N° d'ordre 2946

THESE

Présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

Ecole Doctorale des Sciences de la Matière, du Rayonnement et de l'Environnement UFR de PHYSIQUE

Pour obtenir le Tilre de

DOCTEUR

Discipline : Sciences des Matériaux

par

José Balbino LEON SOSA Ingénieur Métallurgiste de l'Université Centrale du Vénézuéla

ANALYSE DU COMPORTEMENT EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE A CHAUD D'ACIERS 10 CD 9.10 : INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE ET DE L'ENVIRONNEMENT

Soutenue à Lille le 28 mai 2001 devant la Commission d'Examen :

J. FOCT	Profe_ eur, USTL	Président
G. METAUER	Professeur, INP Lorraine Nancy	Rapporteur
P. D. PORTELLA	Chef de département BAM Berlin	Rapporteur
A. IOST	Professeur, ENSAM Lille	Examinateur
J. B. VOGT	Professeur, ENSCL	Directeur de Thèse

REMERCIEMENTS

Tout d'abord, je remercie le Laboratoire de Métallurgie Physique et Génie des Matériaux (LMPGM) UMR-CNRS 8517 de l'Université de Sciences et Technologies de Lille étant mon laboratoire d'accueil, je remercie son directeur Monsieur J. Foct d'avoir examiné mon travail et d'avoir participé au bon déroulement de mon séjour aussi bien au laboratoire qu'en France.

Je tiens tout particulièrement à remercier mon directeur de thèse : Monsieur J.-B. Vogt pour son amitié, sa disponibilité et son soutien permanent sur les plans scientifique et moral au cours de ma thèse particulièrement à la confiance déposé sur ma personne.

Je remercie messieurs P. Portella et G. Metauer, 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.

Je tiens aussi à remercler messieurs A. Legris et A. lost pour l'aide et les différents idées apportés a ce travail.

Pour autre part je remerciar aussi à tous mes amis thésards (Karem, Pascal, Jêromme, Gregory Nicaise et Gregory Dupuis) pour son amitié et pour son temps. Tout aussi a tout le personnel du LMPGM (Mme Olivier, Isabelle, Nicole et Delfine) spécialement M. Lucien Andries.

Enfin je remercie Yobiris pour sont soutien à tout moment .

SOMMAIRE GENERAL

ANALYSE DU COMPORTEMENT EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE A CHAUD D'ACIERS 10 CD 9.10 : INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE ET DE L'ENVIRONNEMENT

CHAPITRE I : INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE SUR LE COMPORTEMENT EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE D'ACIERS 10 CD 9.10

I.1	INTRODUCTION DU CHAPITRE I	9
I.2	ORIGINE DU PROBLEME	9
I.3	DESCRIPTION DE LA MICROSTRUCTURE ET DU COMPORTEMENT	
	MECANIQUE DES ACIERS 10 CD 9.10	12
I.4. –	DESCRIPTION DU COMPORTEMENT EN FATIGUE OLIGOCYLIQUE	
	DES ACIERS 10 CD 9.10	22
I.5	PRESENTATION DES ACIERS 10 CD 9.10	27
I.6	TECHNIQUES EXPERIMENTALES	31
I.7	INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE SUR LE COMPORTEMENT	
	EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE A CHAUD DE L'ACIER 10 CD 910	36
I.8	CONCLUSIONS	53
	REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	54

CHAPITRE II : COMPORTEMENT EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE A CHAUD ET SOUS VIDE D'ACIERS 10 CD 9.10 INFLUENCE DE L'OXYDATION

II.1	INTRODUCTION	65
П.2	OXYDATION.	66
II.3	INFLUENCE D'UN MILIEU OXYDANT SUR LE COMPORTEMENT	
	EN FATIGUE DES MATERIAUX METALLIQUES	68
II.4	TECHNIQUES EXPERIMENTALES	72
II.5	INFLUENCE DE L'OXYDATION SUR LE COMPORTEMENT EN	
	FATIGUE OLIGOCYCLIQUE A CHAUD DE L'ACIER 10 CD 9.10	80
II.6	CARACTERISATION DES COUCHES D'OXYDE FORMEES EN	
	COURS DE CYCLAGE	94
II.7	INFLUENCE D'UNE COUCHE D'OXYDE SUR LA FATIGUE	
	OLIGOCYCLIQUE SOUS VIDE D'ACIERS 10 CD 9.10	99
II.8	CONCLUSIONS	104
	REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	106

