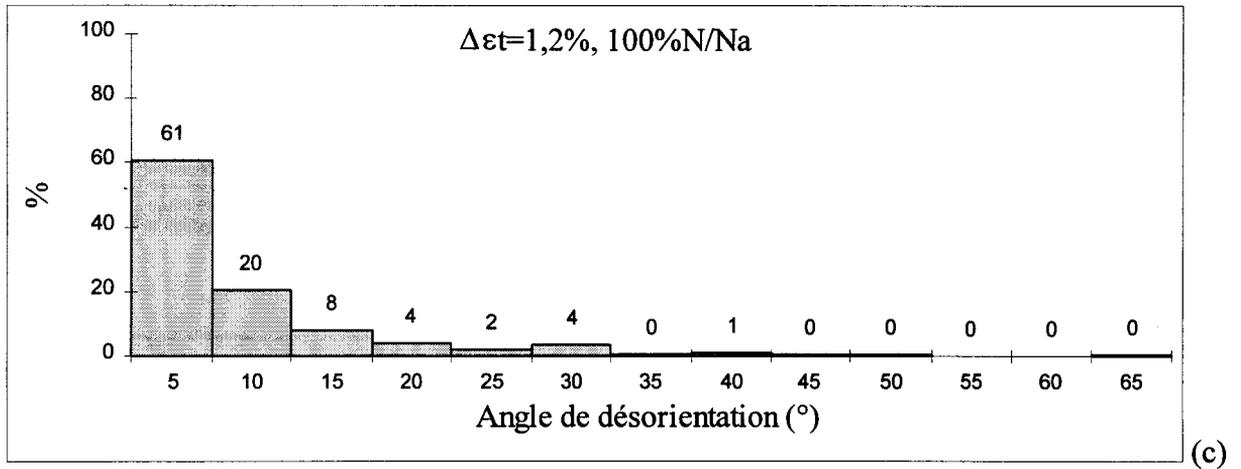
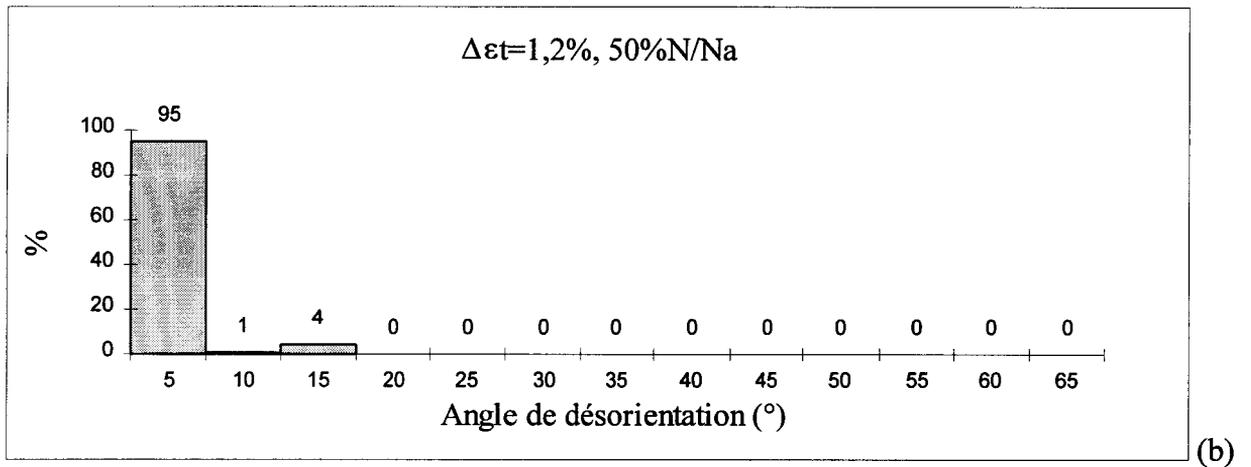
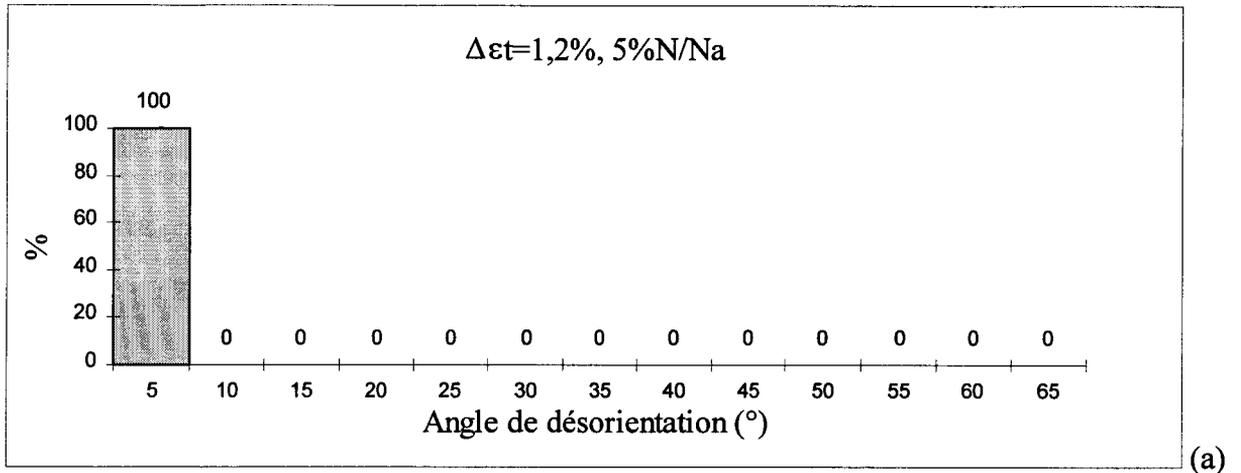


Figure 12 : Aspect des cellules de dislocations dans la ferrite du matériau VF95 à $\Delta\epsilon_f=1,2\%$, pour 5%N/Na (a), 50%N/Na (b), 100%N/Na (c).



Type de joint CSL	$\Sigma 43a$	$\Sigma 7$	$\Sigma 9$	$\Sigma 49c$
θ (°), $\langle hkl \rangle$	$15^\circ \langle 111 \rangle$	$38^\circ \langle 111 \rangle$	$39^\circ \langle 110 \rangle$	$49^\circ \langle 322 \rangle$
flué, $\Delta\epsilon_t=1,2\%$, 100%N/Nr	1	1	1	1

Figure 13 : Evolution de la désorientation entre cellules de dislocations dans la ferrite du matériau VF95 à $\Delta\epsilon_t=1,2\%$, pour 5%N/Na (a), 50%N/Na (b), 100%N/Na (c).

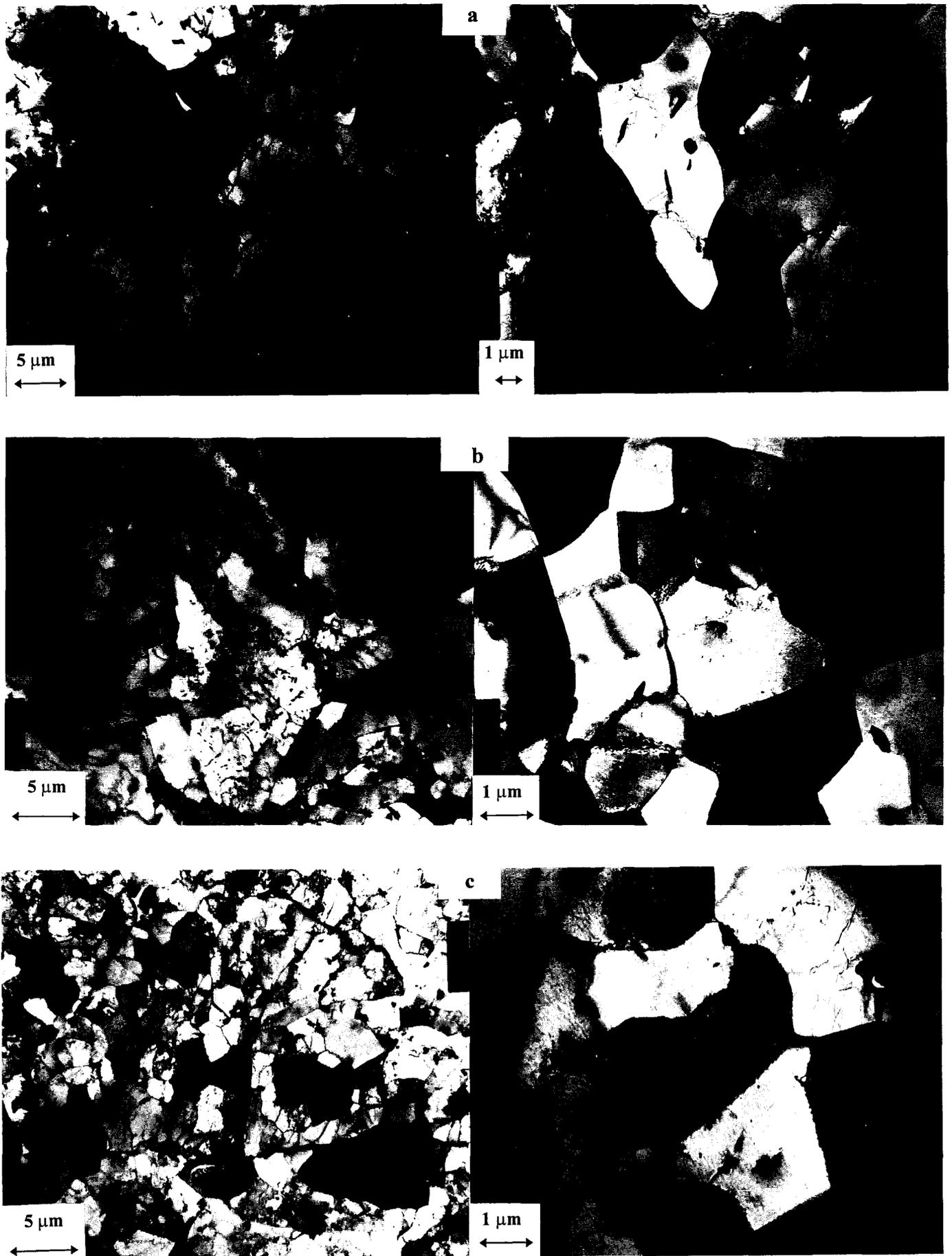


Figure 14 : Aspect des cellules de dislocations dans la ferrite du matériau VF95 pour à $\Delta\varepsilon_f=0,4\%$, 100%N/Na (a), $\Delta\varepsilon_f=0,8\%$, 100%N/Na (b) et $\Delta\varepsilon_f=1,2\%$, 100%N/Na (c).

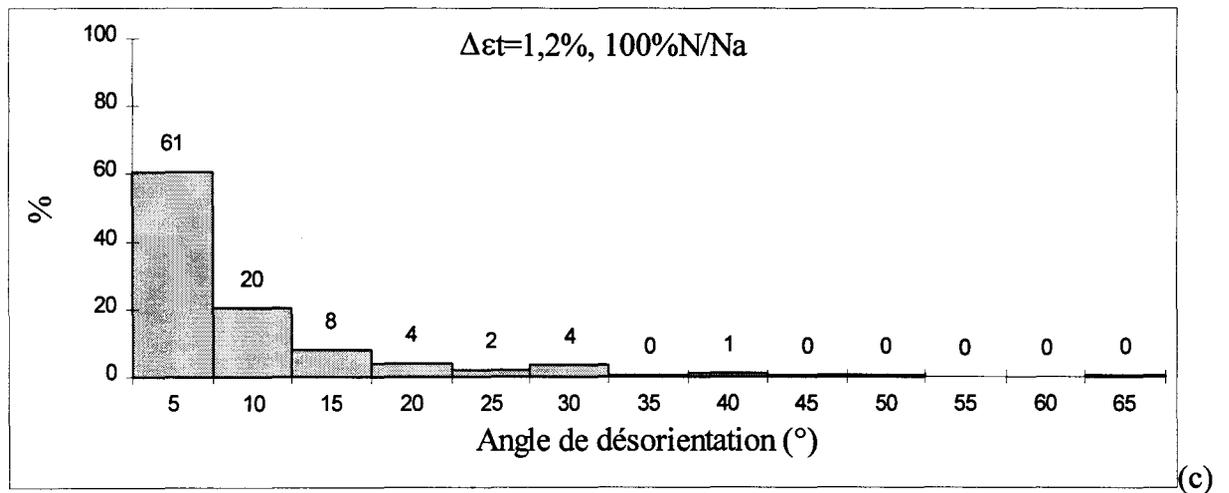
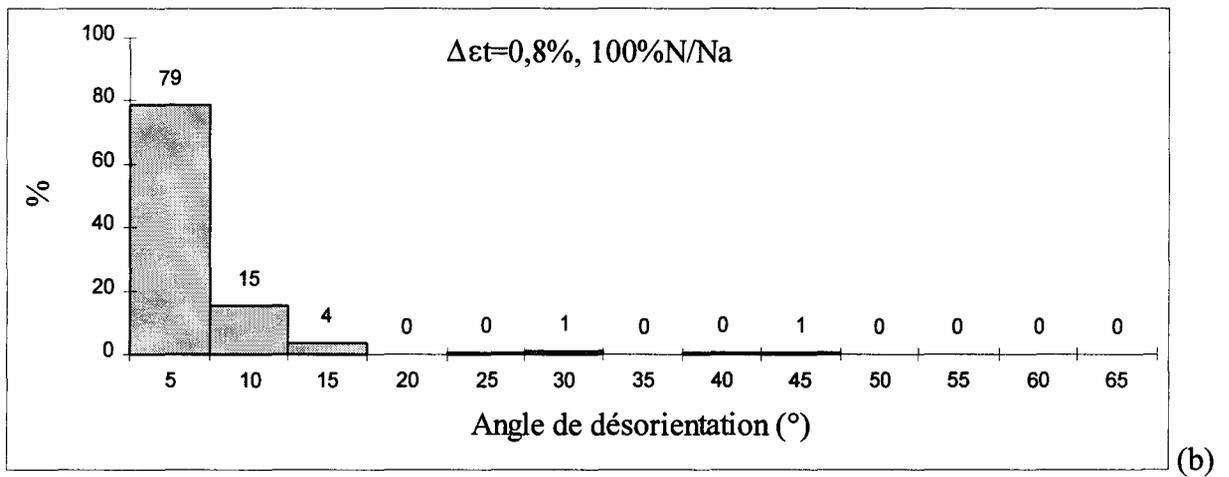
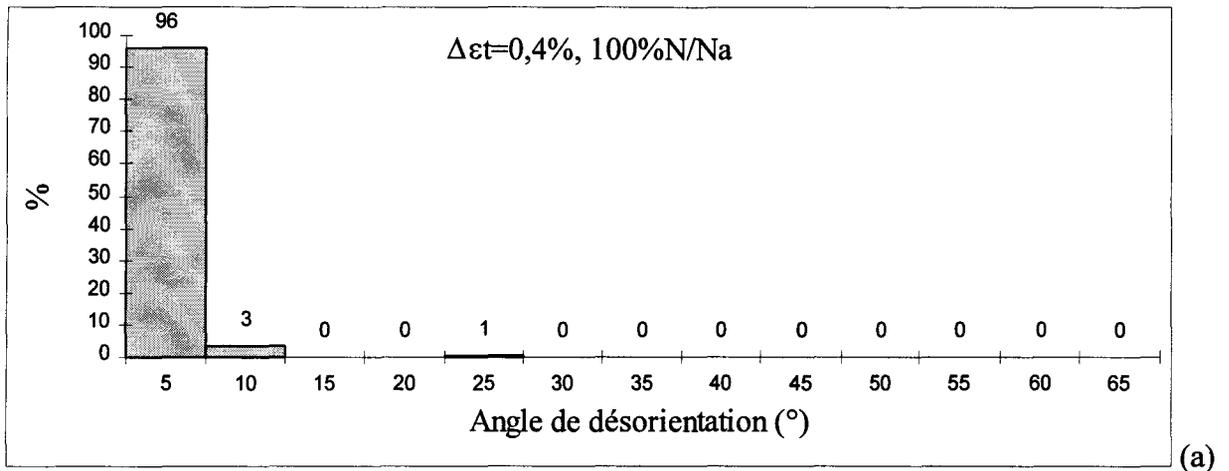


Figure 15 : Evolution de la désorientation entre cellules de dislocations dans la ferrite du matériau VF95 en fonction de la variation de déformation imposée : $\Delta\epsilon_t=0,4\%$, 100%N/Na (a), $\Delta\epsilon_t=0,8\%$, 100%N/Na (b) et $\Delta\epsilon_t=1,2\%$, 100%N/Na (c).

III.2.2.Mécanisme de déformation / Discussion

L'évolution microstructurale observée dans la ferrite du matériau VF95 est caractéristique de la transition entre l'activation d'un système de glissement et de plusieurs systèmes de glissement, liée à l'accumulation de dommage plastique. Les mécanismes de déformations sont typiques du domaine de déformation «haute température» et la ferrite du 10CD910 a donc un comportement assimilable à celui des CFC sous sollicitation cyclique à 565°C.

Le mécanisme d'accommodation de la déformation de la ferrite seule n'est pas très différent de celui de la ferrite entourée majoritairement de bainite. Il fait intervenir simultanément l'érouissage cyclique et l'arrangement des dislocations en parois de cellules. La phase d'érouissage correspond à la formation de dislocations par activation d'un système de glissement et à leur organisation en murs. Le taux de création étant supérieur à celui d'annihilation, les canaux deviennent trop encombrés de dislocations vis et évoluent vers une structure cellulaire [9]. La phase d'équilibre dynamique correspond alors à l'organisation des dislocations vis en parois de cellules par activation progressive de multiples glissements.

Si la tendance à la localisation d'une plus forte contrainte près des joints est légère pour la ferrite du matériau ferritique, elle est très marquée pour la ferrite majoritairement entourée de bainite. Comme nous l'avons vu, les déformations des grains durs de bainite peuvent induire des concentrations de contraintes au niveau des joints de grains qui entourent les grains mous de ferrite. Ce gradient de contrainte présent à l'intérieur des grains divise les grains en deux zones :

- le coeur du grain très faiblement sollicité,
- et la périphérie où l'activation d'un seul glissement, traduisant une déformation modérée et homogène, fait place à l'activation rapide de plusieurs systèmes de glissement.

Ceci explique à bas niveau de cyclage l'absence de murs de dislocation et la présence de cellules près des joints de grain dans la ferrite du matériau bainito-ferritique alors que la ferrite du matériau ferritique présente des murs et parois plus uniformément répartis. L'influence du gradient est également observable en fin de vie puisque seuls les petits grains de ferrite montrent des cellules à coeur quand ils sont entourés de bainite alors que tous sont divisés en cellules quand ils sont entourés de ferrite. (Le seul grain de ferrite, observé pour le matériau bainito-ferritique cyclé à rupture à 2% de déformation totale, entouré uniquement de grains de ferrite, était entièrement décoré de cellules).

Il semble que la densité des carbures de M_2C ait peu d'influence sur la taille des cellules de fatigue formées dans la ferrite. Cette hypothèse est validée par le fait que la ferrite du matériau VF95 possède une moins forte densité de plaquettes de M_2C que le matériau de référence mais présente une architecture en sous-cellules de taille identique à celle du matériau de référence. (Dans le cas du matériau essentiellement ferritique, les parois de dislocations ne s'accrochent donc pas toujours sur un carbure, Figure 12). Au vu de la faible incidence sur les microstructures

de fatigue formées, on peut considérer que la distance interparticulaire n'induit pas de modification majeure dans les modes de déformation en plasticité cyclique à chaud.

C'est le taux de déformation plastique accommodé par les grains de ferrite qui est très différent entre les deux matériaux. La densité de dislocations, formée par écrouissage cyclique (taille de cellules plus petites) et restaurée en paroi (désorientation moyenne entre cellules plus importante) est nettement plus importante dans la ferrite du ferritique que dans celle du bainito-ferritique (à déformation globale identique). Ces résultats prouvent que la ferrite du matériau VF95 a globalement accommodé plus de déformation que quand elle est entourée de bainite. Cette conclusion s'explique car la bainite du bainito-ferritique est facilement restaurable et n'est donc pas passive face à la sollicitation cyclique. Cette conclusion valide notre théorie sur le transfert de charge entre la bainite et la ferrite et permet d'expliquer l'influence de la fraction volumique ferrite-bainite sur le comportement macroscopique en fatigue du 10CD910. La bainite s'adoucit cycliquement et impose sa tendance au matériau jusqu'à ce qu'elle soit largement majoritaire. La ferrite impose ensuite sa tendance de durcissement cyclique.

Ces observations permettent de conclure que la fraction volumique bainite-ferrite conditionne la part de déformation à accommoder par la ferrite. Ceci se traduit qualitativement par le degré de formation de cellules et quantitativement par la désorientation des cellules formées. Le schéma du mécanisme que nous présentons permet de penser que la bainite d'un 10CD910 vieilli s'adoucirait toujours par sollicitation cyclique jusqu'à un état stable et que la ferrite durcirait puis se restaurerait jusqu'à rupture.

Le mécanisme microstructural d'endommagement par fatigue oligocyclique à haute température des grains de ferrite du matériau quasiment ferritique a été schématisé en Figure 16. L'influence de la variation de déformation imposée a été schématisée en Figure 17.

III.3. Conclusions

Les matériaux à teneurs en ferrite variables ont des aptitudes très différentes à accommoder la déformation.

Quand il est majoritairement ferritique (VF95), le 10CD910 présente un durcissement cyclique avant d'atteindre une période de stabilisation. La structure cellulaire se développe alors très facilement dans la ferrite et les cellules de fatigue présentent de fortes désorientations.

Quand il est bi-constitué (VF35), l'acier a tendance à s'adoucir de manière continue en raison de la contribution de la bainite. Le processus de formation des cellules de dislocations dans la ferrite est fortement ralenti en raison de la restaurabilité de la bainite.

Cette étude permet de distinguer un comportement de type «ferritique» d'un comportement de type «bainitique».



Figure 16 : Schématisation des évolutions microstructurales dans la ferrite du matériau essentiellement ferritique VF95 au cours du cyclage de fatigue oligocyclique à chaud.



Figure 17 : Schématisation de l'influence de la variation de la déformation sur les évolutions microstructurales de fatigue oligocyclique à chaud dans la ferrite du matériau essentiellement ferritique VF95.

IV. CONCLUSIONS

Le comportement mécanique en fatigue oligocyclique à chaud de l'acier 10CD910 n'est pas unique et dépend fortement de sa fraction volumique ferrite-bainite et de son état de vieillissement.

Le vieillissement ainsi qu'une faible proportion de ferrite tendent à diminuer le niveau moyen de contrainte au cours du cyclage en raison d'une réduction de la limite d'élasticité de l'acier.

Par la variation du rapport des constituants pour les matériaux vieillis et régénérés, nous avons pu mettre en évidence un comportement de type ferritique et un comportement de type bainitique. Le mode d'accommodation de type ferritique, observé pour les aciers essentiellement ferritiques, correspond à un durcissement suivi d'une période de stabilisation de la contrainte. Le mode d'accommodation de type bainitique, associé aux aciers majoritairement bainitiques, se traduit par un adoucissement suivi d'une période de stabilisation de la contrainte.

Le vieillissement favorise essentiellement la restaurabilité de la bainite. Son influence se traduit par un adoucissement macroscopique du matériau et sera d'autant plus prononcée que la proportion de bainite est élevée. Il a donc tendance à favoriser un comportement de type bainitique.

Quel que soit le 10CD910 étudié, une structure cellulaire se développe toujours dans la ferrite au cours de la fatigue. Son degré de formation ainsi que les désorientations associées diminuent avec le vieillissement et avec l'augmentation de la teneur en bainite. A l'inverse, les désorientations des cellules de restauration dans la bainite augmentent avec le vieillissement et avec l'augmentation de la teneur en bainite.

Ceci témoigne bien que le comportement macroscopique du 10CD910 est le résultat des comportements intrinsèques de chaque constituant et de leur interaction. Cette étude confirme le mécanisme d'accommodation de la plasticité cyclique de l'acier bainite-ferritique et la notion du transfert de charge bainite-ferrite.

REFERENCES.

- 1 : **T. Wada.** *Changes in Microstructure and Tensile Strength of Cr-Mo Steels after Long Term Service Exposure.* 8505-052 Metals / Materials Technology Series, ASM, Metal Park, 1985, pp. 91-100.
- 2 : **R. G. Baker, J. Nutting.** *The Tempering of 21/4Cr-1Mo Steel after Quenching and Normalizing.* Journal of the Iron and Steel Institut, 192, 1959, pp. 254-268.
- 3 : **R.L. Klueh, J. M. Leitnaker.** *An Analysis of the Decarburization and Aging Processes in 21/4Cr-1Mo Steel.* Metall. Trans., 6A, 1975, pp.2089-2093.
- 4 **H.K.D.H. Badeshia.** *The Lower Bainite Transformation and the Significance of Carbide Precipitation.* Acta Metall., 28, 1980, pp. 1103-1114.
- 5 : **B.P.J. Sandvik.** *The Bainite Reaction in Fe-Si-C Alloys : The Primary Stage.* Metall. Trans., 13A, 1982, pp. 777-787.
- 6 : **A.T. Davenport.** *The Crystallography of Upper Bainite.* Republic Steel Research Rep. on Project 12051, 1974, pp. 14-35.
- 7 : **W.B. Jones, J.A. Van Den Avyle.** *Substructure and Strengthening Mechanisms in 2.25Cr-1Mo Steel at Elevated Temperatures.* Metall. Trans., 11A, 1980, pp. 1275-1286.
- 8 : **E.S. Kayali, A. Plumtree.** *Stress-Substructure Realtionships in Cyclically and Monotonically Deformed Wavy Slip Mode Metals.* Metall. Trans., 13A, 1992, pp. 982-1033.
- 9 : **M. Bernard, J.B. Vogt, T. Bui Quoc. J.I. Dickson.** *Low cycle fatigue behaviour and cumulative damage effect of 316 stainless steel at 20°C, 427°C and 658°C.* Proc. Conf Fatigue 84, pp.1029-1038.