CHAPITRE III : COMPORTEMENT DE FISSURES COURTES DES ACIERS 10 CD 9.10 SOUS FATIGUE OLIGOCYCLIQUE A CHAUD

*
129
141
149
153

Liste des abréviations et des symboles employés

10 CD 9.10 : V35F : V85F :	nom (Norme AFNOR) de l'acier 2.25%Cr – 1% Mo acier 10 CD 9.10 contenant 35% de ferrite vieilli 150 000h à 565°C acier 10 CD 9.10 contenant 85% de ferrite vieilli 140 000h à 565°C
R5F :	acier 10 CD 9.10 régénéré « non vieilli » contenant 5% de ferrite
R45F :	acier 10 CD 9.10 régénéré « non vieilli » contenant 45% de ferrite
N60F :	acier 10 CD 9.10 provenant d'un fournisseur d'acier contenant 5% de ferrite
SHT :	surchauffeur haute température
RHT :	resurchauffeur haute température
TRC :	transformation en refroidissement continu
TTT :	transformation-temps-température
BPG :	bande persistante de glissement
MO :	microscopie optique
MEB : MET :	microscopie électronique à balayage microscopie électronique à transmission
EDX :	energy dispersive X ray

Fatigue oligocyclique :

ε _{max} : (%)	déformation maximale
ε_{\min} : (%)	déformation minimale
$\Delta \varepsilon = \varepsilon_{max} - \varepsilon_{min}$ (%)	variation de déformation
Δε/2 : (%)	amplitude de déformation
$\Delta \varepsilon_{t}, \Delta \varepsilon_{p}, \Delta \varepsilon_{c}$: (%)	variation de déformation totale, plastique, élastique
$R_{\epsilon} = \epsilon_{max} / \epsilon_{min}$	rapport de déformation
$\dot{\varepsilon}$: (S ⁻¹)	vitesse de déformation
Omax :	contrainte maximale
σ _{min} :	contrainte minimale
$\Delta \sigma = \sigma_{max} - \sigma_{min}$:	variation de contrainte
Δσ/2 :	amplitude de contrainte
σa:	amplitude de contrainte mesurée à mi - durée de vie
$\Delta \sigma_{max}$:	amplitude maximale de contrainte
N :	nombre de cycles
N _r :	nombre de cycles à rupture

fis/mm ² :	densité de	e fissures	par mm ²
*1946749769 8			

Introduction

INTRODUCTION GENERALE

Les aciers 10 CD 9.10 (2.25% Cr – 1% Mo) ont été amplement employés à partir des années 50 pour la construction des corps épais dans les centrales thermiques de production d'électricité. Le choix de cet alliage est la conséquence de ses bonnes propriétés mécaniques à haute température et son faible coût de fabrication.

La production d'électricité par les centrales nucléaires a complètement modifié le mode d'utilisation des centrales thermiques « classiques ». Dans le contexte actuel, leur fonctionnement est limité à des demandes complémentaires d'électricité couverte par le réseau de base. Ce changement de stratégie d'utilisation a eu comme conséquence directe un mode de sollicitation des composants différent de celui initialement prévu. De nouvelles études ont été mises en place pour évaluer l'endommagement dans ces condit'ons et ré-estimer les durées de vie des matériaux employés dans la construction de ces centrales. En particulier, des contrôles sur site ont montré une importante dégradat m de certains composants par fatigue thermique.

Ce travail concerne l'étude du comportement en fatigue à chaud de l'acier 10 CD 9.10. Elle fait partie intégrante d'un programme de recherche soutenu par EDF[®] et fait suite aux travaux de thèse de Sylvie Argillier. Dans son travail, S. Argillier a mis au point un indicateur d'endommagement par fatigue développé sur la base d'analyse de la microstructure d'aciers 10 CD 9.10. Notre contribution dans ce domaine se situe plus à l'échelle mésoscopique et concerne les mécanismes d'amorçage des fissures courtes.