LISTE DES FIGURES ET TABLEAUX

Figure 1 : Description of the materials used for the study of influence of ageing and of the ferrite-bainite ratio. 111

Figure 2 : EBSD mapping and associated bar charts of misorientations in a bainite grain of RF45 steel : families misoriented of 60° around <111> axis (twin relation in BCC). 115

Figure 3 : Stereographic projection of KS relation between Fe_γ and $Fe\alpha_1$ and between Fe_γ and $Fe\alpha_2$, whereas $Fe\alpha_1$ and $Fe\alpha_2$ are twin related (60° around <1 1 $\bar{1}$ >). 116

Figure 4 : Precipitation in bainite (a) and ferrite (b) of RF45 steel. 117

Figure 5 : Aspect of dislocation cells in bainite in VF35 (a) and RF45 (b) steels. 117

Figure 6 : Aspect of dislocation structures in ferrite in VF35 (a) and RF45 (b) steels. 117

Figure 7 : Stress amplitude versus the number of cycles (a), Manson-Coffin curves (b) during high temperature low cycle fatigue test ($T=565^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon}_t = 4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) in RF45 and VF35 steels. 119

Figure 8 : Aspect of dislocation cells after cycling for $\Delta\epsilon_t=1,2\%$ at 100%N/Na in ferrite (a) and bainite (b) of VF35 steel, in ferrite (c) and bainite (d) of RF45 steel. 120

Figure 9 : Stress amplitude versus the number of cycles (a), Manson-Coffin curves (b) during high temperature low cycle fatigue test ($T=565^\circ\text{C}$; $\dot{\epsilon}_t = 4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) in VF35 and VF95 steels. 124

Figure 10 : Stress amplitude versus number of cycles (a), Manson-Coffin curves (b) during high temperature low cycle fatigue test ($T=565^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon}_t = 4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) in RF12 and RF45 steels. 125

Figure 11 : Aspect of dislocation structures in ferrite of VF95 steel. 127

Figure 12 : Aspect of dislocation cells in ferrite of VF95 steel for $\Delta\epsilon_t=1,2\%$, at pour 5%N/Na (a), 50%N/Na (b), 100%N/Na (c). 128

Figure 13 : Evolution of subboundaries misorientation in ferrite of VF95 steel for $\Delta\epsilon_t=1,2\%$, at 5%N/Na (a), 50%N/Na (b), 100%N/Na (c). 129

Figure 14 : Aspect of dislocation cells in ferrite of VF95 steel for $\Delta\epsilon_t=0,4\%$, 100%N/Na (a), $\Delta\epsilon_t=0,8\%$, 100%N/Na (b) and $\Delta\epsilon_t=1,2\%$, 100%N/Na (c). 130

Figure 15 : Evolution of subboundaries misorientation in ferrite of VF95 steel with the total strain variation : $\Delta\epsilon_t=0,4\%$, 100%N/Na (a), $\Delta\epsilon_t=0,8\%$, 100%N/Na (b) and $\Delta\epsilon_t=1,2\%$, 100%N/Na (c). 131

Figure 16 : Schematization of microstructural evolutions in ferrite of VF95 steel during high temperature low cycle fatigue tests. 134

Figure 17 : Influence of strain variation on microstructural evolutions in ferrite of VF95 steel during high temperature low cycle fatigue tests. 135

Table 1 : Hardness, microhardness (room temperature) and tensile properties at 565°C of regenerated RF45 steel and aged VF35 steel. 118

Table 2 : Hardness, microhardness (room temperature) and tensile properties at 565°C of aged VF35 and VF95 steels. 123

Table 3 : Hardness, microhardness (room temperature) and tensile properties at 565°C of regenerated RF12 and RF45 steels. 123

Chapitre 4

CHAPITRE 4 : APPLICATION A L'IDENTIFICATION ET A L'EVALUATION DU DOMMAGE DE FATIGUE

I. INTRODUCTION	143
II. DEVELOPPEMENT DES CRITERES REPRESENTATIFS DU DOMMAGE DE FATIGUE	145
II.1. Cellules de restauration dans la bainite	145
II.1.1. Critère caractéristique de la durée de vie en fatigue	145
II.1.2. Critère caractéristique du niveau de sollicitation	146
II.1.3. Influence des paramètres	147
II.2. Cellules de fatigue dans la ferrite	147
II.2.1. Critère caractéristique de la durée de vie en fatigue	147
II.2.2. Critère caractéristique du niveau de sollicitation	148
II.2.3. Influence des paramètres	148
II.3. Conclusions	149
III. PROCEDURE DE DETERMINATION DU NIVEAU DE SOLLICITATION DE FATIGUE : APPLICATION AU CAS D'UN COMPOSANT EXTRAIT DE CENTRALE	150
III.1. Matériau étudié	150
III.2. Comparaison des microstructures développées	151
IV. PROCEDURE DE DETERMINATION DE LA DUREE DE VIE D'UN COMPOSANT	154
V. CONCLUSIONS	156

Références

Liste des figures et tableaux (Anglais)

CHAPITRE 4 : APPLICATION A L'IDENTIFICATION ET A L'EVALUATION DU DOMMAGE DE FATIGUE

I.INTRODUCTION

Depuis une dizaine d'années, le mode de fonctionnement des centrales thermiques évolue d'un comportement en base à un comportement en semi-base voire en pointe (Figure 1).

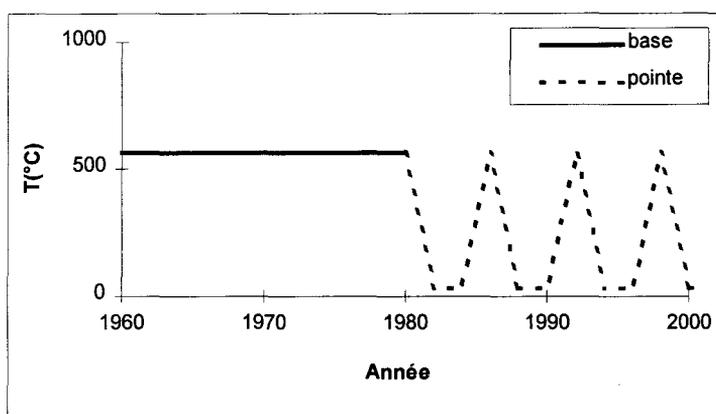


Figure 1 : Schématisation de l'utilisation d'une tranche d'une centrale thermique classique depuis sa construction.

Ces nouvelles conditions de fonctionnement font apparaître une sollicitation importante de fatigue thermique que l'on suppose être responsable de la fissuration de certains composants, notamment de collecteurs en 10CD910.

Le besoin de s'assurer que l'origine de la fissuration est bien une sollicitation de fatigue thermique et d'établir des méthodes d'estimation de l'intensité du dommage s'est alors révélé indispensable.

La compréhension des mécanismes de plasticité cyclique d'aciers 10CD910 a permis de proposer deux indicateurs d'endommagement de fatigue basés sur l'état de la microstructure, caractéristique de l'endommagement de fatigue. Ils nous permettent de situer le degré d'endommagement en révélant le niveau de la sollicitation et la fraction de durée de vie.

Pour montrer que nos résultats de fatigue oligocyclique à chaud sont transposables aux matériaux sollicités sous fatigue thermique, la comparaison des évolutions microstructurales induites par ces deux types de sollicitation de fatigue a été effectuée. Nous montrons que l'étude de l'endommagement par fatigue thermique peut être raisonnablement déduite de celle en fatigue oligocyclique isotherme à chaud (Annexe 1). Les bases de données du dommage, qui ont été établies à partir d'essais de fatigue oligocyclique à chaud, peuvent donc être appliquées aux composants sollicités en service après fatigue thermique.

L'étude d'un composant en 10CD910 fissuré en service a ainsi été effectuée et la comparaison de sa microstructure aux bases de données de fatigue oligocyclique (selon les deux critères définis auparavant) a permis d'identifier une sollicitation de fatigue thermique et d'évaluer son niveau.

Une procédure de détermination de la durée de vie résiduelle des composants en 10CD910 sollicités en fatigue peut également être proposée à partir de ces critères.

II.DEVELOPPEMENT DES CRITERES REPRESENTATIFS DU DOMMAGE DE FATIGUE

La compréhension des mécanismes de plasticité cyclique à partir des évolutions microstructurales a permis de distinguer deux indicateurs microstructuraux de l'endommagement:

- un critère quantitatif relatif à la désorientation des cellules de restauration dans la bainite,
- un critère qualitatif relatif au degré de formation des cellules de fatigue dans la ferrite.

Des représentations de l'évolution de ces paramètres en fonction du niveau de déformation et de la fraction de durée de vie ont été établies : ce sont des bases de données utiles pour identifier le dommage de fatigue.

II.1.Cellules de restauration dans la bainite

Le critère de désorientation des cellules de dislocations présente l'avantage d'être quantitatif. La précision de la mesure est de l'ordre de $0,5^\circ$ (Annexe 3). Nous avons mis en évidence les évolutions liées et opposées de la désorientation de deux populations de sous-joints :

- la diminution de la désorientation des sous-joints de grains fortement désorientés au cours du cyclage (d'autant plus que le niveau de la sollicitation est important),
- l'augmentation de la désorientation des parois de cellules de restauration au cours du cyclage (d'autant plus que le niveau de la sollicitation est important).

Ces désorientations liées aux deux types de populations rendent bien compte du dommage de fatigue. Elles évoluent au cours du cyclage et dépendent du niveau de déformation de la sollicitation. La nature de l'évolution des parois de restauration permet de supposer que cette évolution témoigne plus fidèlement de l'endommagement de fatigue que la déstabilisation des sous-joints de grains.

II.1.1.Critère caractéristique de la durée de vie en fatigue

L'évolution des deux critères de désorientation est représentée en fonction de la durée de vie sous forme (Figure 2a) :

- de la moyenne des désorientations inférieures à 30° (parois de cellules de restauration),
- et de la moyenne des désorientations supérieures à 30° (sous-joints de grains).

Ces évolutions ont été étudiées au cours du cyclage (pour $\Delta\varepsilon_t=2\%$), et à rupture (pour $\Delta\varepsilon_t=0,8\%$ et 2%). Elles sont particulièrement marquées dans la seconde moitié de vie (période de restauration par intégration des dislocations dans les parois), ce qui permet de distinguer facilement un matériau en fin de vie d'un matériau peu déformé.

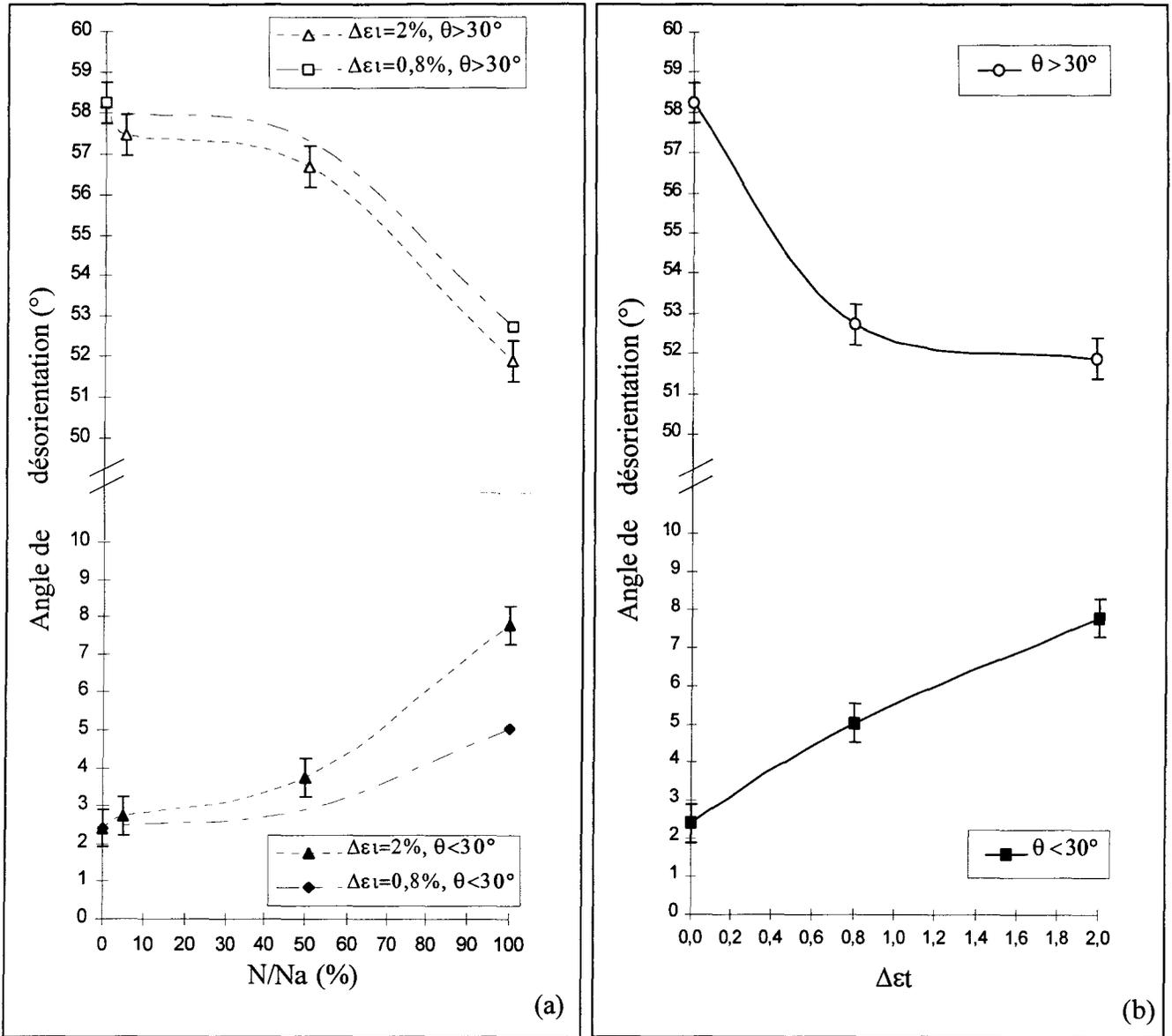


Figure 2 : Evolution des moyennes de la désorientation des sous-grains (supérieures à 30°) et de la désorientation des parois de cellules (inférieures à 30°) dans la bainite : au cours du cyclage de fatigue oligocyclique à chaud (a), à rupture en fonction de l'amplitude de déformation. (b).

II.1.2. Critère caractéristique du niveau de sollicitation

Les évolutions des désorientations sont représentées sur la Figure 2b en fonction de la variation de déformation totale.

L'association de la désorientation entre les parois des cellules de restauration et de la densité de dislocations mobiles à l'intérieur des cellules permet de différencier un état cyclé à forte déformation interrompu en début de vie d'un état cyclé à faible déformation à rupture. Pour une même valeur de désorientation, le mécanisme de restauration est quasiment épuisé pour une faible déformation (la densité des dislocations est alors très faible), alors qu'il débute pour une forte déformation (la densité des dislocations est alors très importante).

II.1.3. Influence des paramètres

L'influence des paramètres liés aux conditions de sollicitation en fatigue et au matériau a été étudiée sur la morphologie des cellules de bainite après endommagement de fatigue. Pour le même niveau de déformation :

- l'introduction d'une sollicitation de fluage modifie la morphologie des sous-joints (forte densité de dislocations pas organisées et peu condensées),
- l'absence d'un long vieillissement thermique rend plus hétérogène et globalement plus importante la taille des cellules de dislocations.

La diminution de la teneur en ferrite et de la vitesse de déformation n'engendre pas de modification notable de la morphologie des cellules de restauration après fatigue.

II.2. Cellules de fatigue dans la ferrite

L'étude complète et approfondie du matériau de référence a permis l'établissement d'une cartographie des structures développées dans la ferrite en fonction du niveau de déformation totale imposée et de la fraction de durée de vie (cf Figure 13 ch2§III.2).

II.2.1. Critère caractéristique de la durée de vie en fatigue

Le degré de formation des cellules de fatigue permet d'estimer la durée de vie du matériau. La formation des cellules au cours du cyclage s'accompagne de la désorientation des parois formées (Figure 3). Néanmoins le paramètre de désorientation des cellules de fatigue dans la ferrite est difficile à considérer comme critère d'endommagement puisque les cellules sont en formation, et les évolutions des désorientations très faibles. Il peut être utilisé comme critère quantitatif dans la cas d'aciers 10CD910 essentiellement ferritiques (cf Figure 13 ch3§III.2.1).

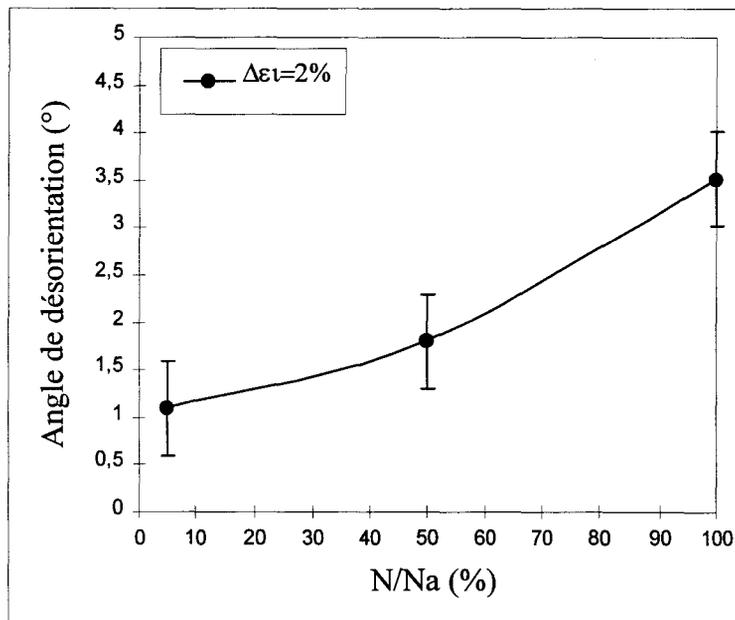


Figure 3 : Evolution de la moyenne de la désorientation des parois de cellules au cours du cyclage de fatigue oligocyclique à chaud dans la ferrite pour $\Delta\varepsilon_f=2\%$.

II.2.2. Critère caractéristique du niveau de sollicitation

La taille des cellules formées dans la ferrite est trop hétérogène pour être un critère quantitatif du niveau de déformation. Pour une même désorientation moyenne, la différence entre un état, cyclé à forte amplitude de déformation interrompu en début de vie, et un état, cyclé sous faible amplitude de déformation à rupture, est liée à la densité de dislocations mobiles à l'intérieur des cellules. Comme pour la bainite, c'est à nouveau la correspondance entre la désorientation des parois et la densité des dislocations entre les parois qui témoigne du niveau de la sollicitation. Dans le cas de la ferrite, le critère de formation des cellules restera qualitatif.

II.2.3. Influence des paramètres

Pour un même niveau de déformation, l'influence des paramètres, liés à la sollicitation et au matériau, sur les microstructures de fatigue, peuvent se résumer comme suit:

- la présence de fluage associé à la fatigue retarde la formation des cellules,
- la diminution de la vitesse de déformation augmente la taille des cellules formées,
- l'absence d'un long vieillissement thermique accélère la formation et diminue la taille des cellules formées.
- l'augmentation de la fraction volumique de ferrite accélère la formation des cellules formées,

Globalement la cartographie (pour un niveau de déformation identique) évolue suivant les schémas des Figures 4 et 5.

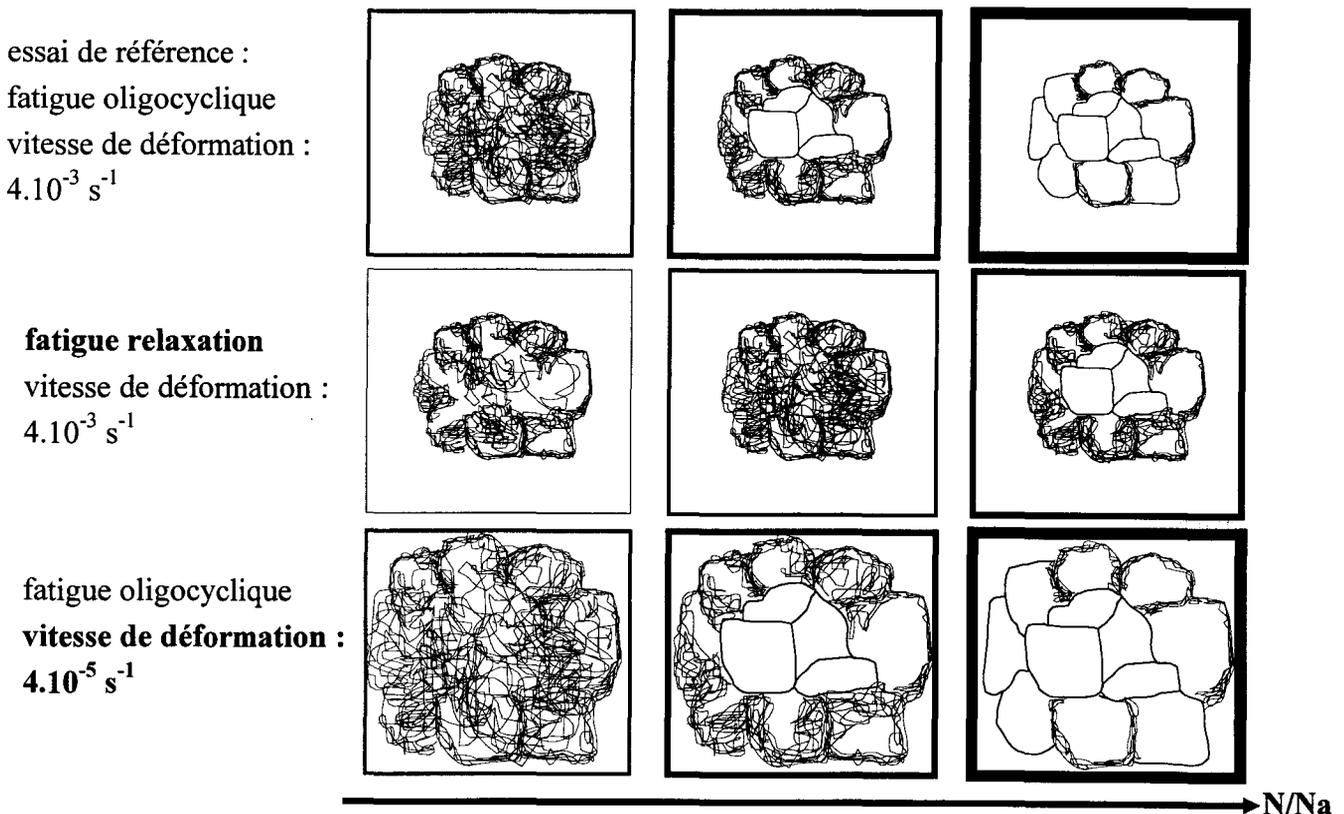


Figure 4 : Schématisation de l'évolution de la cartographie de ferrite en fonction de différents paramètres de fatigue pour un même niveau de déformation totale.

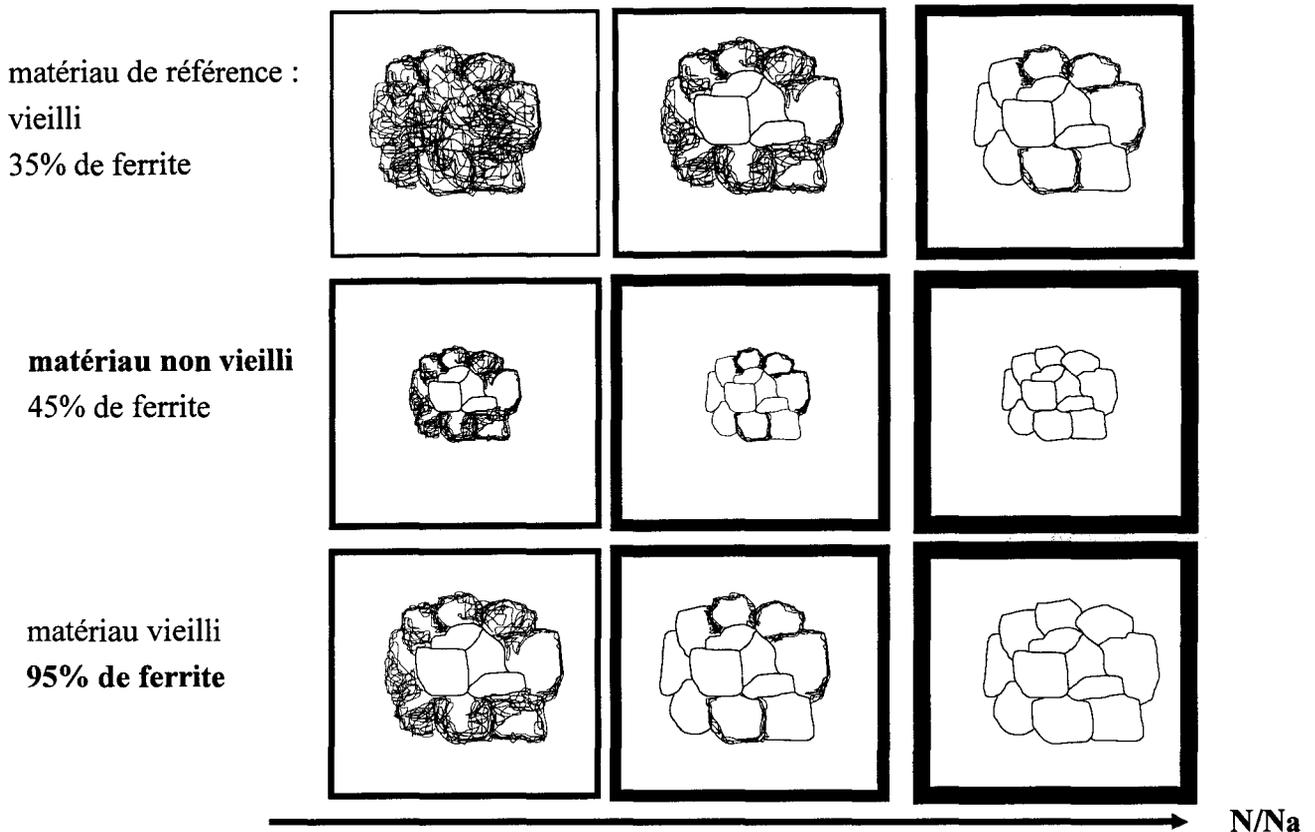


Figure 5: Schématisation de l'évolution de la cartographie de ferrite en fonction de différents paramètres matériaux pour un même niveau de déformation totale.

II.3. Conclusions

Chacun des constituants (ferrite et bainite) accommode la déformation plastique cyclique. L'évolution microstructurale dans chacune des phases rend compte du dommage subi.

- Pour les matériaux majoritairement ferritiques, le degré de formation des cellules de fatigue et la désorientation entre ces cellules sont respectivement les critères qualitatif et quantitatif du dommage de fatigue.
- Pour les matériaux majoritairement bainitiques, la désorientation des cellules de restauration est le critère quantitatif du dommage de fatigue.
- Enfin pour les matériaux bainito-ferritiques, chacun des paramètres définis auparavant est un critère du dommage de fatigue.

Un critère unique ne permet pas d'évaluer séparément le niveau de la sollicitation et la fraction de durée de vie. Mais l'association entre la désorientation des parois des cellules formées et la densité de dislocations non arrangées en parois (dans chaque constituant) permet de différencier un état fortement cyclé interrompu en début de vie d'un état faiblement cyclé à rupture.

III. PROCEDURE DE DETERMINATION DU NIVEAU DE SOLLICITATION DE FATIGUE : APPLICATION AU CAS D'UN COMPOSANT EXTRAIT DE CENTRALE

Les collecteurs de centrales thermiques présentent des fissures attribuées à un dommage de fatigue thermique. Aucune investigation n'a jusqu'alors permis l'identification et l'évaluation de la sollicitation responsable de la fissuration.

Une étude comparative entre les structures développées par le 10CD910 lors de sollicitations de fatigue thermique et de fatigue oligocyclique à haute température a été effectuée. Elle est présentée sous forme détaillée en Annexe 1. Que le dommage cyclique soit créé par une sollicitation d'origine thermique ou mécanique, l'évolution des microstructures due à la déformation plastique cyclique est identique. Les mécanismes de déformation plastique cyclique mis en évidence dans le cas de la fatigue oligocyclique à chaud en laboratoire sont donc similaires à ceux impliqués dans le dommage de fatigue thermique, notamment pour les composants en service.

Les bases de données de fatigue oligocyclique à chaud établies en laboratoire peuvent donc être utilisées pour identifier et estimer le dommage de fatigue thermique subi en service.

L'étude de la partie fissurée du collecteur en 10CD910, dont est extrait le matériau de référence, a ainsi été effectuée et la comparaison de sa microstructure aux bases de données établies précédemment a permis d'évaluer son niveau de sollicitation.

III.1. Matériau étudié

Le composant dont provient le matériau de référence (étudié au chapitre 2) présente de nombreuses fissures entre les alésages des tubes d'arrivée de la vapeur. De ce composant nous avons donc pu extraire (Figure 6):

- du matériau vieilli et non fatigué (face opposée aux tubes d'arrivée vapeur), qui est le matériau de référence,
- du matériau vieilli et supposé fatigué extrait de la zone fissurée (entre les alésages des tubes d'arrivée vapeur).

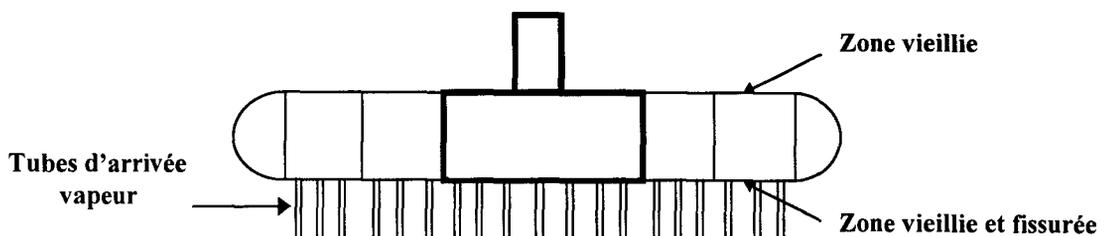


Figure 6 : Schéma d'ensemble d'un collecteur.

III.2.Comparaison des microstructures développées

Le matériau issu de la zone fissurée a fait l'objet d'une caractérisation microstructurale approfondie. Les paramètres caractéristiques du dommage de fatigue ont été déterminés. Les résultats sont comparés avec ceux obtenus en laboratoire pour le matériau de référence (en Figure 8 pour les structures de dislocations dans la ferrite, et en Figure 9 pour la désorientation des cellules de restauration de la bainite).

La similitude des deux critères microstructuraux après essais de fatigue en laboratoire et après fissuration en service permet de confirmer que la sollicitation responsable de la fissuration est une sollicitation cyclique. Les conditions de fonctionnement des centrales permettent de préciser qu'elle est d'origine thermique.

La ferrite du matériau fissuré en service présente un niveau de formation des cellules de fatigue intermédiaire entre les états cyclés en laboratoire à rupture à 0,4% et 0,8% de variation de déformation totale (Figure 8). Nous pouvons donc en déduire que la variation de déformation moyenne équivalente de cette partie du collecteur est comprise entre 0,4% et 0,8%. Cette tendance est confirmée par les histogrammes des désorientations des cellules de restauration dans la bainite (Figure 9).

La comparaison de la désorientation moyenne des cellules de restauration et des sous-joints de grains avec nos bases de données dans la bainite (Figure 7) permet de préciser que la variation de la déformation totale équivalente est proche de 0,6%. (La nature de l'évolution des joints de restauration témoigne plus fidèlement du dommage de fatigue que la déstabilisation des joints de grains.)

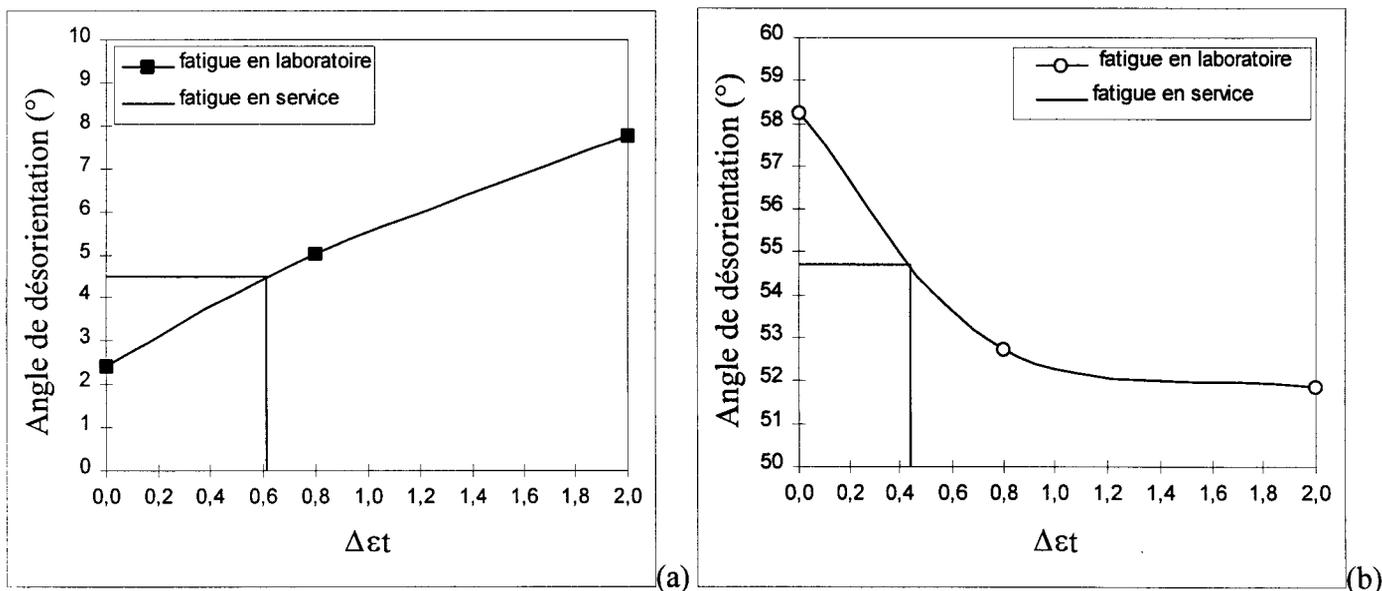


Figure 7 : Evolution des moyennes de la désorientation des parois de cellules (inférieures à 30°) (a) et de la désorientation des sous-grains (supérieures à 30°) (b) pour les matériaux cyclés en laboratoire et le matériau fatigué en service.



Figure 8 : Structures de dislocations dans la ferrite :
du matériau de référence cyclé en laboratoire à $\Delta\varepsilon_t=0,4\%$, pour 100%N/Na (a),
du matériau vieilli extrait de la zone fissurée en service (b),
du matériau de référence cyclé en laboratoire à $\Delta\varepsilon_t=0,8\%$, pour 100%N/Na (c).

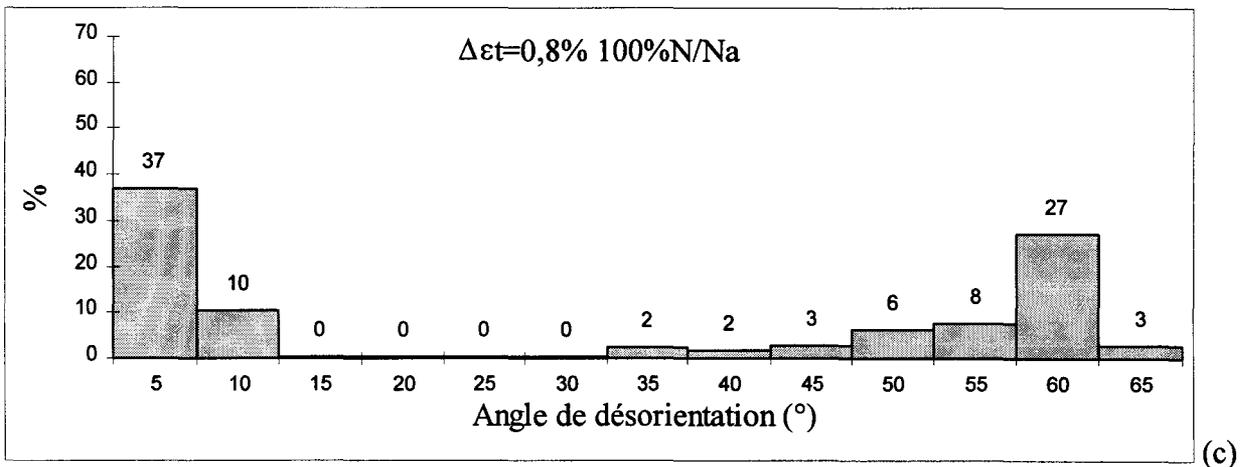
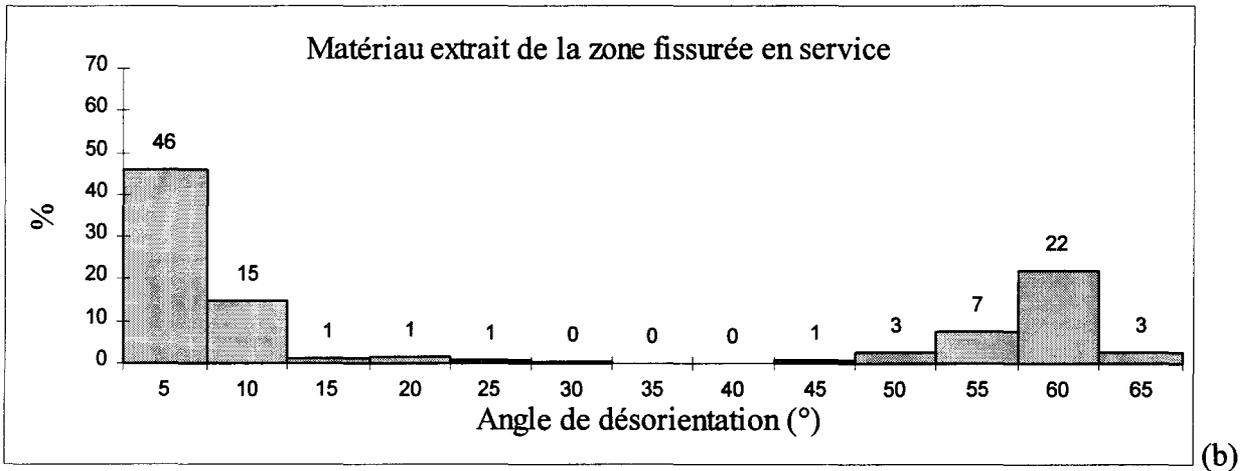
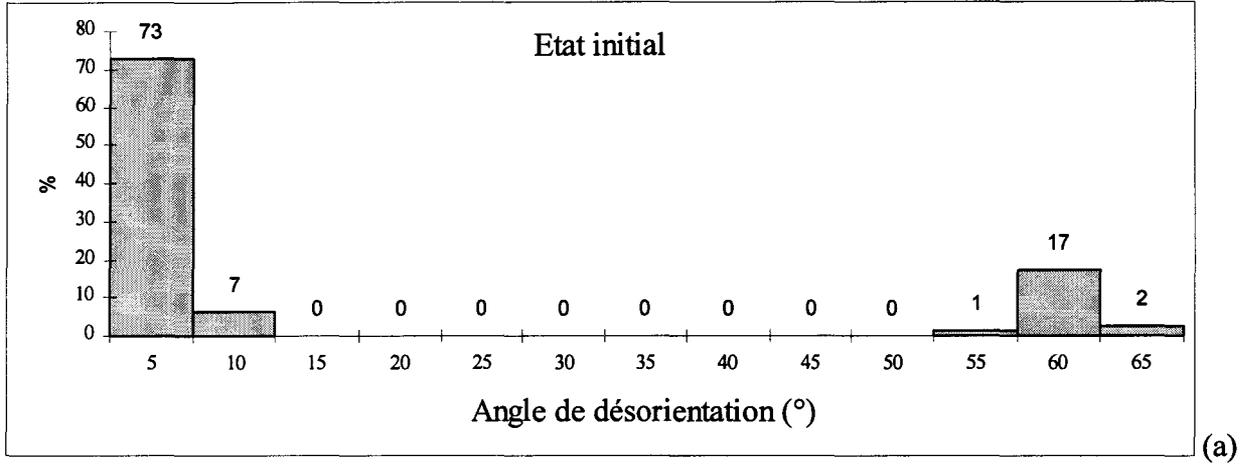


Figure 9 : Evolution de la désorientation entre les cellules de bainite du matériau de référence à l'état initial (a), du matériau vieilli extrait de la zone fissurée en service (b), du matériau de référence cyclé en laboratoire à $\Delta \epsilon_t = 0,8\%$, pour $100\%N/Na$ (c).

IV. PROCEDURE DE DETERMINATION DE LA DUREE DE VIE D'UN COMPOSANT

Les résultats établis à partir des essais en laboratoire décrivent l'évolution de paramètres microstructuraux caractéristiques du dommage de fatigue au cours du cyclage. Ils peuvent être utilisés dans le cadre d'estimation de durée de vie de composants en 10CD910 extraits de centrales thermiques.

Une procédure de détermination de la durée de vie des composants en acier 10CD910 vieillis et soumis à des sollicitations de fatigue thermique en service peut alors être proposée (organigramme de la Figure 11). Elle nécessite le prélèvement et l'observation au MET d'un échantillon du composant. Nous nous sommes placés dans le cas d'un composant qui ne doit pas être maintenu en service au delà de 70% de sa durée de vie en amorçage de fatigue et qui est soumis à une faible sollicitation de fatigue (cas des collecteurs). Le seuil conservatif de 70% de durée de vie correspond, d'après les résultats des chapitres 2 et 3 (Figure 10) à une désorientation des cellules de restauration de la bainite d'environ $3^\circ (\pm 0,5)$.

Les critères seuils définis dans l'organigramme sont à adapter en fonction de la fraction de durée de vie limite choisie et du niveau de la sollicitation (comme le montre la Figure 10).

L'utilisation des critères quantitatifs et qualitatifs définis dans le chapitre précédent pour chacun des constituants permettra de statuer sur la «santé» du matériau et sur l'opportunité de son remplacement avec un conservatisme suffisant.

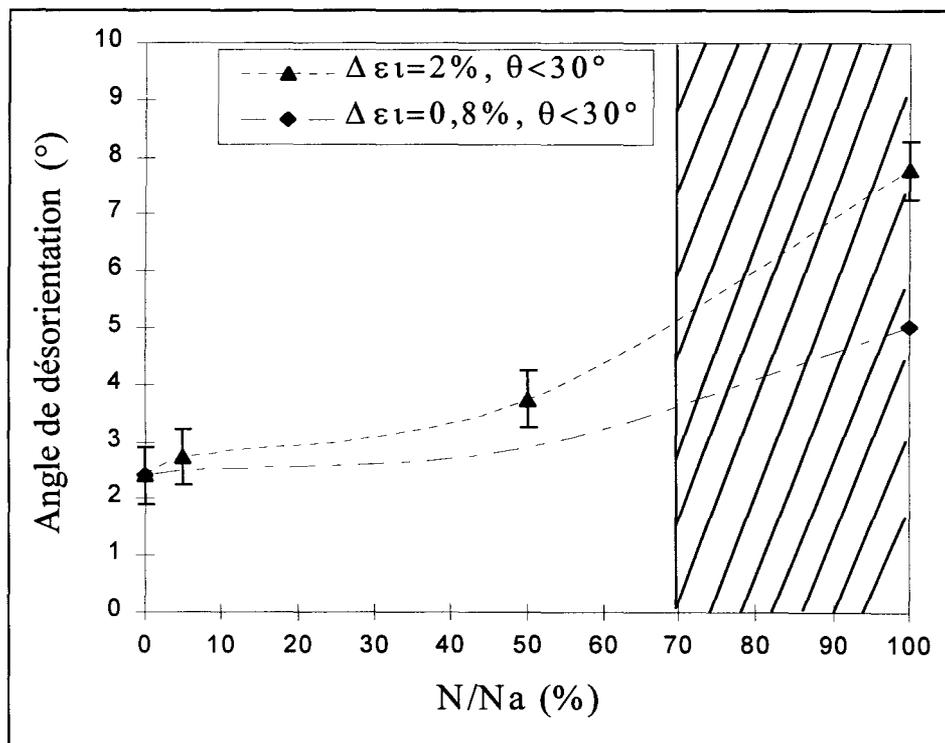


Figure 10 : Evolution de la moyenne de la désorientation des parois de cellules (inférieures à 30°) dans la bainite au cours du cyclage de fatigue oligocyclique à chaud.

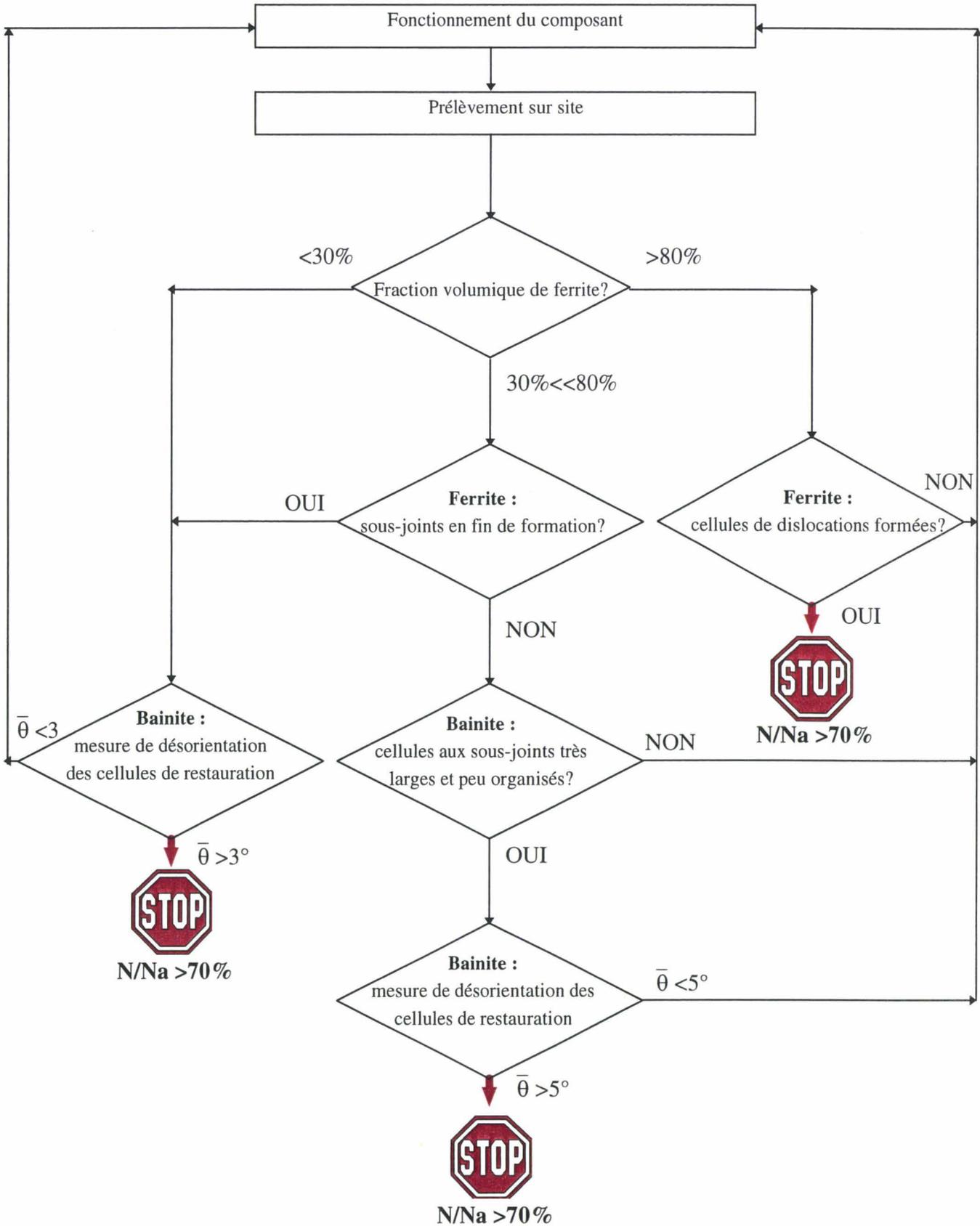


Figure 11 : Procédure d'estimation de durée de vie résiduelle pour un composant en 10CD910.

V.CONCLUSIONS

L'étude des mécanismes de déformation plastique d'aciers 10CD910 a permis de mettre en évidence des critères d'endommagement de fatigue dans chacun des constituants (ferrite et bainite):

- un critère quantitatif relatif à la désorientation des cellules de restauration dans la bainite,
- un critère qualitatif relatif au degré de formation des cellules de fatigue dans la ferrite.

Des cartographies de l'évolution de ces paramètres en fonction du niveau de déformation et de la fraction de durée de vie ont été établies : ce sont des bases de données utiles pour identifier le dommage de fatigue.

Une première application au cas d'un composant sollicité en service a permis d'évaluer le niveau de la sollicitation imposée par les conditions de fonctionnement de la centrale.

Une procédure d'estimation de durée de vie résiduelle des composants sollicités en fatigue a également été proposée afin de statuer sur l'opportunité de leur remplacement avec un conservatisme suffisant.

LISTE DES FIGURES ET TABLEAUX

Figure 1 : Schematization of the way of use of a power plant since its construction.	143
Figure 2 : Evolution of mean misorientation of subgrains (more than 30°) and of cells walls (less than 30°) in bainite grains : during high temperature cycling (a), at failure versus total strain variation (b).	146
Figure 3 : Evolution of mean misorientation of cells walls in ferrite grains during high temperature cycling for $\Delta\varepsilon_t=2\%$.	147
Figure 4 : Schematization of the evolution of the ferrite mapping versus different criteria of fatigue test for the same total strain.	148
Figure 5: Schematization of the evolution of the ferrite mapping versus different criteria of steel for the same total strain.	149
Figure 6 : General view of a header.	150
Figure 7 : Evolution of mean misorientation of subgrains (more than 30°) (a) and of cells walls (less than 30°) (b) for steel fatigued in laboratory and steel fatigued in service.	151
Figure 8 : Dislocation structures in ferrite : reference material fatigued in laboratory for $\Delta\varepsilon_t=0,4\%$, at 100%N/Na (a), aged steel taken off from the cracked zone of the header (b), reference steel fatigued in laboratory for $\Delta\varepsilon_t=0,8\%$, at 100%N/Na (c).	152
Figure 9 : Evolution of misorientation between cells in bainite : reference material, before cycling (a), aged steel taken off from the cracked zone of the header (b), reference steel fatigued in laboratory for $\Delta\varepsilon_t=0,8\%$, at 100%N/Na (c).	153
Figure 10 : Evolution of mean misorientation of cells walls (less than 30°) in bainite during high temperature low cycle fatigue test.	154
Figure 11 : Life time estimation procedure for a 10CD910 component.	155

Conclusion générale

CONCLUSION GENERALE

Depuis que les centrales thermiques classiques ne fonctionnent plus en base mais de manière discontinue, la fatigue thermique est devenue un mode d'endommagement majeur.

Afin d'assurer une fiabilité d'emploi de ces composants, le développement d'indicateurs permettant d'évaluer le dommage de fatigue en vue d'estimer leur durée de vie résiduelle est apparu comme un objectif prioritaire. Dans ce contexte, nous nous sommes particulièrement intéressés aux aciers 10CD910, vieillis en service, utilisés pour les corps épais.

Après avoir montré que les techniques d'évaluation non destructives (PTE,...) étaient peu appropriées pour résoudre notre problème, nous avons cherché les paramètres caractéristiques de l'endommagement à l'échelle des structures de dislocations. Nous avons alors axé l'étude sur les mécanismes de plasticité développés lors de sollicitation cyclique mécanique à chaud des aciers de type 10CD910.

Compte tenu de la complexité de ces aciers accentuée par le vieillissement en service de durée importante, la maîtrise de la microstructure s'est avant tout imposée. Nous montrons que ces aciers sont constitués de bainite et de ferrite dont la fraction volumique dépend directement du traitement thermique, notamment de la vitesse de trempe après austénitisation. Le revenu et le temps d'exposition en service conditionnent l'état de précipitation. Ceci nous a permis de compléter les séquences de précipitation pour des durées de plus de 100 000h, rarement étudiées :

- dans la ferrite : présence des carbures M_2C ,
- dans la bainite : coexistence des carbures M_6C et M_7C_3 .

Dans cet état, les grains de ferrite et de bainite se distinguent par la différence des densités de dislocations et par leur arrangement:

- dans la ferrite : présence d'une très faible densité de dislocations réparties de manière isolée,
- dans la bainite : existence d'une sous structure de dislocations complexe formée de parois plus ou moins fortement désorientées. Trois natures de parois ont été distinguées suivant la valeur de leur désorientation (θ): $\theta < 1^\circ$, $\theta < 7^\circ$ et $55^\circ < \theta < 65^\circ$.

La bainite apparaît comme un constituant écroui mais facilement restaurable et la ferrite comme un matériau recuit donc écrouissable.

Des essais de fatigue oligocyclique sous amplitude de déformation contrôlée ont été réalisés à 565°C.