Le chapitre I porte sur l'évaluation du rôle de la microstructure sur le comportement en fatigue oligocyclique à chaud. Dans un premier temps, nous avons identifié les nuances de l'acier 10 CD 9.10 en fonction de leur histoire thermique et de leur microstructure. Ensuite, l'analyse s'effectue vis à vis des propriétés en fatigue oligocyclique à chaud et nous déterminons les différents comportements relatifs à la microstructure analysée.

[•] EDF : Electricité de France

L'utilisation de la microscopie électronique à transmission nous a permis d'identifier les paramètres microstructuraux qui contrôlent l'accommodation de la plasticité cyclique. Des essais supplémentaires ont été réalisés pour appécier l'influence de la vitesse de déformation et de la relaxation.

Le chapitre II est consacré à l'estimation du comportement en fatigue d'aciers 10 CD 9.10 à chaud et sous vide. Pour cela nous avons conçu et construit un montage de fatigue oligocyclique fonctionnant sous vide à chaud. Ensuite, une matrice d'essais a été effectuée sur deux nuances d'acier 10 CD 9.10 vieillis, en moyenne 150 000 h en service, à structure majoritairement ferritique et ferrito-bainitique.

Une caractérisation de la couche d'oxyde formée par l'environnement oxydant a été effectuée à l'aide de la diffraction des rayons X et par spectrométrie EDX.

L'analyse des différents résultats a porté sur l'influence d'une atmosphère oxydante et d'un environnement sous vide vis à vis de la microstructure et par rapport à l'amorçage et à la propagation des fissures courres dans les matériaux.

Finalement, le chapitre III étudie le comportement des fissures courtes générées sous fatigue oligocyclique à chaud à l'air et sous vide Pour cela, nous avons travaillé sur les deux nuances évoquées au chapitre précédent. L'analyse des comportements des fissures courtes a été effectuée à partir de mesures de densité de fissures observées en surface et en volume de l'échantillon. La nature des sites d'amorçage de fissures a été spécialement prise en compte pour comparer les deux nuances étudiées.

Chaque chapitre comporte les éléments bibliographiques, procédures expérimentales, résultats et discussion des résultats relatifs aux situations étudiées.

Chapitre I

SOMMAIRE DU CHAPITRE I

INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE SUR LE COMPORTEMENT EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE D'ACIERS 10 CD 9.10