Le comportement mécanique global du 10CD910 est lié aux comportements intrinsèques des deux constituants et à leur interaction. Nous avons pu mettre en évidence un comportement de type bainitique d'adoucissement cyclique (pour les aciers majoritairement bainitiques) et un comportement de type ferritique de durcissement cyclique (pour les aciers essentiellement ferritiques). Le mode d'accommodation cyclique de l'acier reflète celui du constituant majoritaire. La bainite présente un comportement d'adoucissement suivi d'une période de stabilisation cyclique relatif à l'annihilation des dislocations et à leur arrangement dans les parois des cellules de restauration. La ferrite se caractérise, à l'opposé, par un comportement de durcissement puis de stabilisation cyclique qui correspond à la création d'une forte densité de dislocations avant leur organisation en cellules de fatigue. La capacité d'accommodation de la plasticité par la bainite diminue de cycle en cycle si bien que la ferrite prend simultanément le relais. C'est le transfert de charge bainite-ferrite.

En utilisant des techniques sophistiquées de diffraction électronique au MET (analyses des lignes de Kikuchi) et grâce aux progrès récents dans l'exploitation des données, nous avons étudié, de façon statistique et fiable (résolution angulaire $<1^\circ$ et résolution spatiale $<1\mu\text{m}$), la désorientation cristallographique des parois de cellules de dislocations. Alors qu'avant cyclage les parois de dislocations dans la bainite présentent des valeurs discrètes de désorientations, ces valeurs évoluent de manière continue sous chargement cyclique. Dans la ferrite, pour les cellules de fatigue bien formées, les désorientations peuvent atteindre 10° .

Cette analyse a donc révélé deux indicateurs microstructuraux du dommage de fatigue :

- le degré de formation des cellules de fatigue dans la ferrite,
- la désorientation des cellules de restauration dans la bainite.

Le comportement macroscopique du 10CD910 et donc l'évolution des deux critères microstructuraux sont conditionnés par la fraction volumique de ferrite et de bainite de l'acier et par le degré de «restaurabilité» de la bainite.

L'augmentation de la teneur en ferrite diminue la possibilité globale d'accommodation par la bainite et favorise ainsi la formation des structures de dislocations en cellules dans la ferrite.

Le vieillissement de l'acier (qui facilite la mobilité des dislocations dans la bainite) et la présence de périodes de relaxation au cours de la sollicitation (qui augmente le stock de dislocations mobiles disponibles dans la bainite) favorisent la contribution de la bainite dans l'accommodation de la déformation. Ils conduisent donc à un ralentissement de la formation des cellules de fatigue dans la ferrite et à une accélération de la désorientation des cellules de restauration dans la bainite.

Les bases de données de l'évolution des deux critères microstructuraux en fonction du niveau de déformation et de la fraction de durée de vie, établies dans un premier temps pour un cas particulier (matériau et sollicitation), ont ainsi pu être élargies à l'ensemble des 10CD910 et à une grande variété de sollicitations de fatigue. Ce sont des outils utiles pour déceler la présence de dommage de fatigue dans l'acier et pour déterminer la durée de vie résiduelle du matériau (quand le niveau de la sollicitation est connu), ou le niveau de la déformation qu'il subit (quand la fraction de vie est connue). L'association entre ces critères et la densité de dislocations non arrangées en parois permet de différencier un état cyclé à fort niveau de déformation en début de vie d'un état cyclé à faible niveau de déformation en fin de vie.

L'analyse d'un échantillon de faible dimension, extrait d'un composant de centrale thermique classique, et l'utilisation des bases de données a permis d'évaluer l'amplitude de la sollicitation imposée en service à un collecteur.

Une deuxième application a permis de développer une procédure d'estimation de durée de vie résiduelle des composants sollicités en fatigue thermique. Elle permet de statuer sur l'opportunité du remplacement du composant avec un conservatisme suffisant.

L'application d'une telle méthode de caractérisation du dommage de fatigue est tout à fait envisageable pour la majorité des aciers au Cr-Mo, comme les aciers martensitiques (de structure similaire à la bainite du 10CD910) à 9 et 12% de chrome, aujourd'hui envisagés pour remplacer le 10CD910.

Malgré les systèmes d'exploitation très performants utilisés, la technique de diffraction par faisceau convergent au microscope électronique en transmission ne permet pas (pour le moment!) l'acquisition automatique des données et nécessite la préparation fastidieuse de nombreux échantillons. L'utilisation d'un système de diffraction des électrons rétrodiffusés associé à un microscope électronique à balayage à canon à émission de champs devrait permettre de faciliter la mesure des désorientations en conservant une bonne précision. Les échantillons étudiés seront massifs, simples à préparer, et l'acquisition des données pourra être totalement automatisée. L'obtention du critère de désorientation caractéristique du dommage de fatigue serait alors facile et rapide à obtenir.

La maîtrise du mécanisme de déformation sous chargement cyclique peut désormais servir de point de départ pour le développement d'une technique de caractérisation macroscopique sensible aux évolutions microstructurales observées. Cette technique aurait l'avantage d'être non destructive et éventuellement de permettre une mesure du dommage des composants «in situ».

ANNEXES

ANNEXE 1 : COMPARAISON ENTRE LE DOMMAGE DE FATIGUE OLIGOCYCLIQUE A CHAUD ET LE DOMMAGE DE FATIGUE THERMIQUE	167
I. Matériau étudié	167
II. Définition des essais	167
II.1. Fatigue thermique	167
II.2. Fatigue oligocyclique isotherme à chaud	167
III. Comparaison des microstructures développées	168
IV. Conclusions	168
ANNEXE 2 : ESSAI D'APPLICATION DE TECHNIQUES D'EVALUATION NON DESTRUCTIVES A LA CARACTERISATION DU DOMMAGE DE FATIGUE	170
I. Pouvoir Thermo-électrique	170
I.1. Principe global de la méthode	170
I.2. Application à la caractérisation du dommage de fatigue dans le 10CD910	170
II. Annihilation de positrons	171
II.1. Principe global de la méthode	171
II.2. Application à la caractérisation du dommage de fatigue dans le 10CD910	171
III. Résistivité électrique	171
III.1. Principe global de la méthode	171
III.2. Application à la caractérisation du dommage de fatigue dans le 10CD910	171
IV. Conclusions	172
ANNEXE 3 : TECHNIQUES EXPERIMENTALES	173
I. Caractérisation des carbures	173
I.1. Préparation des répliques d'extraction	173
I.2. Techniques d'analyse	173
<i>I.2.1. Diffraction électronique</i>	173
<i>I.2.2. Microanalyse EDX</i>	175
II. Caractérisation des structures de dislocations	175
II.1. Préparation des lames minces	175
II.2. Techniques d'analyses	176
<i>II.2.1. Microdiffraction au MET</i>	176
<i>II.2.2. Diffraction des électrons rétrodiffusés au MEB</i>	176
<i>II.2.3. Diffraction en faisceau convergent (CBED) au MET</i>	177
III. Essais de fatigue	178
III.1. Machine de fatigue	178
III.2. Eprouvette de fatigue	178
III.3. Four	181
III.4. Procédure d'essai	181
<i>III.4.1. Préparation des éprouvettes</i>	181
<i>III.4.2. Définition des essais</i>	181
<i>III.4.3. Mode opératoire</i>	181
ANNEXE 4 : MATERIAU VF35	182
I. Composition chimique (pourcentages massiques)	182
II. Caractérisation microstructurale générale	182
II.1. Précipitation	182
II.2. Structures de dislocations	183
III. Dureté et microdureté	183
IV. Caractéristiques mécaniques en traction monotone à 565°C	183
V. Comportements en fatigue oligocyclique à chaud	183
V.1. Résultats globaux	183
V.2. Accommodation cyclique	184
V.3. Résistance à la fatigue	184

ANNEXE 5: MATERIAU RF45	185
I. Traitement thermique	185
II. Composition chimique (pourcentages massiques)	185
III. Caractérisation microstructurale générale	186
III.1. Précipitation	186
III.2. Structures de dislocations	187
IV. Dureté et microdureté	187
V. Caractéristiques mécaniques en traction monotone à 565°C	187
VI. Comportements en fatigue oligocyclique à chaud	187
VI.1. Résultats globaux	187
VI.2. Accommodation cyclique	188
VI.3. Résistance à la fatigue	188
ANNEXE 6 : MATERIAU RF12	189
I. Composition chimique (pourcentages massiques)	189
II. Caractérisation microstructurale générale	189
III. Caractéristiques mécaniques en traction monotone à 565°C	190
IV. Comportements en fatigue oligocyclique à chaud	190
IV.1. Résultats globaux	190
IV.2. Accommodation cyclique	190
IV.3. Résistance à la fatigue	191
ANNEXE 7 : MATERIAU VF95	192
I. Composition chimique (pourcentages massiques)	192
II. Caractérisation microstructurale générale	192
II.1. Précipitation	192
II.2. Structures de dislocations	193
III. Dureté et microdureté	193
IV. Caractéristiques mécaniques en traction monotone	193
V. Comportements en fatigue oligocyclique à 565°C	193
V.1. Résultats globaux	193
V.2. Accommodation cyclique	194
V.3. Résistance à la fatigue	194
ANNEXE 8 : MATERIAU VF85	195
I. Composition chimique (pourcentages massiques)	195
II. Caractérisation microstructurale générale	195
III. Caractéristiques mécaniques en traction monotone à 565°C	196
IV. Comportements en fatigue oligocyclique à chaud	196
IV.1. Résultats globaux	196
IV.2. Accommodation cyclique	196
IV.3. Résistance à la fatigue	197
ANNEXE 9 : METHODE DE NOMINATION D'UN JOINT DE GRAIN : RESEAU DE COINCIDENCE	198

Références

ANNEXE 1 : COMPARAISON ENTRE LE DOMMAGE DE FATIGUE OLIGOCYCLIQUE A CHAUD ET LE DOMMAGE DE FATIGUE THERMIQUE

I. Matériau étudié

Le matériau étudié est un acier 10CD910 vieilli plus de 100 000h en service contenant 85% de ferrite : c'est le matériau VF85. Sa description est détaillée en Annexe 8.

II. Définition des essais

Pour que la comparaison entre l'évolution microstructurale induite par deux types de sollicitations de fatigue soit valable, il est nécessaire que le dommage de fatigue associé soit identique. Elle doit se faire entre des états :

- cyclés avec une déformation plastique par cycle identique,
- et interrompus pour un même nombre de cycle.

II.1. Fatigue thermique

Un essai de fatigue thermique a été effectué sur le matériau VF85 pour observer les microstructures développées lors de cette sollicitation cyclique. Les conditions de l'essai en laboratoire sont établies de manière à reproduire le plus fidèlement possible les conditions en service. Après la première montée en température à 580°C (température de service), l'éprouvette est bloquée en déformation (ce qui correspond aux rivets qui fixent le collecteur par rapport à l'architecture de la centrale). Les cycles thermiques correspondent à des variations de températures de 200°C en 150s (sollicitation envisageable en service) combinées avec un temps de maintien de 300s à haute température (pour simuler les temps de service de la centrale). La sollicitation thermique induit alors une variation de déformation plastique moyenne de l'ordre de 0,3%. L'essai, compliqué à mettre en oeuvre, a été arrêté après 600 cycles.

II.2. Fatigue oligocyclique isotherme à chaud

Le comportement en fatigue oligocyclique isotherme à chaud du matériau VF85 a fait l'objet d'une étude complète (Annexe 8). Une matrice d'essais de référence (identiques à ceux effectués sur les matériaux VF35, VF95, RF35, RF12) a été réalisée pour différents niveaux de déformation totale imposée. Les résultats obtenus permettent d'évaluer la variation de déformation totale à imposer pour induire une variation de déformation plastique d'environ 0,3%.

L'essai a donc été réalisé sous chargement mécanique pour une déformation totale imposée de 0,4% (afin d'obtenir une variation de déformation plastique proche de 0,3%), pour une vitesse de déformation de $4.10^{-3} s^{-1}$ et à une température stable de 565°C. L'essai a également été interrompu après 600 cycles.

Les deux types d'essais de fatigue sont comparés sur la Figure 1.

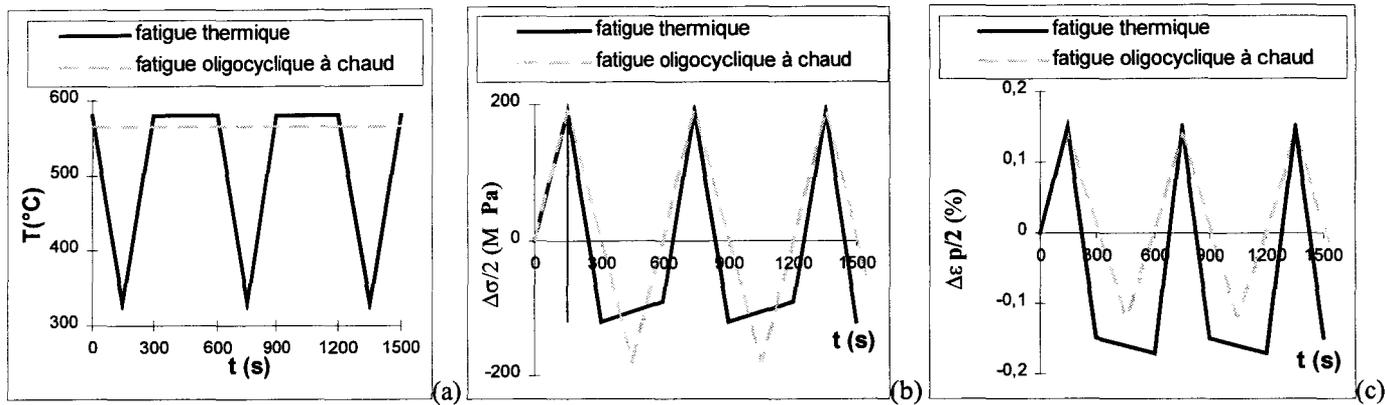


Figure 1 : Schématisation de l'évolution de la température(a), de l'amplitude de contrainte (b) et de l'amplitude de déformation plastique (c) lors des essais de fatigue thermique et de fatigue oligocyclique à haute température pour le matériau VF85.

III. Comparaison des microstructures développées

L'acier a fait l'objet d'une caractérisation microstructurale précise avant (Figure 2) et après essais de fatigue thermique (Figure 3) et de fatigue oligocyclique isotherme à 565°C (Figure 4).

Les deux matériaux montrent des structures de dislocations dans la ferrite tout à fait similaires. Comme l'on pouvait s'y attendre, la ferrite s'est écrouie au cours du cyclage et commence à arranger ses dislocations en cellules de fatigue. La densité de dislocations est du même ordre de grandeur et l'arrangement des dislocations en parois de cellules apparaît au même degré d'avancement pour les deux sollicitations de fatigue.

La structure cellulaire de la bainite est tout à fait similaire avant et après les deux essais de fatigue. Les cellules contiennent une très faible densité de dislocations mobiles.

IV. Conclusions

Que le dommage résulte d'une sollicitation cyclique d'origine thermique ou mécanique, il conduit aux mêmes arrangements de dislocations. Les mécanismes de déformation plastique cyclique mis en évidence à partir d'essais de fatigue oligocyclique isotherme en laboratoire peuvent être utilisés pour expliquer l'endommagement résultant de fatigue thermique en service. Les bases de données obtenues à partir d'essais en fatigue oligocyclique isotherme en laboratoire pourront donc être utilisées en toute confiance pour l'identification et l'estimation du dommage de fatigue thermique subi en service.

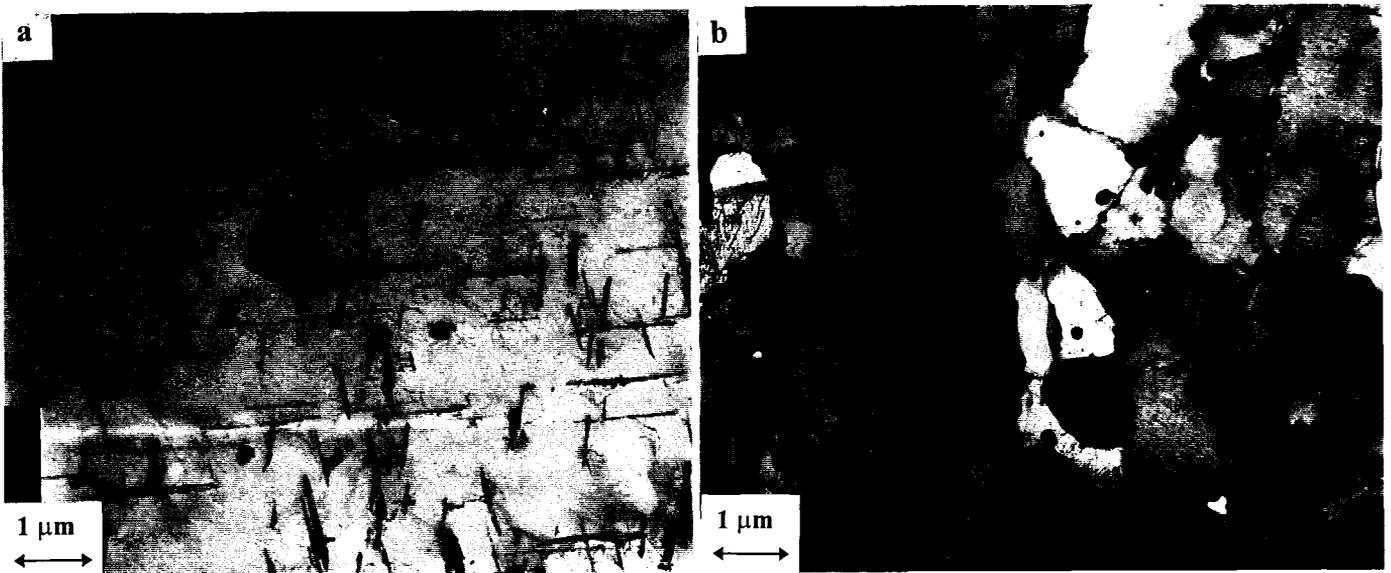


Figure 2 : Images MET typiques de la ferrite (a) et de la bainite (b) du matériau VF85 à l'état initial.

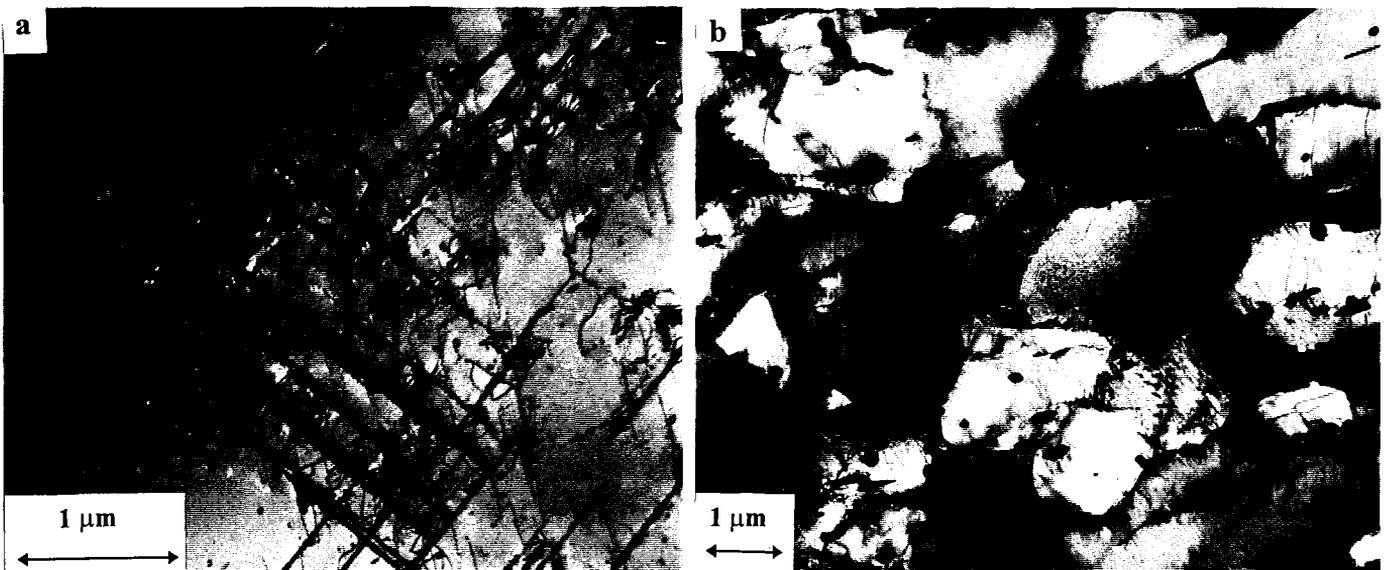


Figure 3 : Images MET typiques de la ferrite (a) et de la bainite (b) du matériau VF85 après essai de fatigue thermique.

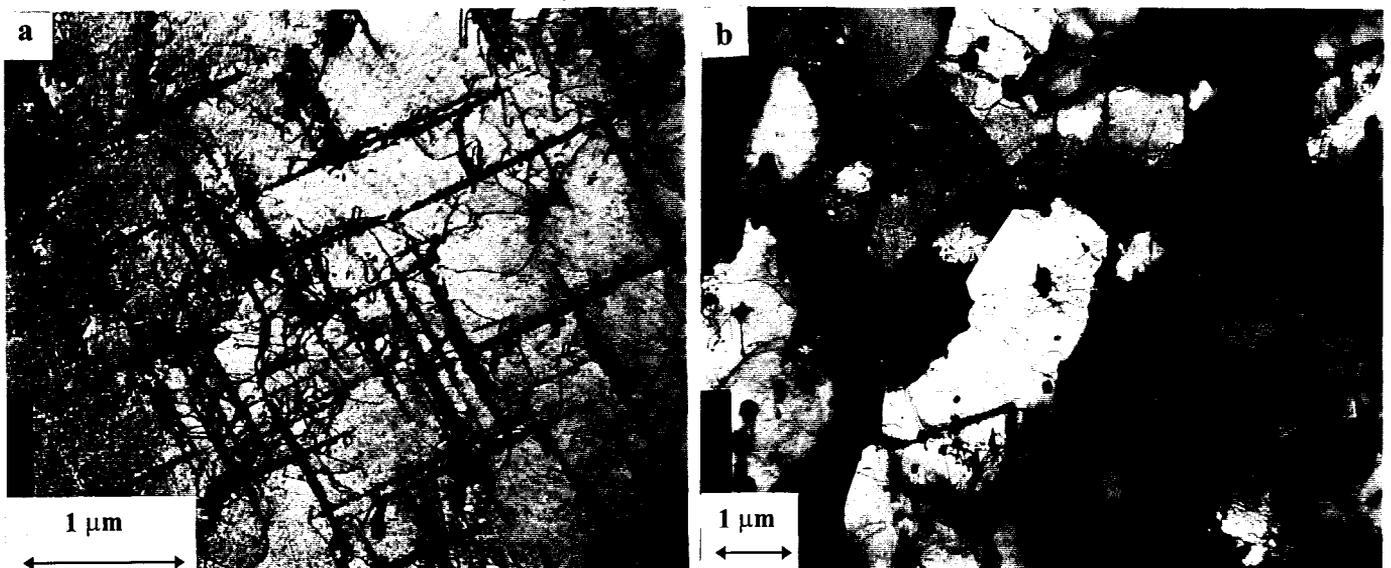


Figure 4 : Images MET typiques de la ferrite (a) et de la bainite (b) du matériau VF85 après essai de fatigue oligocyclique à haute température.

ANNEXE 2 : ESSAI D'APPLICATION DE TECHNIQUES D'EVALUATION NON DESTRUCTIVES A LA CARACTERISATION DU DOMMAGE DE FATIGUE

Si les techniques d'évaluation non destructives (END) sont adaptées pour caractériser le dommage de fluage, elles semblent inappropriées et peu sensibles pour évaluer le dommage de fatigue. Il apparaît clairement que les évolutions microstructurales induites par le fluage (modification de la précipitation, formation de cavités...) sont plus faciles à mettre en évidence par les techniques d'END que la seule évolution des structures de dislocations lors de la fatigue oligocyclique.

Beaucoup de travaux se sont intéressés à l'étude de l'influence du dommage de fatigue sur l'effet Barkhausen. Les résultats sont difficilement interprétables puisque la mesure varie fortement suivant que l'essai est arrêté en traction ou en compression d'une part et n'évolue qu'en début et en fin de cyclage d'autre part [1]. Quelques techniques susceptibles de détecter le dommage de fatigue ont été testées :

- le pouvoir thermo-électrique (PTE),
- l'annihilation de positron,
- la résistivité électrique.

I.Pouvoir Thermo-électrique

I.1.Principe global de la méthode

Le pouvoir thermo-électrique (PTE) est défini comme la capacité d'un matériau à générer un flux d'électrons sous l'effet d'un gradient thermique. L'écart de température (ΔT) imposé entre deux points d'un échantillon induit une différence de potentiel (ΔV) par effet Seebeck. La différence de potentiel est de l'ordre de quelques nanovolts à quelques microvolts. Le PTE est défini par la relation :

$$PTE = \Delta V / \Delta T$$

Il est particulièrement sensible aux évolutions microstructurales qui perturbent le mouvement des électrons libres (changement de structure cristallographique, évolution de la texture, modification de la précipitation,...). Cette méthode est ainsi très efficace pour détecter le dommage d'irradiation [2] ainsi que le dommage de vieillissement (notamment sur des composants en service [3]). Aucune étude n'a été effectuée pour caractériser le dommage de fatigue par le PTE.

I.2.Application à la caractérisation du dommage de fatigue dans le 10CD910

Une étude de faisabilité a été effectuée par la mesure du PTE de l'acier 10CD910 VF35 à l'état initial (vieilli) puis après un essai de fatigue oligocyclique à 565°C sous forte variation de déformation imposée ($\Delta \epsilon = 1,2\%$). L'essai a été interrompu à 25% de durée de vie. Le matériau présente ainsi une forte augmentation du taux de dislocations (notamment dans la ferrite) par rapport à l'état initial. Pourtant aucune différence notable de PTE n'est observée entre les deux états.

II. Annihilation de positrons

II.1. Principe global de la méthode

La méthode est basée sur le phénomène physique lié à l'interaction entre un positron (e^+) produit par une source extérieure et un électron (e^-) (libre ou de valence) du matériau à analyser. Cette interaction conduit à l'émission de deux rayons γ d'énergie de 0,511 MeV. La forme du pic d'énergie dépend de la proportion relative des électrons de valence ou des électrons libres qui ont interagi avec les positrons. La durée de vie des positrons peut également être mesurée. Son émission est détectée depuis la source radioactive par l'émission simultanée d'un rayon γ d'énergie de 1,280 MeV.