I.1	INTRODUCTION	9
I.2	ORIGINE DU PROBLEME	9
I.3	DESCRIPTION DE LA MICROSTRUCTURE ET DU COMPORTEMENT	
	MECANIQUE DES ACIERS 10 CD 9.10	12
	I.3.1 Identification des différentes microstructures	
	des aciers 10 CD 9.10	13
	I.3.2 Description de la microstructure des aciers 10 CD 9.10	
	ferrito-bainitiques	15
	I.3.3 Influence de la composition chimique sur la microstructure	
	des aciers 10 CD 9.10	17
	I.3.4- Influence d'un maintien en température sur la microstructure	
	des aciers 10 CD 9.10	17
	I.3.5 Comportement sous sollicitation monotone des aciers 10 CD 9.10	19
. .	DESCRIPTION DU COMPORTEMENT EN EATIGUE OU GOCYLIQUE	
1.4. –	Description by comportement en particle deligoet elgoe	
1.4. –	DES ACIERS 10 CD 9.10	22
1.4. –	DES ACIERS 10 CD 9.10	22 22
1.4. –	DES ACIERS 10 CD 9.10 I.4.1 Rappels I.4.2 Fatigue Oligocyclique des Aciers 10 CD 9.10 à chaud	22 22 24
I.4. – I.5	DES ACIERS 10 CD 9.10 I.4.1 Rappels I.4.2 Fatigue Oligocyclique des Aciers 10 CD 9.10 à chaud PRESENTATION DES ACIERS 10 CD 9.10	22 22 24 27
I.4. – I.5	DES ACIERS 10 CD 9.10 I.4.1 Rappels I.4.2 Fatigue Oligocyclique des Aciers 10 CD 9.10 à chaud PRESENTATION DES ACIERS 10 CD 9.10 I.5.1 Provenance du matériau	22 22 24 27 27
I.4. – I.5	DESCRIPTION DU COMPORTEMENT EN PARISOE OLIGOCTERGO DES ACIERS 10 CD 9.10 I.4.1 Rappels I.4.2 Fatigue Oligocyclique des Aciers 10 CD 9.10 à chaud PRESENTATION DES ACIERS 10 CD 9.10 I.5.1 Provenance du matériau I.5.2 Caractéristiques et composition chimique de nuances	22 22 24 27 27
I.4. – I.5	DESCRIPTION DU COMPORTEMENT EN PARIGOE OLIGOE TEIGOE DES ACIERS 10 CD 9.10 I.4.1 Rappels I.4.2 Fatigue Oligocyclique des Aciers 10 CD 9.10 à chaud PRESENTATION DES ACIERS 10 CD 9.10 I.5.1 Provenance du matériau I.5.2 Caractéristiques et composition chimique de nuances d'aciers 10 CD 9.10 étudiés	22 22 24 27 27
I.4. – I.5	DESCRIPTION DU COMPORTEMENT EN PARISOE OLIGOCTEROL DES ACIERS 10 CD 9.10. I.4.1 Rappels I.4.2 Fatigue Oligocyclique des Aciers 10 CD 9.10 à chaud PRESENTATION DES ACIERS 10 CD 9.10 I.5.1 Provenance du matériau I.5.2 Caractéristiques et composition chimique de nuances d'aciers 10 CD 9.10 étudiés I.5.3 Microstructures	22 22 24 27 27 27
I.4. – I.5 I.6 T	DESCRIPTION DU COMPORTEMENT EN PARISOE OLIGOETEIQUE DES ACIERS 10 CD 9.10 I.4.1 Rappels I.4.2 Fatigue Oligocyclique des Aciers 10 CD 9.10 à chaud PRESENTATION DES ACIERS 10 CD 9.10 I.5.1 Provenance du matériau I.5.2 Caractéristiques et composition chimique de nuances d'aciers 10 CD 9.10 étudiés I.5.3 Microstructures ECHNIQUES EXPERIMENTALES	22 24 27 27 27 27 28 31
I.4. – I.5 I.6 T	DESCRIPTION DU COMPORTEMENT EN PARIGUE OLIGOUTEIQUE DES ACIERS 10 CD 9.10 I.4.1 Rappels I.4.2 Fatigue Oligocyclique des Aciers 10 CD 9.10 à chaud PRESENTATION DES ACIERS 10 CD 9.10 I.5.1 Provenance du matériau I.5.2 Caractéristiques et composition chimique de nuances d'aciers 10 CD 9.10 étudiés I.5.3 Microstructures I.6.1 Essais de fatigue oligocyclique à chaud	22 24 27 27 27 27 28 31 31
I.4. – I.5 I.6 T	DESCRIPTION DE COMPORTEMENT EN PArisole Obisole relidoe DES ACIERS 10 CD 9.10 I.4.1 Rappels I.4.2 Fatigue Oligocyclique des Aciers 10 CD 9.10 à chaud. PRESENTATION DES ACIERS 10 CD 9.10 I.5.1 Provenance du matériau I.5.2 Caractéristiques et composition chimique de nuances d'aciers 10 CD 9.10 étudiés I.5.3 Microstructures ECHNIQUES EXPERIMENTALES I.6.1 Essais de fatigue oligocyclique à chaud I.6.1.1 Machine de fatigue	22 24 27 27 27 27 28 31 31 31
I.4. – I.5 I.6 T	DESCRIPTION DU COMPORTEMENT EN PARISOE OLIGOCTERIOL DES ACIERS 10 CD 9.10 I.4.1 Rappels I.4.2 Fatigue Oligocyclique des Aciers 10 CD 9.10 à chaud. PRESENTATION DES ACIERS 10 CD 9.10 I.5.1 Provenance du matériau I.5.2 Caractéristiques et composition chimique de nuances d'aciers 10 CD 9.10 étudiés I.5.3 Microstructures FECHNIQUES EXPERIMENTALES I.6.1 Essais de fatigue oligocyclique à chaud I.6.1.2 Eprouvette de fatigue	22 24 27 27 27 27 28 31 31 31 31
I.4. – I.5 I.6 T	DESCRIPTION DU COMPORTEMENT EN PARISOE OEIGOCTERIOE DES ACIERS 10 CD 9.10 I.4.1 Rappels I.4.2 Fatigue Oligocyclique des Aciers 10 CD 9.10 à chaud. PRESENTATION DES ACIERS 10 CD 9.10 I.5.1 Provenance du matériau I.5.2 Caractéristiques et composition chimique de nuances d'aciers 10 CD 9.10 étudiés I.5.3 Microstructures ECHNIQUES EXPERIMENTALES I.6.1 Essais de fatigue oligocyclique à chaud I.6.1.2 Eprouvette de fatigue I.6.1.3 Paramètres standard des essais et grandeurs mesurées	22 24 27 27 27 28 31 31 31 33 33