Cette technique est particulièrement sensible à la présence de défauts de type lacunaire (lacune, dislocations) qui créent un déficit en atomes donc en électrons de valence et constituent des pièges à positrons. Cette méthode est ainsi très efficace pour détecter les dégâts d'irradiation ainsi que le dommage de fluage. Son utilisation semble a priori prometteuse pour caractériser l'endommagement par fatigue car la formation de structures de dislocations entraîne généralement de nombreux défauts ponctuels [4]. Il semble cependant qu'elle ne permette de détecter que les premiers stades d'endommagement de fatigue [5].

II.2. Application à la caractérisation du dommage de fatigue dans le 10CD910

Une étude de faisabilité a été effectuée par l'intermédiaire du laboratoire INEEL¹ mais les résultats ne montrent aucune différence entre l'état de référence (VF35) et les états cyclés pour différentes sollicitations de fatigue oligocyclique.

III. Résistivité électrique

III.1. Principe global de la méthode

La résistivité ρ est fonction de la résistance électrique (R) du matériau, corrigée du facteur de forme de l'échantillon (F) :

$$\rho = R \times F$$

La résistivité permet de détecter la présence d'impuretés et de défauts tels que les dislocations et les lacunes. Les défauts ponctuels (comme les lacunes) sont plus facilement mis en évidence à basse température (limitation des effets thermiques).

Cette technique a permis de mettre en évidence le dommage d'irradiation dans les alliages ternaires Ni-Cr-Fe [6]. Elle a également été utilisée en fatigue oligocyclique sur des monocristaux [7].

III.2. Application à la caractérisation du dommage de fatigue dans le 10CD910

Une étude de faisabilité a été effectuée à partir du matériau de référence à l'état initial et après cyclage pour $\Delta\epsilon_t = 1,2\%$, 25% N/Na. La résistivité a été mesurée à température ambiante et à

¹ : INEEL : Idaho National Engineering Environment Laboratory, USA.

78K. Les résultats sont tout a fait identiques pour les deux températures de mesure ($28\mu\Omega\text{cm}$ à la température ambiante et $17\mu\Omega\text{cm}$ à 78K).

IV. Conclusions

L'étude du mécanisme de déformation plastique cyclique du 10CD910 a mis en évidence le rôle important des dislocations dans l'évolution microstructurale. Le cyclage induit davantage de modifications dans l'arrangement des dislocations que dans la densité de dislocations (elle ne varie quasiment plus après les 5 premiers % de durée de vie). On peut supposer que l'acier bainito-ferritique possède une microstructure trop complexe (nombreux interfaces, éléments d'alliage en solution solide et carbures) pour permettre à une technique macroscopique (PTE, annihilation de positons, résistivité électrique) de déceler l'influence du dommage plastique cyclique. **Si la plasticité génère des variations microstructurales auxquelles les techniques d'END sont sensibles, les effets peuvent être masqués par la complexité de la structure de l'acier.**

ANNEXE 3 : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

De nombreuses techniques expérimentales ont été utilisées pour caractériser la microstructure des matériaux :

- microscopie optique,
- microscopie électronique à balayage (SEM) (HITACHI 2500),
- microscopie électronique en transmission (TEM) (PHILIPS EM 430 (300kV)).

Ces techniques nous ont permis d'analyser les carbures, d'observer les structures de dislocations et de mesurer leurs désorientations.

L'étude a également nécessité la mise au point d'un montage pour réaliser des essais de fatigue oligocyclique à chaud.

I.Caractérisation des carbures

Les précipités sont plus faciles à étudier hors de la matrice, sur répliques d'extraction, que dans la matrice, sur lames minces.

I.1.Préparation des répliques d'extraction

La préparation des répliques consiste à attaquer au nital² un échantillon massif poli miroir, puis à déposer un film de carbone de quelques dizaines de nanomètres à l'aide d'un évaporateur sous vide BALZERS. Le film est alors prédécoupé pour former des fragments de taille inférieure à 3mm puis décollé par attaque de la matrice à l'aide du réactif vilella³. Les précipités, non attaqués, se retrouvent collés sur le film. La récupération des fragments du film de carbone sur des grilles de cuivre de 3mm de diamètre est une opération délicate. Ces fragments sont finalement rincés à l'éthanol.

I.2.Techniques d'analyse

Les carbures peuvent être caractérisés grâce à deux indications complémentaires, la structure cristallographique (obtenue en diffraction électronique) et la composition chimique (obtenue en microanalyse EDX, dispersion d'énergie des rayons X).

I.2.1.Diffraction électronique

Les techniques de diffraction électronique utilisées sont les techniques de diffraction en aires sélectionnées (SAD) et de microdiffraction. Cette dernière présente l'avantage, sur la diffraction en aires sélectionnées, d'étudier une zone plus petite en diminuant la taille de sonde et en focalisant légèrement le faisceau incident. La microdiffraction s'est imposée pour la caractérisation des précipités dans les lames minces.

Une partie du faisceau électronique incident est diffractée par la zone sélectionnée de l'échantillon. Les familles de plans en orientation de Bragg diffractent. Les faisceaux diffractés et transmis convergent dans le plan focal de l'objectif pour donner des réflexions ponctuelles qui constituent les clichés de diffraction (Figure 5). La distance entre deux points de diffraction, dépendante des paramètres de maille, est caractéristique de la famille de plan réticulaire du

² : 2ml d'acide nitrique dans 100ml d'éthanol.

³ : 1g d'acide picrique et 5ml d'acide chlorhydrique dans 100ml d'éthanol.

cristal. L'exploitation de ces diagrammes permet ainsi d'identifier le cristal et de connaître son orientation cristallographique (par rapport aux repères du microscope).

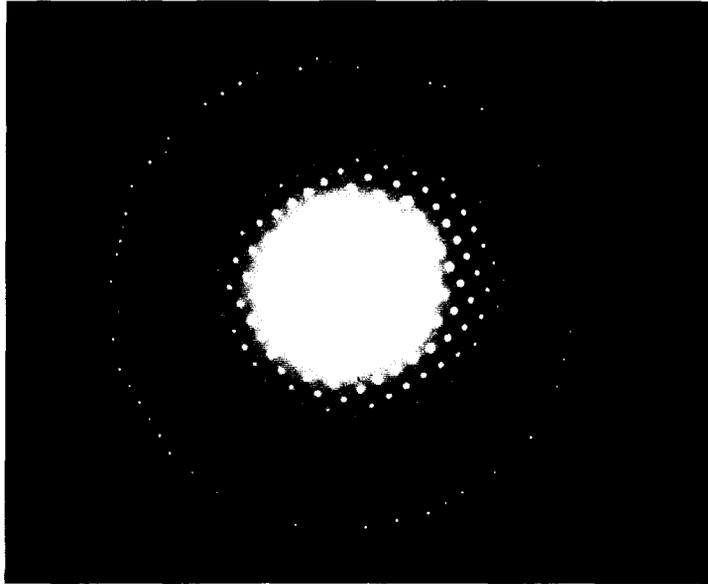


Figure 5 : Cliché de points en microdiffraction, zones de Laue 0 et 1.

Quatre types de carbures ont été décrits dans la littérature concernant le 10CD910 vieilli. Ils possèdent des caractéristiques cristallographiques détaillées dans le Tableau 1.

Carbure	Système	Groupe Spatial	Paramètres de maille (nm)
M_2C	hex	P63/mmc	$a = 0,30124; b = 0,47352; c = 0,16$
M_7C_3	ortho	Pnma	$a = 0,426; b = 0,701; c = 1,2142$
M_6C	cfc	Fd3m	$1,070 \leq a \leq 1,220$
$M_{23}C_6$	cfc	Fm3m	$1,056 \leq a \leq 1,065$

Tableau 1 : Caractéristiques cristallographiques des carbures observés dans le 10CD910.

Les carbures de M_7C_3 se distinguent facilement par les traces de diffusion présentes sur les clichés de diffraction induites par des défauts cristallins dans le plan $\{100\}$.

La similitude entre les structures cristallines des carbures $M_{23}C_6$ et M_6C rend difficile leur identification. Les extinctions spécifiques à leurs groupes d'espace étant souvent masquées par la double diffraction, il est nécessaire de se placer dans une coupe selon un plan de la famille $\{200\}$ pour lever l'indétermination.

La caractérisation cristallographique est rapide pour les précipités de types M_7C_3 et M_2C mais demeure fastidieuse pour les carbures de types M_6C et $M_{23}C_6$.

I.2.2. Microanalyse EDX

Le système d'analyse associé au microscope électronique en transmission est de marque KEVEX. Il utilise un système de détection avec une fenêtre en beryllium et une diode Quantum au silicium dopé au lithium. La taille de sonde est choisie en fonction de la taille des précipités à étudier. Les spectres présentent les raies parasites du cuivre, matériau de la grille sur laquelle est posée la réplique.

Les variations des compositions chimiques pour chaque type de précipité dans les aciers faiblement alliés au chrome et au molybdène sont larges (Tableau 2).

Carbure	Fer (%at)	Chrome (%at)	Molybdène (%at)
M_2C	1-15	5-30	60-90
M_7C_3	25-45	35-60	1-10
M_6C	20-40	2-20	30-60
$M_{23}C_6$	25-60	20-40	1-20

Tableau 2 : Variations de compositions chimiques pour les trois éléments les plus importants des carbures observés dans les aciers faiblement alliés au chrome et au molybdène.

Les carbures de M_2C sont riches en molybdène et peuvent dissoudre une grande quantité de chrome mais peu de fer. A l'inverse les précipités de M_7C_3 contiennent une forte proportion de chrome et de fer mais peu de molybdène.

La composition chimique des carbures de $M_{23}C_6$ peut varier entre celles de $Cr_{23}C_6$ et de $Fe_{21}Mo_2C_6$. Mais pour les aciers contenant à la fois du chrome et du molybdène, ces carbures sont souvent riches en fer et en chrome mais pauvre en molybdène. Les précipités de M_6C ont une composition chimique intermédiaire entre celles de Fe_4Mo_2C et de Fe_3Mo_3C , faisant ressortir une forte proportion de molybdène qui permet de les distinguer des $M_{23}C_6$.

II. Caractérisation des structures de dislocations

La microscopie électronique en transmission sur lames minces est la meilleure technique qui permette l'observation et l'étude à l'échelle submicronique de l'arrangement des dislocations. Les lames sont prélevées dans la zone utile de l'éprouvette, orthogonalement à l'axe de sollicitation.

II.1. Préparation des lames minces

La préparation et la conservation des lames minces demandent un soin particulier pour éviter l'oxydation du matériau.

Les lames de diamètre 3mm sont d'abord polies légèrement mécaniquement jusqu'à une épaisseur d'environ $60\mu m$ puis percées par dissolution électrolytique. On utilise un électrolyte composé de 95% d'acide acétique et 5% d'acide perchlorique à la température la plus basse possible avant cristallisation du réactif (environ $10^\circ C$) sous une tension de 15V aux bornes d'une

cellule de polissage STRUERS TENUPO 3. Les lames percées sont ensuite abondamment rincées au méthanol puis rapidement séchées. Elles sont alors conservées sous vide.

II.2. Techniques d'analyses

En plus de l'observation (sur une vingtaine de grains) de la densité, de la répartition (à l'intérieur d'un grain et entre différents grains) et de la nature des structures de dislocations, nous nous sommes particulièrement intéressés à la désorientation cristallographique liée aux arrangements des dislocations (de part et d'autre d'une paroi de dislocations, entre deux cellules de dislocations). Le calcul de la désorientation entre deux cristaux s'effectue à partir de l'orientation cristallographique de chacun des cristaux déterminée par l'intermédiaire des clichés de diffraction. Différentes techniques de diffraction ont été utilisées :

- microdiffraction au MET (clichés de points),
- diffraction des électrons rétrodiffusés au MEB (clichés de lignes),
- diffraction en faisceau convergent (CBED) au MET (clichés de lignes).

II.2.1. Microdiffraction au MET

Le principe a été rapellé pour la caractérisation des carbures. L'inconvénient de cette technique est la **mauvaise précision de la mesure de l'orientation cristallographique** de chaque cristal liée aux clichés de points et à la taille de la zone diffractante. Cette méthode nous a néanmoins permis de déceler une certaine évolution de la désorientation des cellules de restauration dans la bainite.

II.2.2. Diffraction des électrons rétrodiffusés au MEB

Si une partie des électrons incidents est directement diffractée, une autre partie est diffusée inélastiquement dans le matériau avant d'être diffractée par les plans en condition de Bragg. Cette diffusion inélastique donne lieu à la présence de lignes de défauts (ligne sombre) et d'excès (ligne blanche). Cette technique de diffraction des électrons rétrodiffusés au MEB (EBSP) permet l'obtention de clichés de lignes de Kikuchi qui permettent (en fonction de l'angle entre les bandes) d'orienter le cristal (Figure 6a). Les mesures d'orientations sont plus précises qu'à partir des clichés des points car les clichés de lignes contiennent plus d'informations (indices hkl plus importants). Un logiciel de traitement très performant permet le pilotage du faisceau, l'acquisition et l'indexation automatique des clichés (connaissant la structure du cristal) et le calcul de la désorientation cristallographique.

Cette méthode présente les avantages très intéressants :

- d'obtenir une très bonne précision angulaire,
- de faciliter la préparation des échantillons (polissage électrolytique sur échantillon massif),
- d'augmenter considérablement la taille de la zone observable,
- et de permettre une étude statistique.

Son inconvénient majeur est la résolution spatiale liée à la taille de sonde d'un MEB classique. Cette technique a mis en évidence la présence de familles de sous-grains à l'intérieur des grains de bainite mais n'a pas permis d'étudier les désorientations à l'échelle des cellules de dislocations.

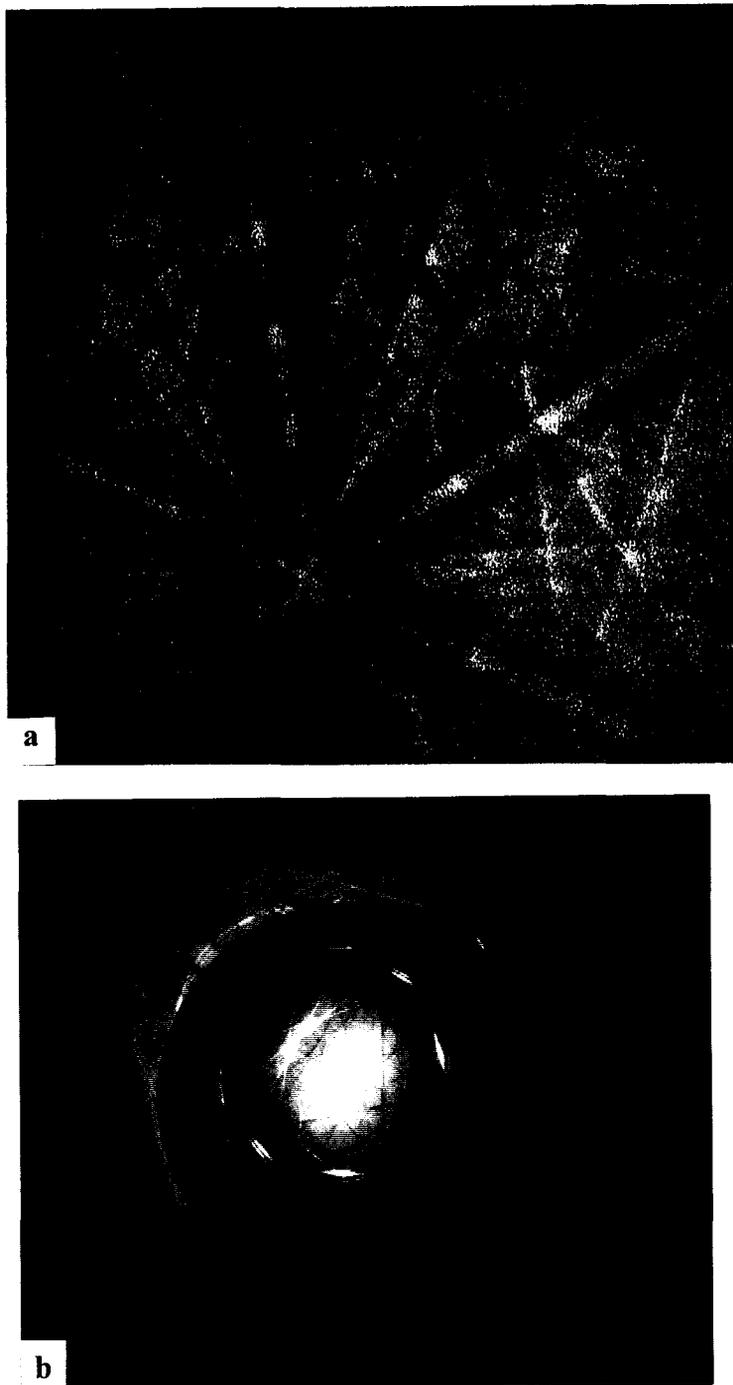


Figure 6 : Clichés de lignes de Kikuchi, obtenu par diffraction des électrons rétrodiffusés au MEB (a), obtenus par diffraction des électrons transmis au MET (b).

II.2.3. Diffraction en faisceau convergent (CBED) au MET

De la même façon que pour les électrons rétrodiffusés au MEB, les électrons transmis au MET peuvent diffuser inélastiquement avant de diffracter, ce qui donne lieu à des lignes de Kikuchi (Figure 6b). Un logiciel de traitement⁴ [8, 9, 10] permet l'indexation semi-automatique des clichés et le calcul de la désorientation cristallographique.

Cette technique de diffraction permet d'allier la bonne résolution spatiale, liée à la taille de sonde du MET à une très bonne résolution angulaire, liée à l'utilisation de clichés de lignes (d'environ

⁴ : développé par Stephan Zaefferer en collaboration avec l'université d'Orsay.

1° pour la mesure de l'orientation cristallographique et 0,5° pour la mesure de la désorientation cristallographique).

Cette technique est tout à fait nouvelle et permet d'obtenir des mesures de désorientations cristallographiques très précises et statistiques (une cinquantaine de cellules peuvent être étudiées par jour).

III.Essais de fatigue

Les essais de fatigue oligocyclique à 565°C ont été réalisés au Laboratoire de Métallurgie Physique de l'Université des Sciences et Technologies de Lille.

III.1.Machine de fatigue

La machine est servohydraulique de marque MTS, de référence 458 et de capacité 100kN. Elle permet un asservissement soit en charge, soit en déplacement de vérin, soit en déformation. La charge est mesurée par une cellule de force à jauges résistives de 100kN montée en série avec l'éprouvette.

La déformation de l'éprouvette est mesurée par un extensomètre axial de base de mesure 10 mm, d'ouverture maximale ± 20 mm, étalonné sur quatre gammes ($\pm 2\%$, $\pm 4\%$, $\pm 10\%$, $\pm 20\%$). L'extensomètre ne peut être utilisé directement dans un four que pour des températures ne dépassant pas +150°C. A +565°C, nous sommes contraints de placer l'extensomètre hors du four et de le relier à l'éprouvette par des tiges de renvoi en alumine (Figure 7). Les tiges sont de longueur 120 mm et de diamètre 6 mm. L'une des extrémités est plate et reçoit l'extensomètre, l'autre extrémité est appliquée sur l'éprouvette et présente une forme en biseau afin d'accroître le contact. Une pièce de rigidification en aluminium est placée au milieu des tiges. Ainsi, une ouverture des extrémités des tiges placées sur l'éprouvette correspond à une fermeture de même amplitude des extrémités des tiges au niveau de l'extensomètre.

III.2. Eprouvette de fatigue

Le schéma des éprouvettes de fatigue est présenté sur la Figure 8. Elles sont de type cylindrique de diamètre 10 mm et de longueur utile 15 mm. Leurs têtes sont filetées et présentent une extrémité conique pour le centrage.

Le système d'amarrage comprend un amarrage supérieur et un amarrage inférieur.

L'amarrage supérieur (Figure 9) est constitué d'une barre en Z30C13 reliée à la cellule de charge par l'intermédiaire d'une tulipe. Un jeu de deux rampes hélicoïdales en appuis plans sur les bases de la tulipe et de la cellule de charge assure le blocage et une meilleure rigidité de l'ensemble.

L'amarrage inférieur (Figure 10) est constitué d'une barre en Z30C13 reliée au vérin par l'intermédiaire d'un ancrage par métal de Wood (alliage Pb-Sn-Bi) pour ajuster l'alignement.

Chacune des barres d'amarrage comprend un cône de centrage servant d'appui de l'éprouvette ainsi qu'un système de refroidissement.

Les têtes de l'éprouvette sont vissées dans des noix en Nimonic 80 et leurs extrémités coniques s'appuient sur les cônes de centrage des barres. Le blocage est assuré par des contre-écrous en Nimonic 80. Toutes les parties filetées sont enduites d'une très fine couche de pâte anticorrosive et antigrippante, chargée au cuivre.

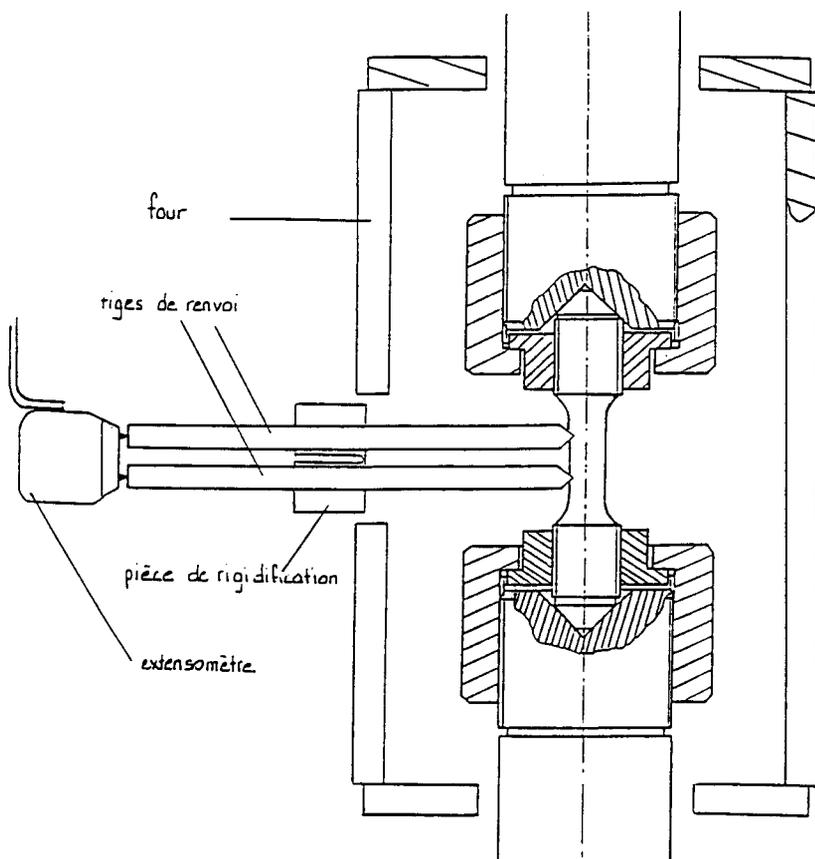


Figure 7 : Tiges de renvoi d'extensométrie - schéma de principe.

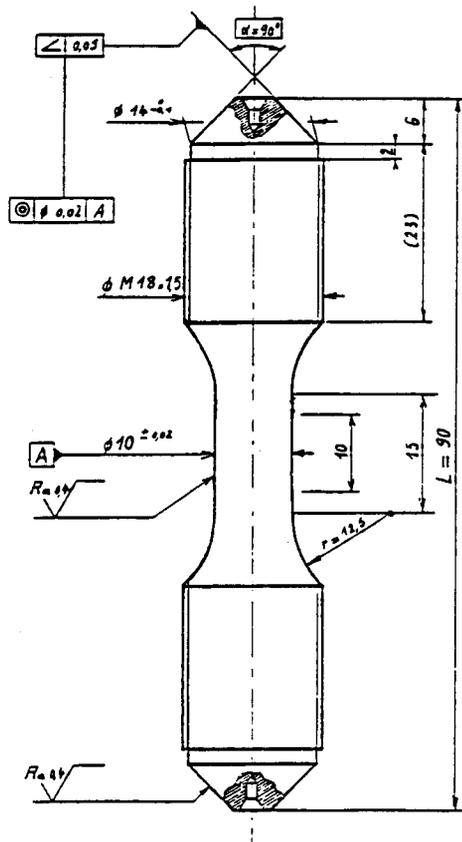


Figure 8 : Schéma des éprouvettes de fatigue à chaud.

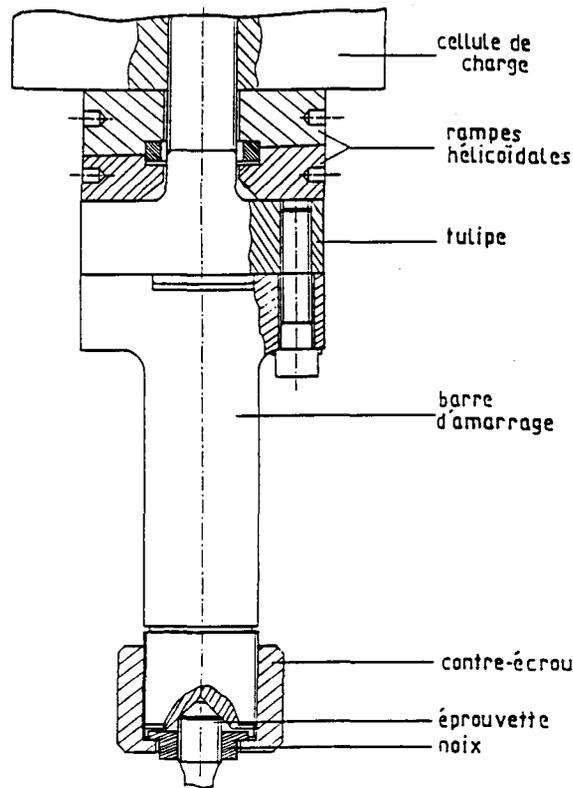


Figure 9 : Amarrage supérieur.