I.7	INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE SUR LE COMPORTEMENT	
	EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE A CHAUD DE L'ACIER 10 CD 910	36
	I.7.1 Méthodologie	36
	I.7.2 Identification du comportement d'un acier 10 CD 9.10	
	à structure majoritairement ferritique	37
	I.7.3 Identification du comportement d'un acier 10 CD 9.10	
	à structure majoritairement bainitique	40
	I.7.4 !dentification du comportement d'un acier 10 CD 9.10	
	à structure ferrito – balnitique	42
	I.7.5 Résistance à la fatigue oligocyclique	49
	I.7.6 Influence de la vitesse de déformation	50
	I.7.7 Influence de la relaxation	51
	I.7.8 Endommagement en surface	52
I.8	CONCLUSIONS	53
	REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	54

CHAPITRE I

INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE SUR LE COMPORTEMENT EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE D'ACIERS 10 CD 9.10

I.1.- IN'I RODUCTION

L'objectif de ce chapitre est de présenter de manière synthétique la microstructure et le comportement en fatigue à chaud de l'acier 10 CD 9.10 (2.25% Cr – 1% Mo) qui est fréquemment employé pour des applications à haute température. Dans un premier temps nous situerons l'objet de la thèse dans le cadre de l'emploi de ce matériau pour l'industrie de l'énergie et des problèmes qui y sont rencontrés. Nous proposons une description de la microstructure de l'acier 10 CD 9.10 à partir d'une analyse bibliographique, renforcée et complétée par des travaux récemment obtenus d'une thèse réalisée conjointement au LMPGM^{*} et EDF^{**}. Une attention particulière sera portée sur l'influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques monotones.

Après avoir mis en évidence que la cause de la défaillance de certains composants de centrales thermiques en acier 10 CD 9.10 relevait non seulement d'un dommage de fluage mais également de la fatigue thermique, nous avons caractérisé le comportement en fatigue oligocyclique à chaud. L'importance de la microstructure dans ce cas sera également examinée de très près.

La dernière partie du chapitre sera consacrée à l'analyse de résultats obtenus. Les conclusions établies nous permettent d'énoncer les paramètres à prendre en compte pour compléter de manière sérieuse l'état des connaissances sur le comportement en fatigue de ces aciers 10 CD 9.10.

I.2.- ORIGINE DU PROBLEME

Depuis que les centrales nucléaires ont commencé à produire une part non négligeable de l'électricité (années 1970), le mode d'utilisation des centrales thermiques

LMPGM : Laboratoire de Métallurgie Physique et Génie des Matériaux UMR-CNRS 8517.

"EDF : Electricité de France.

Chapltre I

difes « classiques » (charbon, fuel, gaz) a changé. Les centrales nucléaires moins coûteuses et moins dépendantes en terme de combustible employé a eu comme suite I_{a} que que la production d'électricité d'origine nucléaire en France représente aujourd'hui 80% de la production totale ce qui laisse ainsi une part faible à la production par les centrales thermiques classiques.

Initialement, une centrale thermique classique était prévue pour fonctionner de façon continue mis à part les arrêts programmés pour des visites de maintenance ou de réparation. Sur ces principes, les composants des centrales étaient supposés subir essentiellement des dommages de fluage. De ce fait, les matériaux sélectionnés et les dimensionnements des composants ont reposé sur cette hypothèse. Dans le contexte actuel, ces centrales sont utilisées comme renfort dans le cas d'une demande supplémentaire d'électricité ce qui donne lieu à des cycles fréquents de démarrage - arrêt non prévus lors de sa mise en route. (Figure I.1)



Figure I.1: Schéma de l'emploi d'une centrale thermique « classique » depuis son lancement

Afin d'identifier les composants qui pourraient subir une perturbation, revenons au fonctionnement d'une centrale thermique « classique » (Figure I.2). Dans ce cas, le combustible, ici le charbon, est injecté sous forme pulvérisée dans la chaudière. La combustion de celui-ci permet de chauffer un ballon d'eau situé dans la partie supérieure du brûleur. La vapeur d'eau (T= 343°C) va circuler dans une galerie de tubes (surchauffeurs et resurchauffeurs) jusqu'à arriver à une température de 565°C et une pression de 138 bars. Elle traverse ensuite une première turbine de génération d'électricité, dite de haute pression. La vapeur en fin de turbine transite de nouveau par des surchauffeurs (T= 565°C et P=30 bars) et rentre dans une deuxième turbine (basse

10

pression) afin d'améliorer le rendement de l'ensemble. Après passage dans ces deux composants, la vapeur va être condensée à l'aide d'un autre serpentin de tubes refroidis et va être renvoyée au ballon d'eau de départ à l'aide de pc nes mécaniques d'extraction.



Figure 1.2: Principe de fonctionnement d'une centrale thermique « classique »

Ainsi, les conditions d'utilisation de la centrale imposent aux matériaux employés de résister à des températures et des pressions de vapeur élevées. Pour cela, les concepteurs ont choisi, à l'époque de la fabrication, des matériaux résistants au fluage et d'un coût raisonnable. Ainsi l'acier 10 CD 9.10 a été très souvent utilisé pour la construction de la majorité des corps épais.

Aujourd'hui les contrôles et les maintenances effectués sur ces centrales ont montré une dégradation importante par fatigue thermique des éléments les plus exposés comme les collecteurs de vapeur surchauffée et resurchauffée, SHT et RHT respectivement (Figure I.3). L'existence de cet endommagement se traduit par une fissuration importante au niveau des arrivées des tubes de vapeur sur le collecteur et de la zone nommée « Té » . Ceci peut être expliqué premièrement par des changements de température de la vapeur d'eau qui génèrent d'importants gradients de température entre l'extérieur et l'intérieur du tube. Deuxièmement, lors d'un refroidissement brusque de la vapeur d'eau, un gradient

Chapitre I

de contrainte entre la partie supérieure et inférieure au niveau du « Té » se produit à cause du système de fixation et de la géométrie du collecteur.



Figure I.3: Schéma d'ensemble d'un collecteur (SHT et RHT)

En toute rigueur, il serait souhaitable d'effectuer en laboratoire des essais de fatigue thermique afin de s'approcher des conditions de fonctionnement de la centrale. Cependant, cette étude cherchant plutôt à comprendre les mécanismes d'endommagement par fatigue qu'à élaborer des lois de comportement, nous avons opté pour des essais de fatigue isotherme. Argillier⁽¹⁾ a toutefois montré qu'il existait une équivalence en terme de formation de structures de dislocations entre fatigue isotherme et fatigue anisotherme. Les essais de fatigue oligocyclique isotherme semblent être les mieux appropriés, d'autant plus que les conditions de fonctionnement des composants de centrale ne sont pas toujours clairement définies. Avant d'aborder ce sujet, nous nous proposons dans les paragraphes suivants d'identifier la microstructure et le comportement mécanique de ces aciers.

I.3.- DESCRIPTION DE LA MICROSTRUCTURE ET DU COMPORTEMENT MECANIQUE DES ACIERS 10 CD 9.10

L'introduction d'éléments d'alliage dans les aciers traditionnels au carbone vers les années 30 (apparition de l'aciérie électrique)⁽²⁾ a permis de développer une nouvelle gamme de nuances d'aciers qui ont considérablement amélioré de nombreuses propriétés comme la ductilité, la ténacité, la tenue à basse et haute températures, les propriétés de corrosion, les propriétés magnétiques et l'aptitude au soudage.