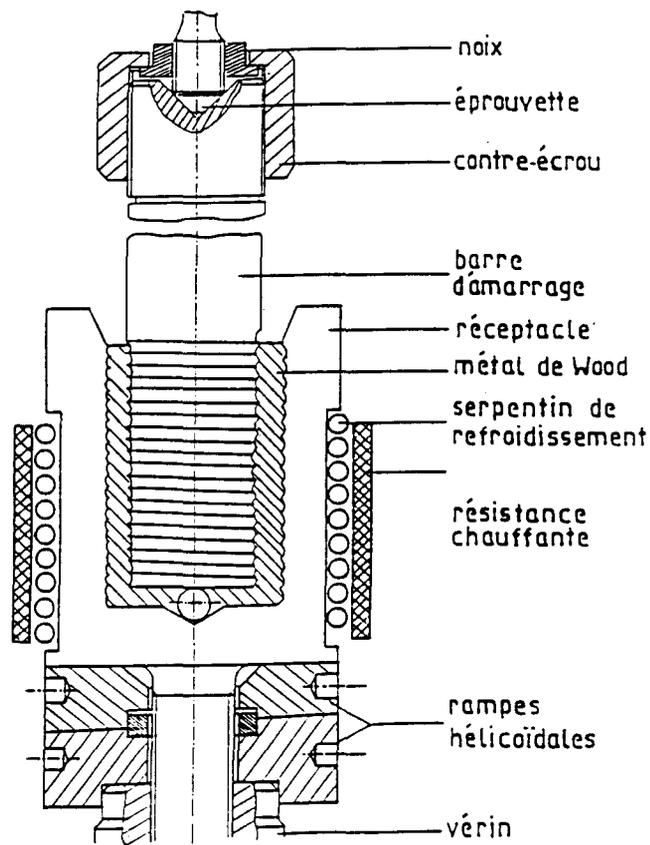


Figure 10 : Amarrage inférieur.

III.3.Four

Les hautes températures sont obtenues par un four à rayonnement. Ce four est constitué de trois parties. La surface interne de chacune des parties est usinée puis polie de sorte qu'elle soit assimilable à un miroir parabolique. Elle reçoit un flux de lumière généré par une lampe à halogène de puissance 1250W et le focalise sur l'éprouvette.

La mesure de la température est assurée par un thermocouple chromel/alumel (type K) placé sur la surface de l'éprouvette. Le régulateur est de marque Eurotherm, type 818.

III.4.Procédure d'essai

III.4.1.Préparation des éprouvettes

Après usinage des éprouvettes, la zone utile est polie mécaniquement au papier abrasif à carbure de silicium jusqu'au grade 1200. Afin d'éviter un amorçage précoce des fissures dans des défauts d'usinage, elle est ensuite polie électrolytiquement dans une solution maintenue vers 12°C contenant 80% d'acide acétique, 10% d'acide perchlorique et 10% d'eau sous une tension de 12V.

III.4.2.Définition des essais

Les essais de fatigue oligocyclique sont pilotés sous amplitude de déformation totale contrôlée $\Delta\varepsilon_t$ avec un rapport de déformation $R_\varepsilon = -1$ et sous vitesse de déformation totale constante $\dot{\varepsilon}_t = 4.10^{-3} s^{-1}$.

L'acquisition des boucles d'hystérésis contrainte-déformation s'effectue à l'aide du logiciel LCF 759. A partir de ces boucles, on mesure la contrainte en traction et en compression ainsi que la déformation plastique associée. Tout au long du cyclage, il est possible de suivre l'évolution de la contrainte. L'apparition d'une fissure macroscopique se propageant en volume se traduit par une diminution de la contrainte en traction, la contrainte en compression n'étant pas affectée. La durée de vie N_a est définie par le nombre de cycles N pour lequel on mesure une diminution de 25% de la contrainte stabilisée ou pseudo stabilisée.

III.4.3.Mode opératoire

Après l'installation de l'éprouvette dans les mors d'amarrage, le four est mis en place puis les tiges de renvoi de l'extensomètre sont appliquées. La montée en température est asservie en vitesse à 20°C/mn, ce qui correspond à une montée d'environ 30 minutes. Elle est suivie d'un maintien de 30 minutes afin d'homogénéiser la température dans le volume de l'éprouvette. Durant cette phase, la machine de fatigue est asservie en mode force (consigne à force nulle de manière à laisser une dilatation libre de l'éprouvette). L'asservissement en mode déformation n'est exécuté qu'après cette période.

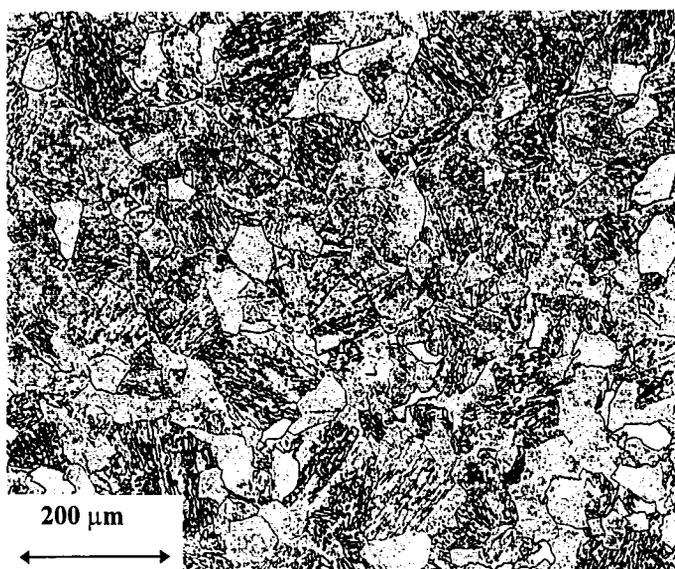
ANNEXE 4 : MATERIAU VF35

I.Composition chimique (pourcentages massiques)

C	S	P	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Nb	Ti	Cu	V	Fe
0,11	0,026	0,014	0,35	0,48	0,11	2,24	1,05	<0,01	<0,01	0,19	<0,01	bal

II.Caractérisation microstructurale générale

	Bainite	Ferrite
% volumique	65	35
taille grains (μm)	85	55



Micrographie optique

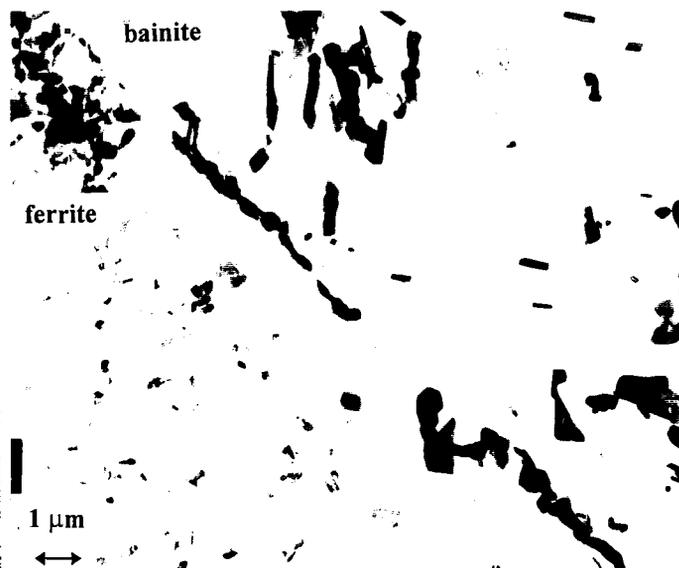


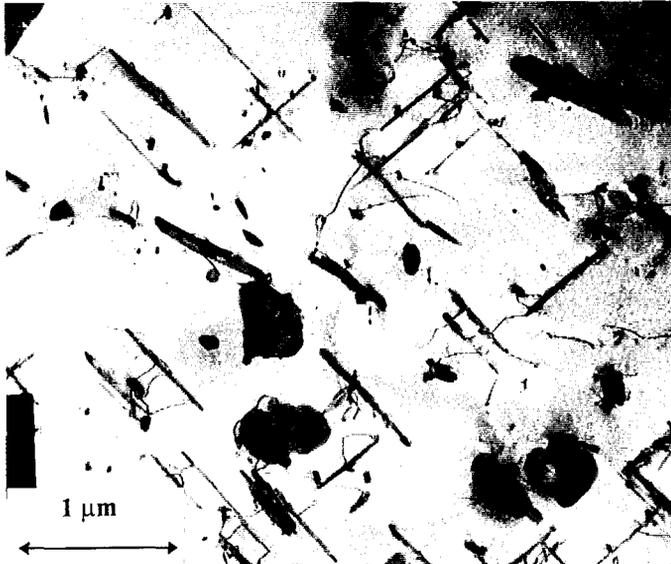
Image MET sur réplique d'extraction

II.1.Précipitation

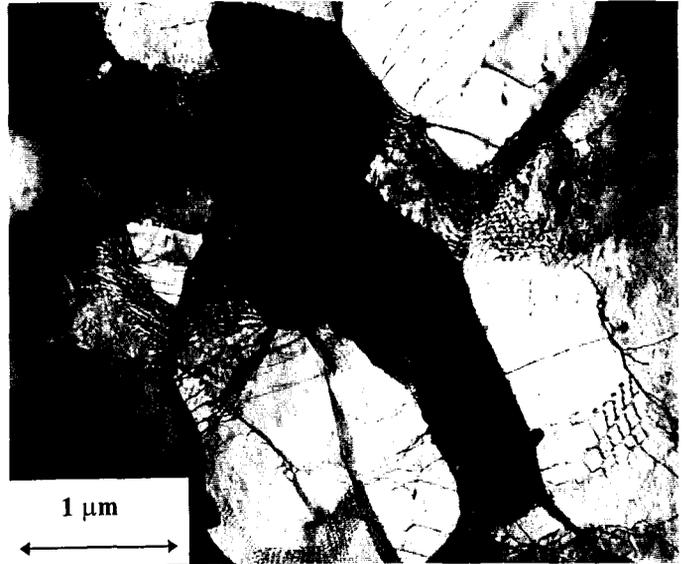
Carbure	M_2C	M_6C	M_7C_3	$M_{23}C_6$
localisation	ferrite	bainite joints de grain	bainite joints de grain	bainite
morphologie	plaquette	diverse	globule	parallélépipède
taille (μm)	$\approx 0,5$ (long)	$1 \ll 5$	$\approx 0,5$	$1 \ll 5$
fréquence	très nombreux	nombreux	nombreux	très rares
Cr (%at)	29,14 ($\pm 3,31$)	6,43 ($\pm 1,64$)	55,22 ($\pm 4,12$)	27,51 ($\pm 5,22$)*
Fe (%at)	2,92 ($\pm 0,97$)	27,78 ($\pm 1,27$)	32,35 ($\pm 2,72$)	62,74 ($\pm 4,56$)*
Mo (%at)	63,03 ($\pm 3,92$)	57,62 ($\pm 2,66$)	6,68 ($\pm 2,11$)	7,07 ($\pm 3,15$)*
Mn (%at)	1,42 ($\pm 0,44$)	1,62 ($\pm 0,34$)	4,48 ($\pm 0,65$)	2,25 ($\pm 0,80$)*
Si (%at)	3,48 ($\pm 1,16$)	6,56 ($\pm 0,71$)	1,27 ($\pm 0,49$)	0,43 ($\pm 0,12$)*

* : valeurs calculées à partir d'un petit nombre de carbures

II.2. Structures de dislocations



Micrographie obtenue par MET de la ferrite



Micrographie obtenue par MET de la bainite

III. Dureté et microdureté

HV30	HV(50g) Bainite	HV(50g) Ferrite
145 (±3)	196 (±7)	167 (±7)

IV. Caractéristiques mécaniques en traction monotone à 565°C

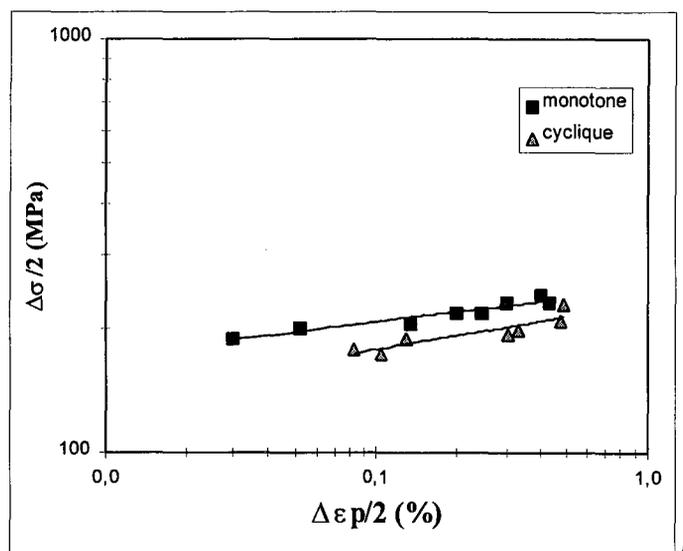
	E (GPa)	Rm (MPa)	Rp _{0,2%} (MPa)	A (%)	Z (%)
Tamb	208	470	234	31	69
T=565°C	150	264	157	36	60

V. Comportements en fatigue oligocyclique à chaud

V.1. Résultats globaux

$\Delta\varepsilon_t$ (%)	$\Delta\varepsilon_p$ (%)	$\Delta\varepsilon_e$ (%)	$\Delta\sigma/2$ (MPa)	N_a
0,19	0,10	0,09	142	15400
0,30	0,17	0,13	177	13000
0,39	0,21	0,18	173	6500
0,41	0,26	0,15	188	5200
0,79	0,66	0,13	197	1400
0,80	0,60	0,20	193	2000
1,19	0,96	0,23	207	1000
1,20	0,98	0,22	228,5	800
2,00	1,65	0,35	250,5	218
1,99	1,76	0,23	246	283

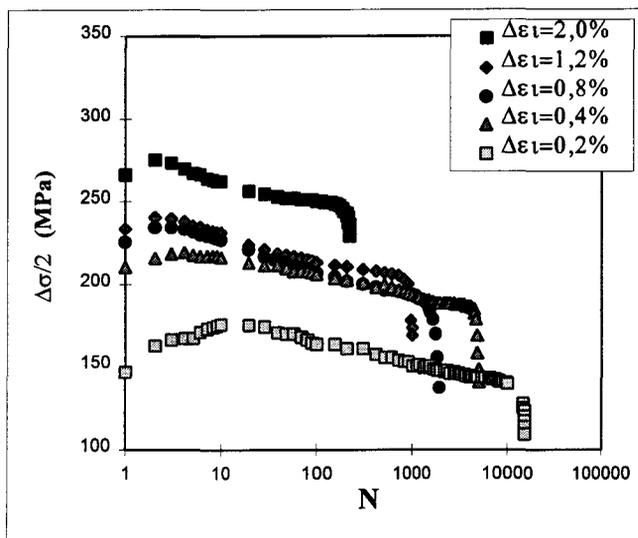
(a)



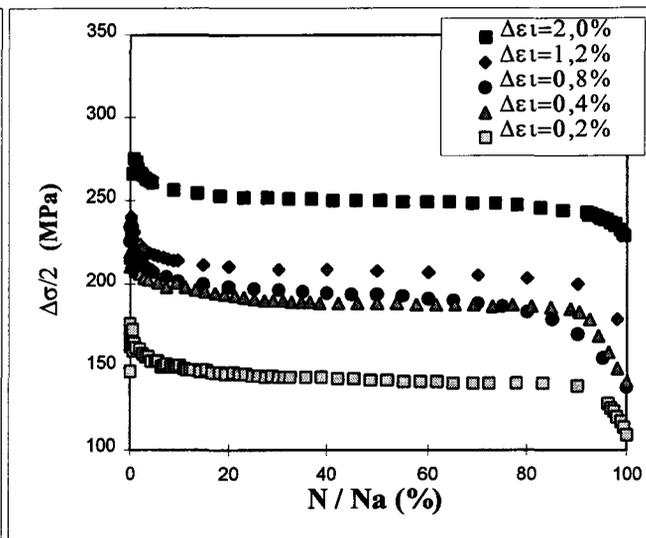
(b)

Tableau récapitulatif de la variation des déformations totale ($\Delta\varepsilon_t$), plastique ($\Delta\varepsilon_p$) et élastique ($\Delta\varepsilon_e$) et de l'amplitude de la contrainte ($\sigma/2$) à mi-durée de vie et du nombre de cycles à rupture (N_a) (a).
Courbes d'érouissages cyclique et monotone (b).

V.2. Accommodation cyclique



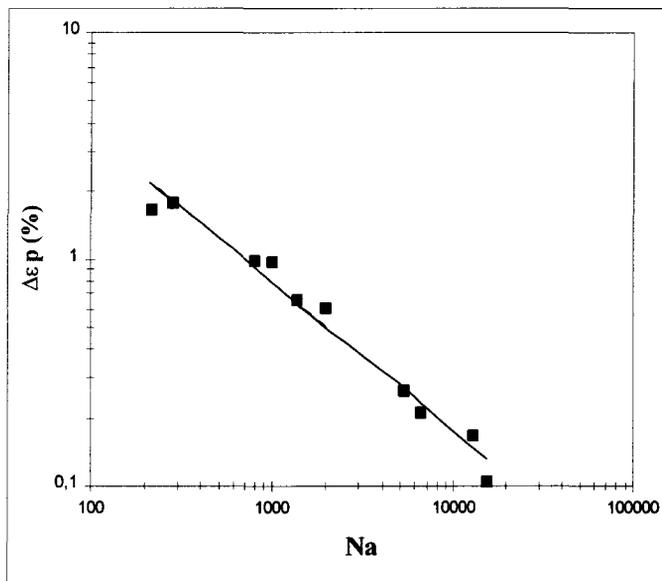
(a)



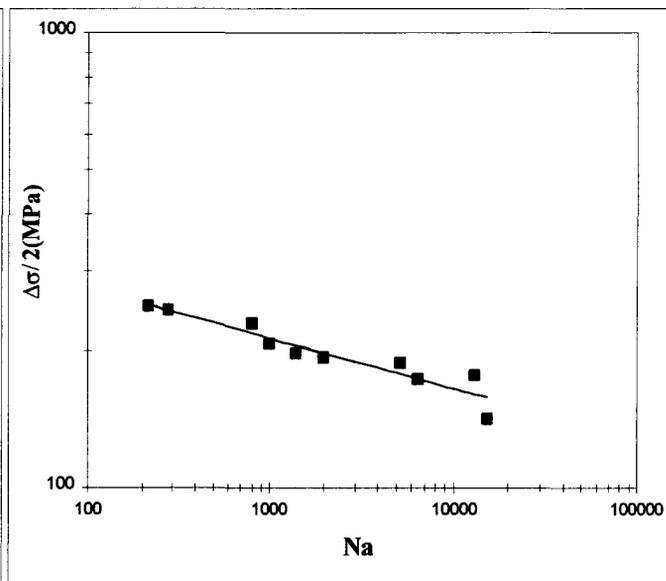
(b)

Amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles (a), du pourcentage de durée de vie (b).

V.3. Résistance à la fatigue



(a)



(b)

Courbe de Manson-Coffin (a), courbe de «pseudo» Wöhler (b).

ANNEXE 5: MATERIAU RF45

I. Traitement thermique

Le traitement thermique de normalisation-revenu d'origine du composant n'a pu être reproduit directement comme traitement de régénération. La différence entre le volume du collecteur traité avant sa mise en service et celui du matériau de référence dont nous disposons pour régénération est telle qu'une adaptation du traitement d'origine a été nécessaire. La microstructure du 10CD910, notamment sa fraction volumique ferrite-bainite et la nature de ses carbures, sont très sensibles respectivement à la vitesse de refroidissement lors de la normalisation et au temps de maintien du revenu. La précision de l'adaptation du traitement thermique d'origine à un petit volume de matériau a beaucoup d'importance.

Nous avons utilisé la méthode d'équivalence entre traitements thermiques, classiquement utilisée par les aciéristes, basée sur le module de fonderie K. Ce module est défini par Beeley [11] :

$$K=(V/A)^2$$

où A est la surface et V le volume de la pièce.

Pour une pièce de forme relativement simple, Murry [12] a montré que la durée de refroidissement lors d'une trempe est proportionnelle à ce module. Nous avons alors pu adapter les vitesses de montée et de descente en température aussi bien pour la normalisation que pour le revenu. La durée du revenu est définie en h/mm d'épaisseur par le constructeur. Elle a donc été calculée pour l'épaisseur de la pièce à traiter. Le temps de remise en solution a été estimé à 1h30 pour le volume traité. Les traitements thermiques d'origine et de régénération sont décrits en Figure 11. (Il faut noter que la durée de la normalisation lors du traitement d'origine n'a pas été précisée)

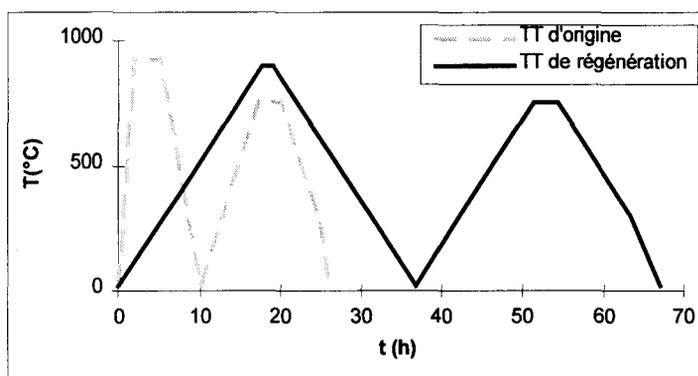


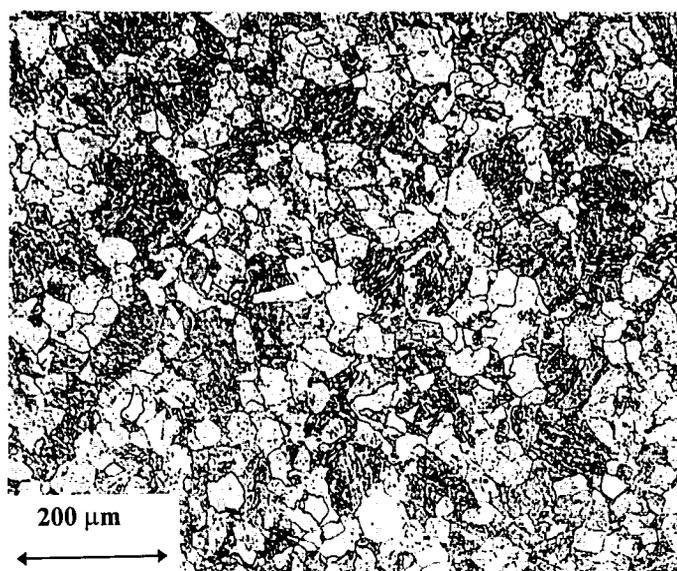
Figure 11 : Schémas des traitements thermiques d'origine pour le collecteur et de régénération pour une petite portion du collecteur.

II. Composition chimique (pourcentages massiques)

C	S	P	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Nb	Ti	Cu	V	Fe
0,11	0,026	0,014	0,35	0,48	0,11	2,24	1,05	<0,01	<0,01	0,19	<0,01	bal

III. Caractérisation microstructurale générale

	Bainite	Ferrite
% volumique	55	45
taille grains (μm)	70	40



Micrographie optique

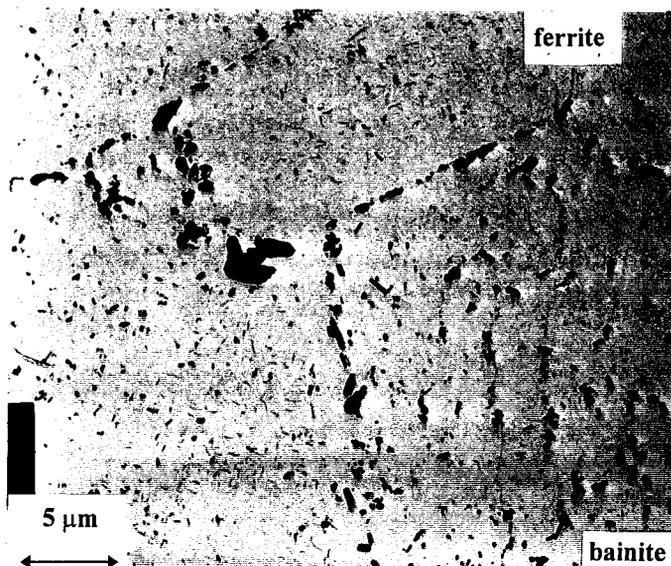
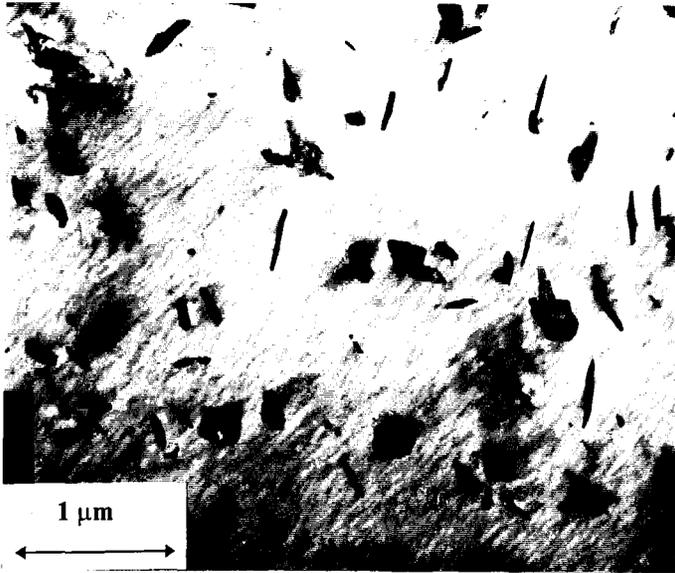


Image MET sur réplique d'extraction

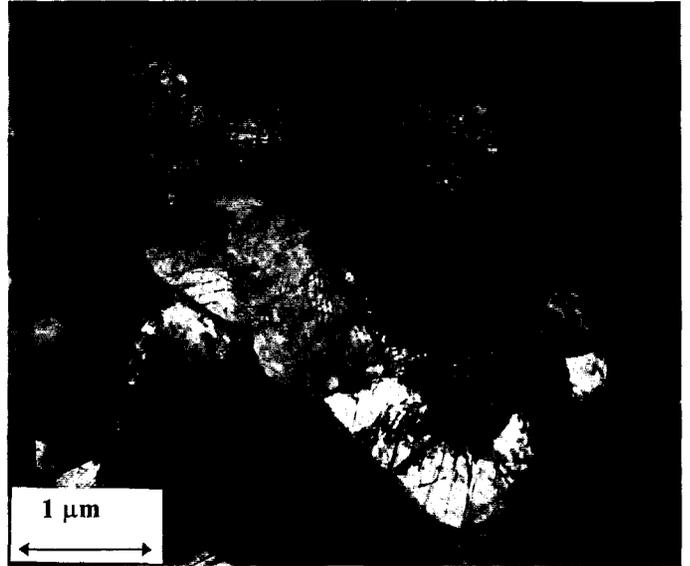
III.1. Précipitation

Carbure	M_2C	M_2C	M_6C	M_7C_3	$M_{23}C_6$
localisation	ferrite	bainite	bainite	bainite joints de grain	bainite joints de grain
morphologie	plaquette	plaquette	diverse	globule	parallélépipède
taille (μm)	$\approx 0,3$	$\approx 0,5$	(<3)	≈ 1	<5
fréquence	nombreux	rare	très rare	très nombreux	nombreux
Cr (%at)	31,26 ($\pm 7,05$)	15,17 ($\pm 1,76$)	4,97 ($\pm 0,49$)	44,55 ($\pm 5,18$)	27,04 ($\pm 1,97$)
Fe (%at)	5,14 ($\pm 1,78$)	6,22 ($\pm 1,10$)	35,91 ($\pm 2,71$)	43,04 ($\pm 4,67$)	58,77 ($\pm 2,90$)
Mo (%at)	58,90 ($\pm 8,24$)	73,15 ($\pm 5,58$)	54,51 ($\pm 2,77$)	8,09 ($\pm 3,28$)	10,46 ($\pm 3,18$)
Mn (%at)	2,97 ($\pm 1,77$)	3,61 ($\pm 2,25$)	1,44 ($\pm 0,24$)	3,66 ($\pm 0,62$)	3,18 ($\pm 0,60$)
Si (%at)	1,72 ($\pm 0,83$)	1,79 ($\pm 1,12$)	0,66 ($\pm 0,25$)	0,66 ($\pm 0,25$)	0,56 ($\pm 0,13$)

III.2. Structures de dislocations



Micrographie obtenue par MET de la ferrite



Micrographie obtenue par MET de la bainite

IV. Dureté et microdureté

HV30	HV(50g) Bainite	HV(50g) Ferrite
144 (±3)	197 (±5)	160 (±9)

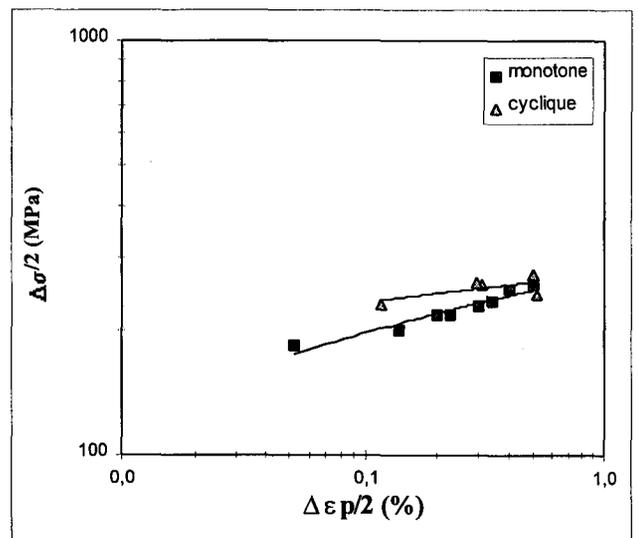
V. Caractéristiques mécaniques en traction monotone à 565°C

E (GPa)	Rm (MPa)	Rp _{0,2%} (MPa)	A (%)	Z (%)
202	306	180	36	60

VI. Comportements en fatigue oligocyclique à chaud

VI.1. Résultats globaux

$\Delta\varepsilon_t$ (%)	$\Delta\varepsilon_p$ (%)	$\Delta\varepsilon_e$ (%)	$\Delta\sigma/2$ (MPa)	N_a
0,39	0,23	0,16	226	4800
0,39	0,23	0,16	231	4000
0,79	0,61	0,18	258,5	1200
0,79	0,59	0,20	261	1400
1,20	1,00	0,20	273,5	400
1,19	1,03	0,16	243,5	600
1,97	1,76	0,21	284,5	200
1,97	1,74	0,23	292	206



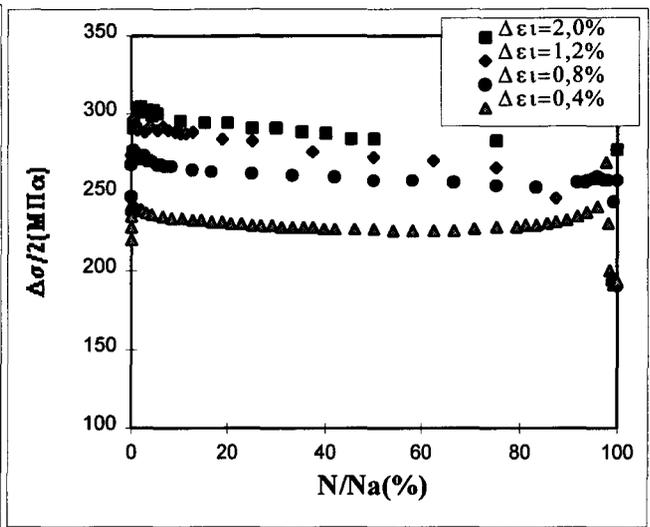
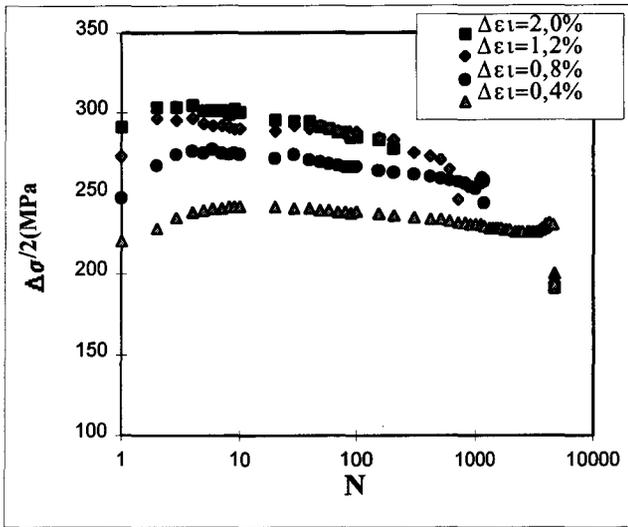
(a)

(b)

Tableau récapitulatif de la variation des déformations totale ($\Delta\varepsilon_t$), plastique ($\Delta\varepsilon_p$) et élastique ($\Delta\varepsilon_e$) et de l'amplitude de la contrainte ($\sigma/2$) à mi-durée de vie et du nombre de cycles à rupture (N_a) (a).

Courbes d'écroutissage cyclique et monotone (b).

VI.2. Accommodation cyclique

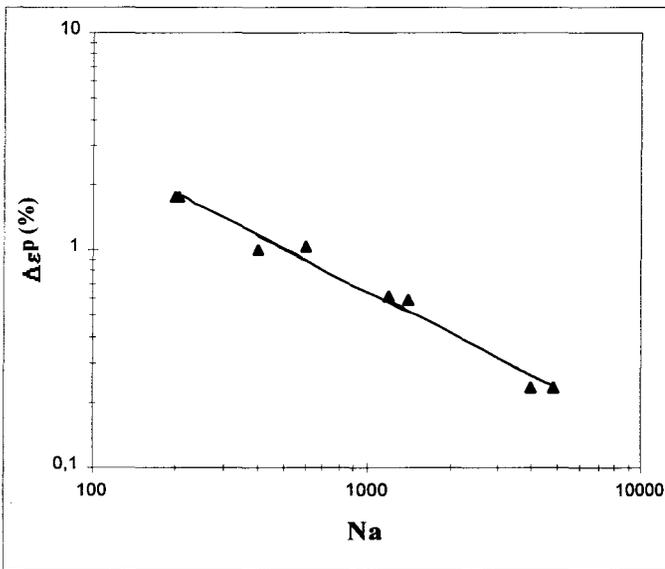


(a)

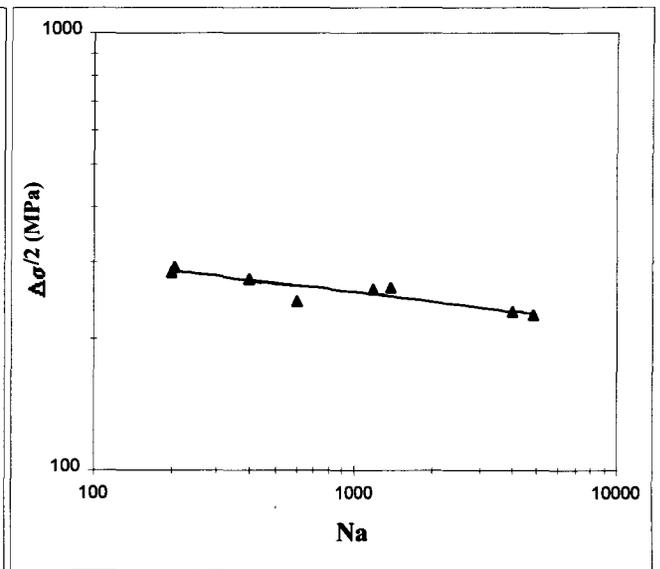
(b)

Amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles (a), du pourcentage de durée de vie (b).

VI.3. Résistance à la fatigue



(a)



(b)

Courbe de Manson-Coffin (a), courbe de «pseudo» Wöhler (b).

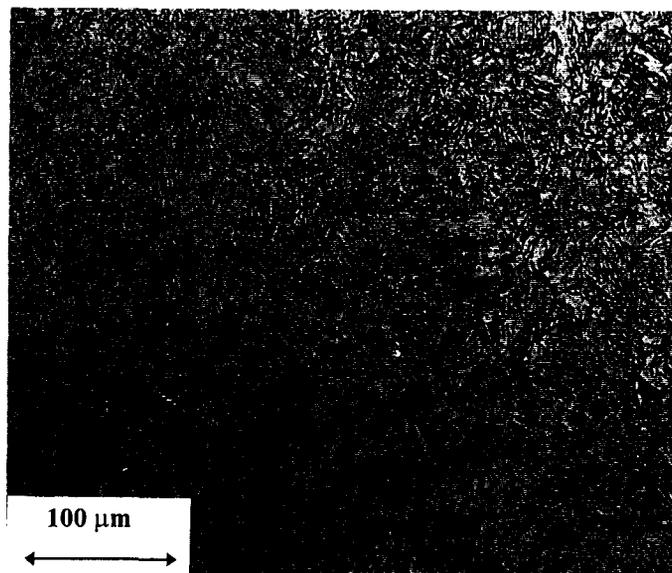
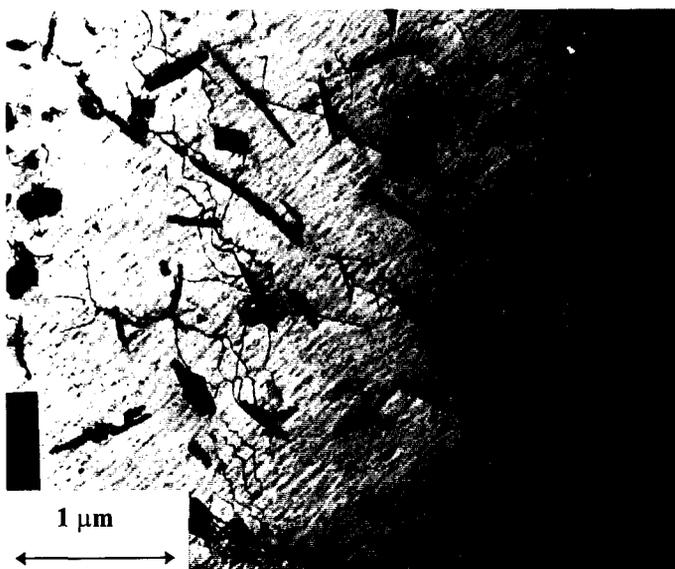
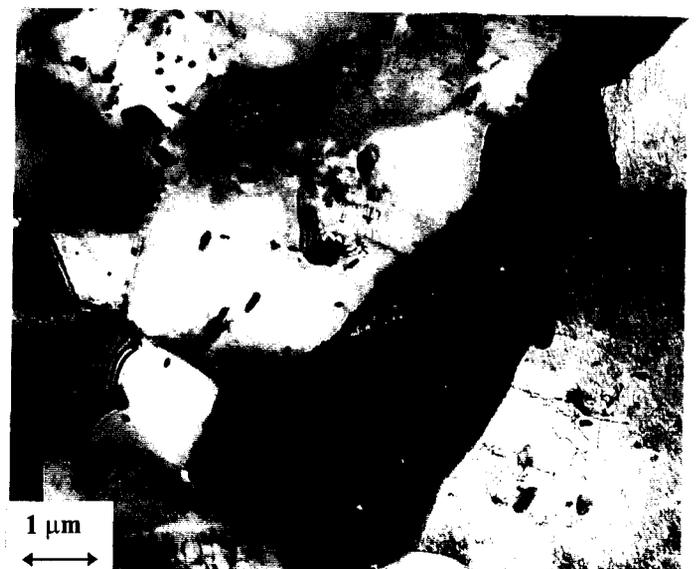
ANNEXE 6 : MATERIAU RF12

I.Composition chimique (pourcentages massiques)

C	S	P	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Nb	Ti	Cu	V	Fe
0,11	0,026	0,014	0,35	0,48	0,11	2,24	1,05	<0,01	<0,01	0,19	<0,01	bal

II.Caractérisation microstructurale générale

	Bainite	Ferrite
% volumique	85	15
taille grains (μm)	40	30

*Micrographie optique**Micrographie obtenue par MET de la ferrite**Micrographie obtenue par MET de la bainite*

III. Caractéristiques mécaniques en traction monotone à 565°C

E (GPa)	Rm (MPa)	Rp _{0,2%} (MPa)	A (%)	Z (%)
-	-	240 *	-	-

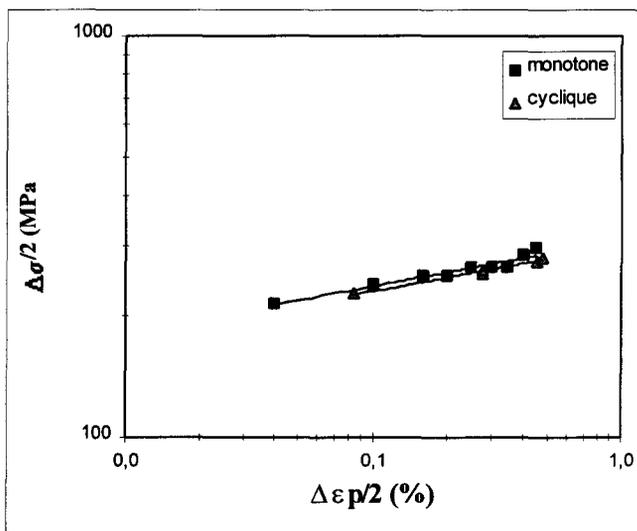
* : valeur calculée à partir du premier quart de cycle lors d'essais de fatigue oligocyclique à 565°C.

IV. Comportements en fatigue oligocyclique à chaud

IV.1. Résultats globaux

$\Delta\epsilon_t$ (%)	$\Delta\epsilon_p$ (%)	$\Delta\epsilon_e$ (%)	$\Delta\sigma/2$ (MPa)	N_a
0,39	0,17	0,23	232	7200
0,40	0,17	0,23	228	6060
0,80	0,56	0,24	255	1700
0,80	0,56	0,24	260	1584
1,20	0,92	0,28	275	868
1,20	0,96	0,24	280	936
2,00	1,68	0,32	280	280
2,00	1,71	0,29	267	249

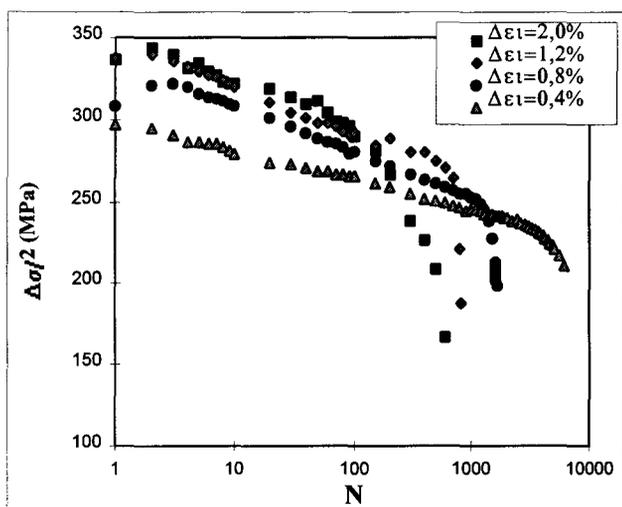
(a)



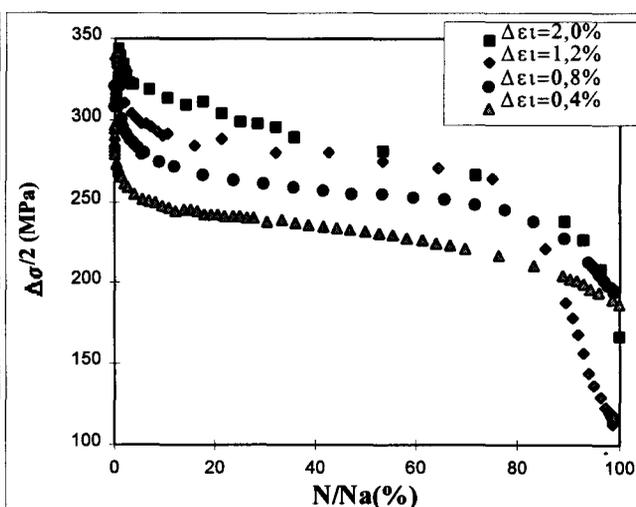
(b)

Tableau récapitulatif de la variation des déformations totale ($\Delta\epsilon_t$), plastique ($\Delta\epsilon_p$) et élastique ($\Delta\epsilon_e$) et de l'amplitude de la contrainte ($\sigma/2$) à mi-durée de vie et du nombre de cycles à rupture (N_a) (a).
 Courbes d'érouissages cyclique et monotone (b).

IV.2. Accommodation cyclique



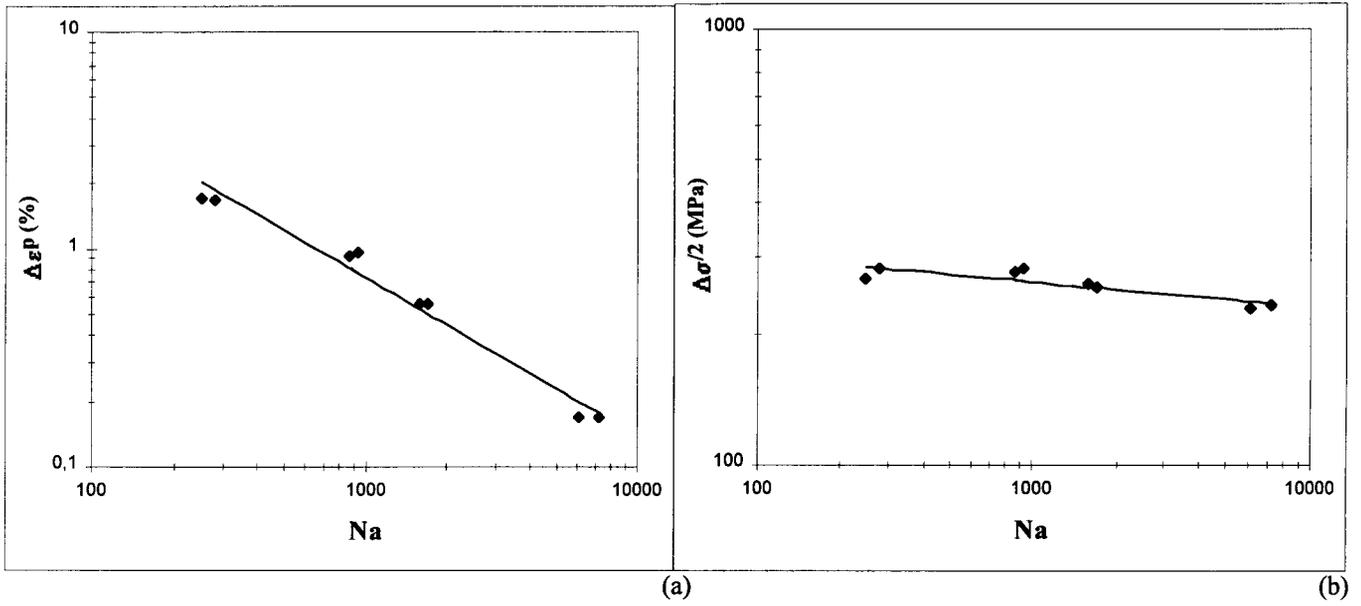
(a)



(b)

Amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles (a), du pourcentage de durée de vie (b).

IV.3. Résistance à la fatigue



Courbe de Manson-Coffin (a), courbe de «pseudo» Wöhler (b).

ANNEXE 7 : MATERIAU VF95

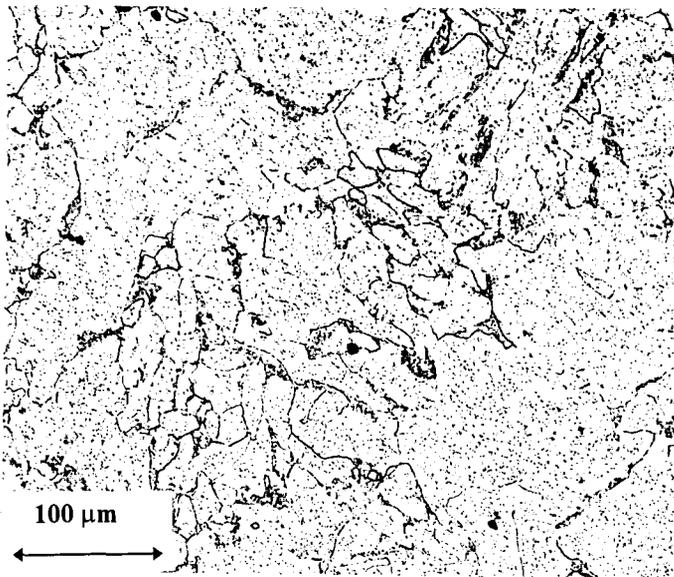
Le deuxième matériau vieilli en service dont nous disposons est un 10CD.910 extrait d'une tuyauterie de vapeur surchauffée (T=565°C, P=165bar) après 110 000h de service.

I. Composition chimique (pourcentages massiques)

C	S	P	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Nb	Ti	Cu	V	Fe
0,069	0,013	0,023	0,43	0,47	0,100	2,35	1,16	0,01	-	-	0,01	bal

II. Caractérisation microstructurale générale

	Bainite	Ferrite
% volumique	95	5
taille grains (µm)	60	10



Micrographie optique

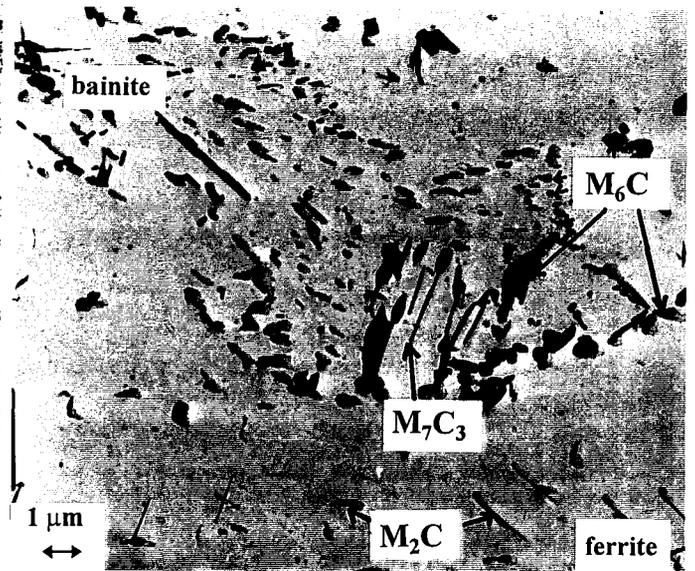
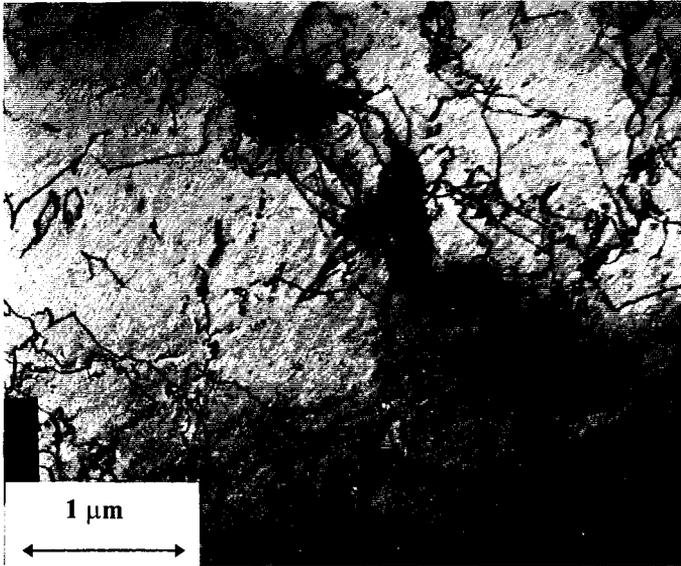


Image MET sur réplique d'extraction

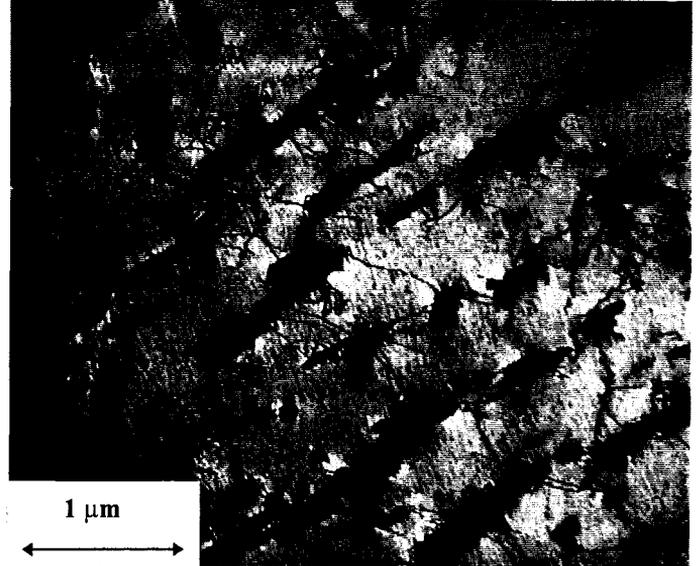
II.1. Précipitation

Carbure	M ₂ C	M ₆ C	M ₇ C ₃
localisation	ferrite	bainite, joints de grain	bainite, joints de grain
morphologie	plaquette	globule	parallélépipède
taille (µm)	≈0,5 (long)	moyen	courts et longs
fréquence	nombreux	nombreux	très nombreux
Cr (%at)	20,32 (±4,48)	8,63 (±4,06)	46,86 (±4,16)
Fe (%at)	2,11 (±0,62)	31,86 (±4,43)	33,61 (±2,11)
Mo (%at)	75,24 (±5,10)	57,32 (±2,66)	12,4 (±3,28)
Mn (%at)	1,21 (±0,40)	1,62 (±0,34)	5,89 (±0,56)
Si (%at)	1,12 (±0,16)	6,56 (±0,71)	1,25 (±0,62)