L'alliage de norme AFNOR 10 CD 9.10 est un acier bas carbone (0.1% C) allié essentiellement au chrome (2.25%) et au molyhdène (1%). Ses principales caractéristiques sont de présenter une très bonne tenue à haute température et une excellente résistance au fluage pour un faible coût de fabrication. C'est pour cela que dès les années 1950, les aciers 10 CD 9.10 ont amplement été employés dans la construction des centrales thermiques pour la production d'électricité où les températures et les pressions à supporter étaient respectivement 540°C et 35 MPa ⁽³⁾. Aujourd'hui, les compositions chimiques des aciers 10 CD 9.10 ont été modifiées (introduction de tungstène, nioblum et vanadium) ce qui donne lieu à de nouveaux alliages plus résistants au fluage tolérant ainsi des pressions et des températures de vapeur plus élevées.

Notre étude concerne les aciers 10 CD 9.10 élaborés dans les années 70 dont la particularité est d'avoir subi un vieillissement en service de longue durée.

I.3.1.- Identification des différentes microstructures des aciers 10 CD 9.10

L'acier 10 CD 9.10 est élaboré à l'oxygène pur, au four électrique ou au four Martin⁽⁴⁾. Selon la norme AFNOR NF A 36-602 ⁽⁴⁾, la composition chimique de l'acier (10 CD 9.10) doit respecter les valeurs définies dans le tableau suivant :

Etat	C% max.	SI %	Mn %	P% max.	S % max.	Cr %	V %	Cu % max.	Mo %
Coulée	0,15	0.15-0.35	0.40-0.80	0.030	0.030	2.00-2.50	≤ 0,04	0.30	0.90-1.10
Produit	0.17	0.10-0.40	0.40-0.85	0.035	0.035	1.95-2,55	≤ 0.04	0,30	0.90-1.15

 Tableau I.1: Composition chimique (% massique) selon la norme française de l'acler 10 CD 9.10 (Fe balance).

Après leur élaboration, ces aciers peuvent être soumis à deux types de traitement thermique différents.

Le premier traitement possible débute par une austénitisation jusqu'à 900°C pendant le temps nécessaire pour que se produisent une recristallisation dans le domaine austénitique et une dissolution des précipités. Le traitement de mise en solution peut être suivi d'un refroidissement très lent au four jusqu'à température ambiante. Une variante consiste à refroidir la pièce austénitisée jusqu'à une température T (comprise entre 677°C et 732°C), la maintenir à cette température pendant une certaine durée, puis à la refroidir lentement au four jusqu'à température ambiante.

 Le second traitement (le plus souvent recommandé et utilisé) commence aussi par une austénitisation vers 900°C mais est suivie par un traitement de normalisation-revenu. Ce dernier consiste en une trempe suivie par un revenu entre 593°C et 760°C pendant un temps déterminé suivant la taille de la pièce.

La microstructure finale des aciers 10 CD 9.10 peut être estimée à l'aide des diagrammes des transformations anisothermes (diagramme TRC) et des diagrammes isothermes temps-température-transformation (diagramme T.T.T.) (Fig. I.4 a et b).





14

Ainsi, on peut observer que :

- Le refroidissement lent au four favorise la structure ferritique.
- Si le refroidissement s'effectue à l'air, la structure prédominante est composée de bainite avec quelques domaines de ferrite.
- Lors d'un refroidissement à l'huile, la structure est majoritairement bainitique, mais peut contenir de la ferrite et de la martensite.
- Finalement, avec un refroidissement à l'eau, la structure est martensitique avec quelques domaines de bainite.

Pour l'emploi à haute température, la microstructure exigée par les normes internationales pour l'acier 10 CD 9.10 doit contenir de la ferrite proeutectoïde et de la bainite. La fraction volumique de ces deux constituants va dépendre d'une part de la vitesse de refroidissement lors du traitement thermique et d'autre part du volume de la pièce à traiter.

I.3.2.-Description de la microstructure des aciers 10 CD 9.10 ferritobainitiques

• Ferrite : Au cours du traitement de normalisation, le premier produit de transformation est la ferrite proeutectoïde. Cette ferrite est formée par un processus de germination et croissance qui s'effectue préférentiellement aux joints de grains austénitiques où l'énergie d'activation et la taille des germes sont les plus faibles. La cinétique de croissance va dépendre de l'échange d'atomes entre le germe et l'austénite. Un gradient de composition de solutés en substitution entre les deux phases va se former et sera résorbé par diffusion.