II.2. Structures de dislocations



Micrographie obtenue par MET de la ferrite



Micrographie obtenue par MET de la bainite

III. Dureté et microdureté

HV30	HV(50g) Ferrite
130±9)	160±10

IV. Caractéristiques mécaniques en traction monotone

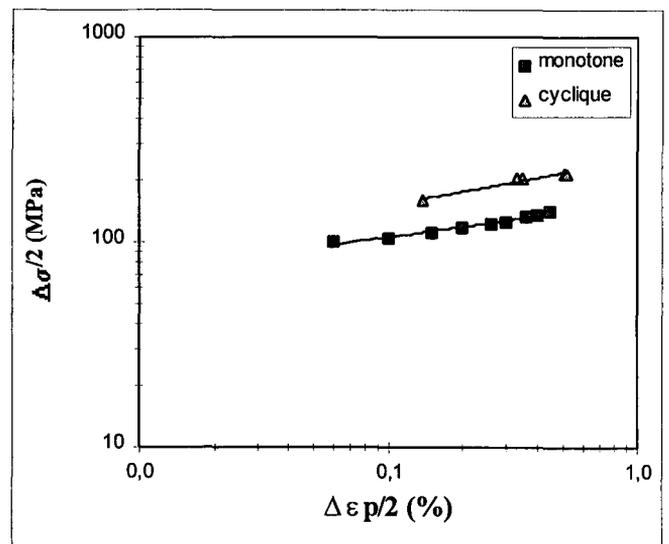
	E (GPa)	Rm (MPa)	Rp _{0,2%} (MPa)	A (%)	Z (%)
Tamb	210	437	166	36	71
T=565°C	125	240	101	-	77

V. Comportements en fatigue oligocyclique à 565°C

V.1. Résultats globaux

$\Delta\varepsilon_t$ (%)	$\Delta\varepsilon_p$ (%)	$\Delta\varepsilon_e$ (%)	$\Delta\sigma/2$ (MPa)	N_a
0,40	0,29	0,11	178,5	2600
0,40	0,27	0,13	159	4900
0,80	0,70	0,10	204	1300
0,80	0,66	0,14	204	1100
1,20	1,02	0,18	212,5	700
1,19	1,04	0,15	214	790
2,00	1,75	0,25	211	503
2,00	1,75	0,25	213	446

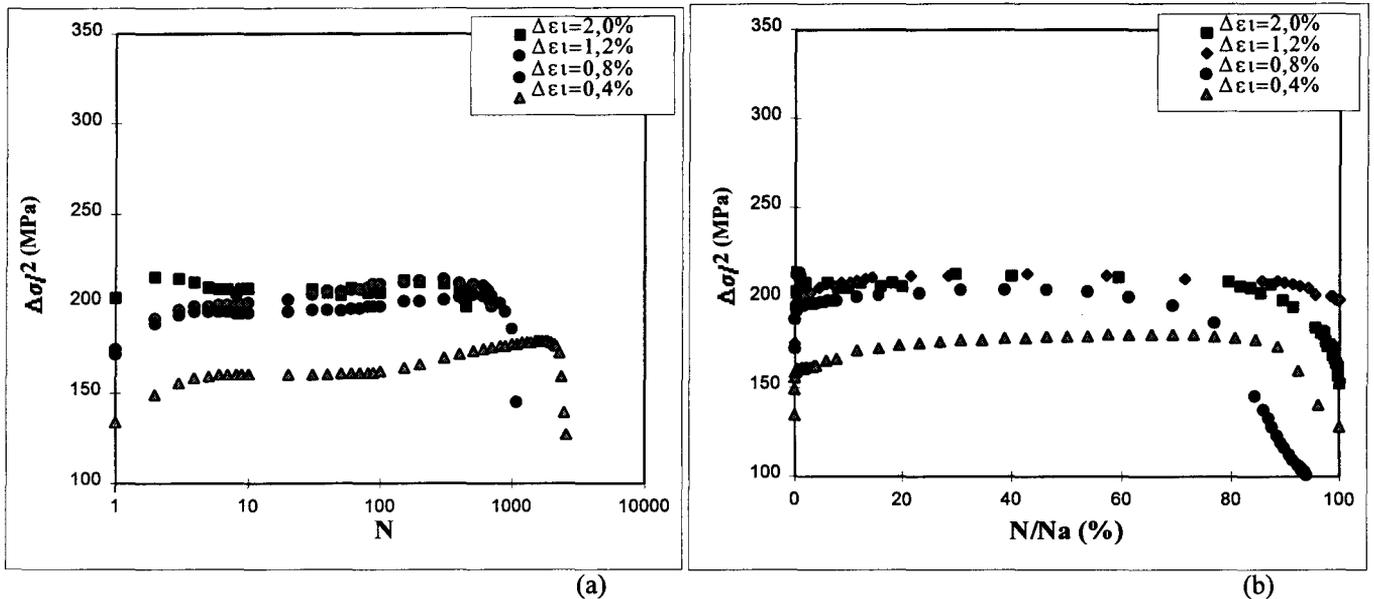
(a)



(b)

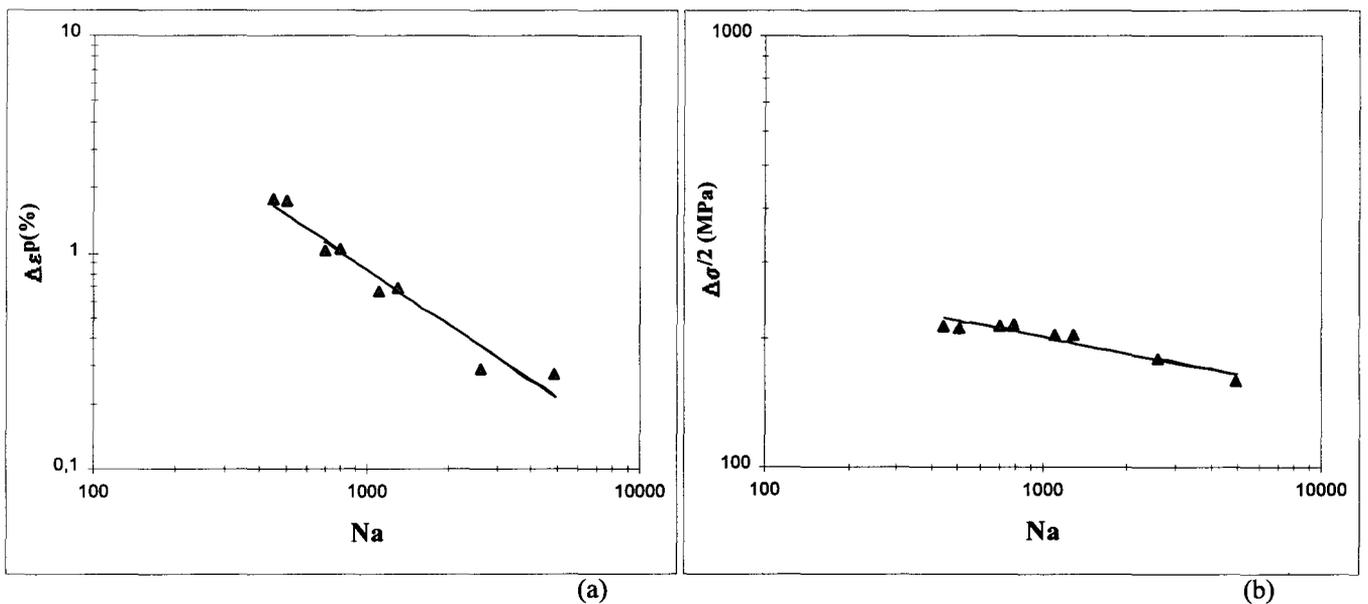
Tableau récapitulatif de la variation des déformations totale ($\Delta\varepsilon_t$), plastique ($\Delta\varepsilon_p$) et élastique ($\Delta\varepsilon_e$) et de l'amplitude de la contrainte ($\sigma/2$) à mi-durée de vie et du nombre de cycles à rupture (N_a) (a).
Courbes d'érouissages cyclique et monotone (b).

V.2. Accommodation cyclique



Amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles (a), du pourcentage de durée de vie (b).

V.3. Résistance à la fatigue



Courbe de Manson-Coffin (a), courbe de «pseudo» Wöhler (b).

ANNEXE 8 : MATERIAU VF85

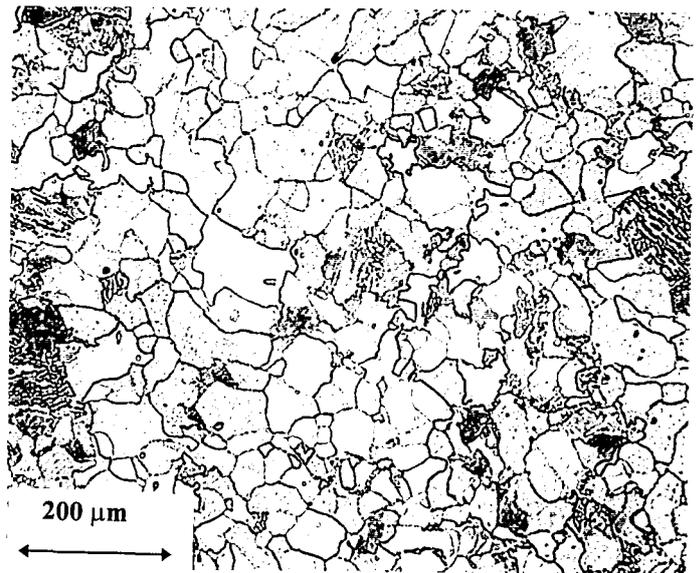
Le troisième matériau vieilli en service dont nous disposons est un 10CD910 extrait d'un collecteur SHT (T=565°C, P=30bar) après 140 000h de service.

I.Composition chimique (pourcentages massiques)

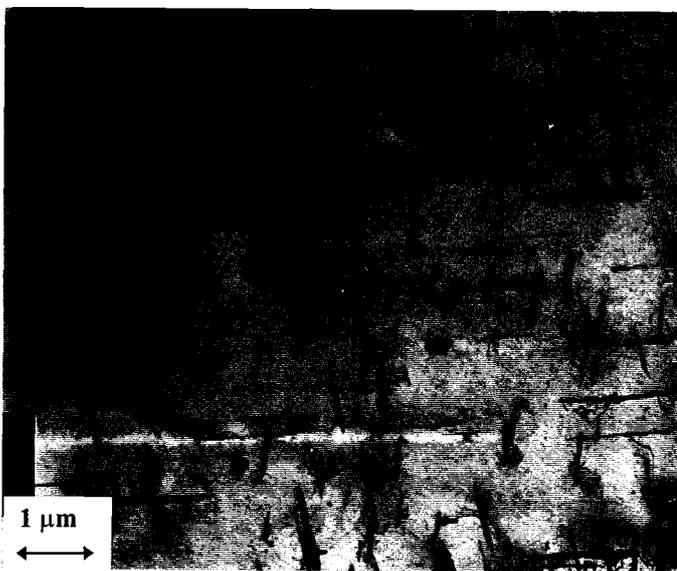
C	S	P	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Nb	Ti	Cu	V	Fe
0,098	0,020	0,015	0,45	0,38	0,24	2,52	0,98	<0,01	<0,01	0,12	<0,01	bal

II.Caractérisation microstructurale générale

	Bainite	Ferrite
% volumique	15	85
taille grains (µm)	70	40



Micrographie optique



Micrographie obtenue par MET de la ferrite



Micrographie obtenue par MET de la bainite

III. Caractéristiques mécaniques en traction monotone à 565°C

E (GPa)	Rm (MPa)	Rp0,2% (MPa)	A (%)	Z (%)
-	-	154*	-	-

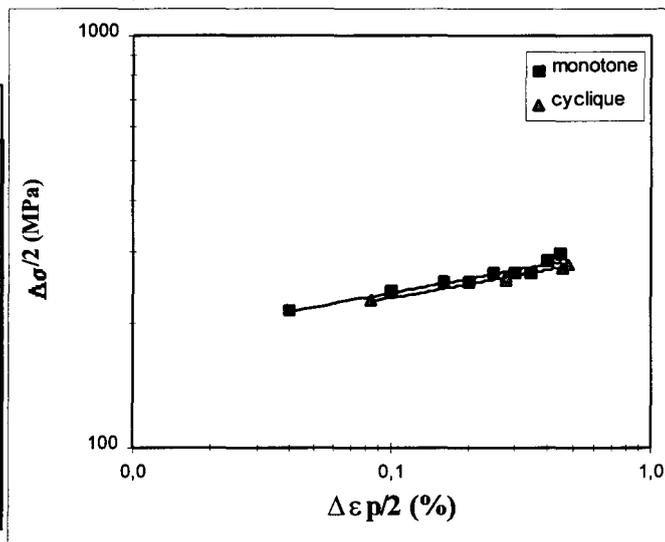
* : valeur calculée à partir du premier quart de cycle lors d'essais de fatigue oligocyclique à 565°C.

IV. Comportements en fatigue oligocyclique à chaud

IV.1. Résultats globaux

$\Delta\epsilon_t$ (%)	$\Delta\epsilon_p$ (%)	$\Delta\epsilon_e$ (%)	$\Delta\sigma/2$ (MPa)	N_a
0,40	0,25	0,15	188	3676
0,40	0,24	0,16	180,5	4609
0,80	0,63	0,17	204	1600
0,79	0,62	0,17	208	980
1,20	1,04	0,16	220	631
1,18	1,03	0,15	227	700
2,00	1,79	0,21	228,5	360

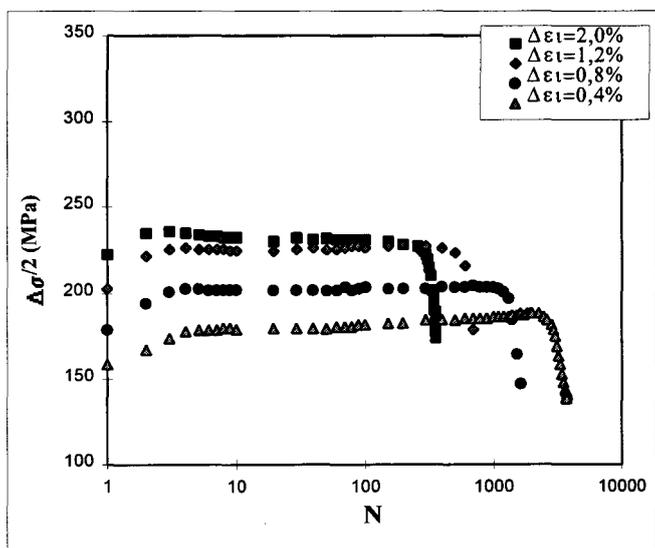
(a)



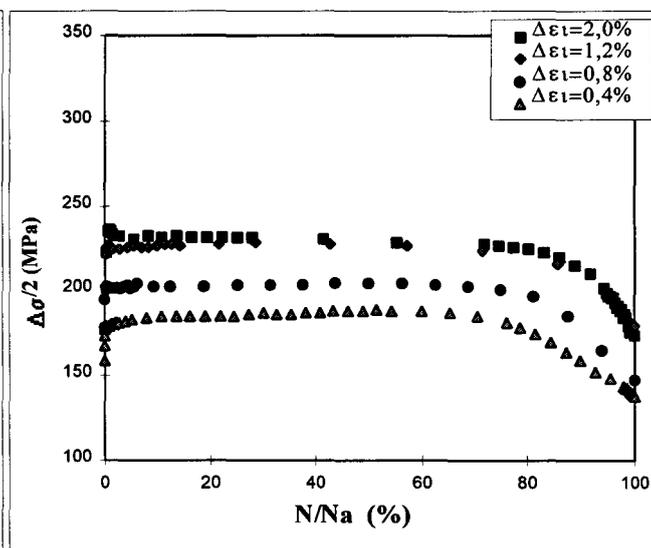
(b)

Tableau récapitulatif de la variation des déformations totale ($\Delta\epsilon_t$), plastique ($\Delta\epsilon_p$) et élastique ($\Delta\epsilon_e$) et de l'amplitude de la contrainte ($\sigma/2$) à mi-durée de vie et du nombre de cycles à rupture (N_a) (a).
Courbes d'érouissages cyclique et monotone (b).

IV.2. Accommodation cyclique



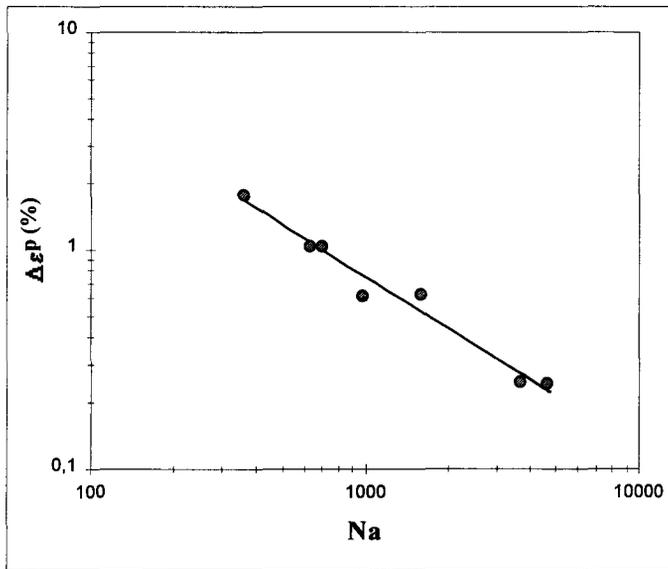
(a)



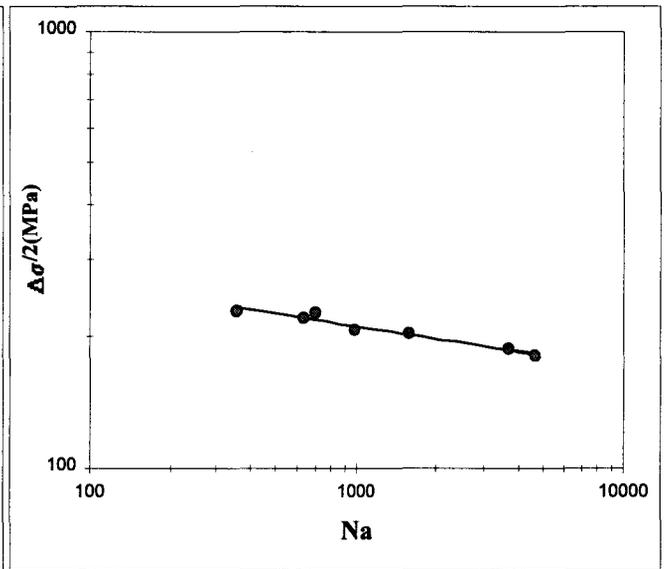
(b)

Amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles (a), du pourcentage de durée de vie (b).

IV.3. Résistance à la fatigue



(a)



(b)

Courbe de Manson-Coffin (a), courbe de «pseudo» Wöhler (b).

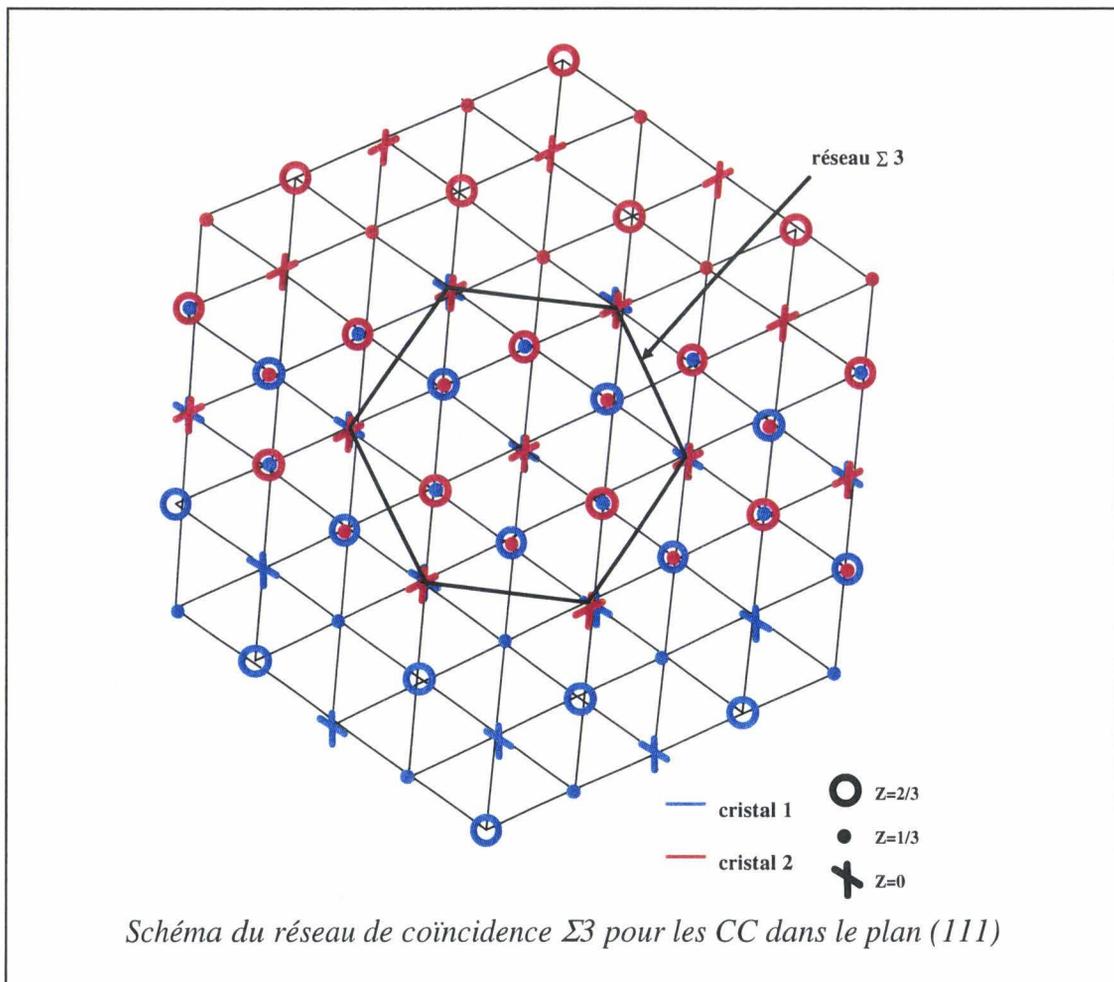
ANNEXE 9 : METHODE DE NOMINATION D'UN JOINT DE GRAIN : RESEAU DE COINCIDENCE

Un joint de grain (ou sous-joint) est formé de deux cristaux adjacents. Pour caractériser le joint de grain, il est nécessaire de déterminer les 5 degrés de liberté qui le définissent :

- deux degrés de liberté pour l'axe de désorientation,
- un degré de liberté pour l'angle de désorientation,
- deux degrés de liberté pour le plan de l'interface.

En pratique, nous déterminerons expérimentalement une matrice de rotation, qui permet de fournir l'axe et l'angle de rotation.

Pour certaines paires (axe, angle), il existe un réseau de sites communs aux réseaux des deux cristaux (1 et 2) en contacts : c'est le réseau de coïncidence (Coincidence Site Lattice : CSL). La maille primitive du réseau de coïncidence est une maille multiple commune aux deux réseaux 1 et 2. Le joint est alors noté Σn , où n est défini comme le rapport des volumes de la maille primitive du réseau de coïncidence à celle des réseaux en coïncidence. Il correspond au nombre de neux du cristal 1 ou 2 contenus dans la maille multiple commune. (Si les mailles primitives 1 et 2 n'ont pas le même volume, deux valeurs caractérisent la relation de coïncidence Σn_1 et Σn_2).



Références.

- 1 : Contrat EDF-Insa de Lyon, CERD RNE 413. *Etude de la relation entre l'effet Barkhausen et l'endommagement par fatigue d'aciers au carbone.*
- 2 : **J.F. Coste, J.M. Leborgne, J.P. Massoud, O. Grisot, S. MiIoudi, R. Borelly.** *La thermoélectricité et l'évaluation du vieillissement thermique des aciers austéno-ferritiques et du dommage d'irradiation neutronique dans les aciers ferritiques.* Workshop EPRI, 1997.
- 3 : **J.F. Coste, J.P. Massoud, V. Prunier.** *Non-Destructive Characterisation of Materials Damage : Examples of R&D at EDF.* Ed : J. H. Edwards. Pub : EMAS Publishing, 1998, pp. 11-18.
- 4 : **T. Lepistö, J.Yli-Kaupilla, P. Kettunen, P. Hautojärvi.** *Voids in fatigued single crystals.* Phys. stat. sol. a, 67, 1981, pp. K93-K97.
- 5 : **M. Uchida, K. Yoshida, Y.G. Nakagawa, A.J.Allen, A.D. Whapham.** *Application of positron annihilation to fatigue and plastic damage detection in SA508 and type 304 steels.* Non Destructive Testing Evaluation, 7, 1992, pp. 83-91.
- 6 : **E. Frely.** *Etude des interactions entre effets d'irradiation et effets d'ordre chimique dans les alliages ternaires Ni-Cr-Fe.* Rapport CEA-R-5756, 1997.
- 7 : **J. Polak.** *Cyclic plasticity and low cycle fatigue life of metals.* Elsevier, 1991.
- 8 : **R.A. Schwarzer, S. Zaefferer.** *An Inexpensice Camera CCD System for the Recording and on-line Interpretation of TEM Kikuchi Patterns.* Materials Science Forum, 157-162, 1994, pp. 189-194.
- 9 : **S. Zaefferer, R.A. Schwarzer.** *On-line Determination of Deformation Systems for Cubic and Hexagonal Materials with the TEM.* Materials Science Forum, 157-162, 1994, pp. 247-246.
- 10 : **S. Zaefferer, R.A. Schwarzer.** *On-line Interpretation of Spot and Kikuchi Patterns.* Materials Science Forum, 157-162, 1994, pp. 247-250.
- 11 : **P. R. Beeley.** *Solidification and Casting of Metals.* Publ. Metals Society, 1979, p.139
- 12 : **G. Murry.** *Mémoires Scientifiques et Revue de Métallurgie*, 68, (12), 1971, p.817.