Le processus de transfor.nation se produit sans aucune déformation importante, et par conséquent la ferrite contient une faible densité de dislocations. Par ailleurs remarquons qu'à la fin de la transformation, la ferrite reste fortement enrichie en éléments alphagènes comme le molybdène. Cela favorise la formation et la persistance de paires d'atomes Mo-C ou d'amas Mo-C-Mo et la germination des précipités M₂C. Le traitement de revenu permet la diffusion des éléments d'alliages en formant de nouveaux carbures dans ce constituant⁽¹⁾.

Chapitre I

• Ferrite bainitique: Cette phase est favorisée d'une part, par un effet de composition chimique (tenc. en carbone supérieure à 0.02 %) ct d'autre part parce que le refroidissement est suffisamment rapide pour que les transformations ferrilique et perlitique soient remplacées par un autre mécanisme de transformation.

Cette phase est décrite de manière classique comme un ensemble de très minces plaquettes de carbures (cémentite) qui sont orientées parallèlement à des aiguilles de ferrite qui forment une matrice en lattes. Au contraire de la ferrite, la ferrite bainitique présente une grande densité de dislocations qui proviennent d'une forte déformation due à la croissance des aiguilles et aux composantes de cisaillement induites lors de la transformation de l'austenite en ferrite⁽⁵⁾.

Selon la teneur en carbone des aciers, la répartition et la morphologie des carbures dans la bainite peuvent charger. Ainsi pour les aciers 10 CD 9.10, on peut observer deux formes distinctes de morphologies et de répartitions :

- Bainite Supérieure : les plaquettes de cémentite (Fe₃C) sont orientées parallèlement aux lattes de ferrite ; elle se forme à une température légèrement inférieure à la transformation ferrito-perlitique.
- Bainite miférieure : lorsque la transformation se produit à des températures plus basses que celle donnant lieu à de la bainite supérieure. De fines plaquettes de carbure s'insèrent dans les lattes de ferrite formant un angle de 60° par rapport à l'axe de la latte⁽⁵⁾.

Le traitement de revenu active d'une part un processus de restauration dans la bainite et conduit à un début d'organisation des dislocations en parois de cellules⁽⁵⁾. D'autre part, il permet une diffusion des éléments d'alliage comme le chrome pour former de nouveaux précipités.

Précipités : le molybdène et le chrome sont généralement considérés pour avoir des affinités similaires avec le carbone et l'azote. Normalement, ces deux derniers éléments sont utilisés dans les aciers 10 CD 9.10 pour promouvoir par solution solide et par précipitation un effet de dur :issement.

16

Les différents types de précipités et ur morphologie (toutes températures confondues) ont été répertoriés dans le Tableau I.2 ^(6,7,8,9,10,11)

Carbure Système		Fe (%)	Mo (%)	Morphologie	
M ₂ C	C:3	1-15	5-30	60-90	petite plaquette
M ₃ C	ortho	45-85	3-25	0-20	sphéroïdal
M ₇ C ₃	ortho	25-45	35-60	1-10	contours rectilignes
M ₂₃ C ₆	cfc	25-60	20-40	1-20	parallélépipède rectangulaire
M ₆ C	cfc	20-40	2-20	30-60	sphéroïdal

Tableau I.2: Types de précipités présents dans le 10 CD 9.10

I.3.3.- Influence de la composition chimique sur la microstructure des aciers 10 CD 9.10

La teneur en carbone est un paramètre important pour l'obtention de la microstructure finale de l'acier. Celle-ci peut varier entre 0.07% et 0.15% en masse selon les différents fabricants. Parameswaran et al.⁽¹²⁾ montrent qu'en augmentant la teneur en carbone, la fraction volumique de bainite augmente, à traitement thermique de recuit identique. De plus, la teneur en carbone affecte la densit5 et la nature des précipités selon l'histoire thermique du 10 CD 9.10.

Le chrome et le molybdène forment des solutions solides de substitution avec le fer. L'addition de ces éléments diminue la stabilité de l'austénite en faveur de la ferrite, ce qui augmente la résistance mécanique et la ténacité de l'acier.

I.3.4- Influence d'un maintien en température sur la microstructure des aciers 10 CD 9.10

Deux types (et deux durées) de maintien doivent être pris en considération. Le premier concerne le traitement de revenu, réalisé après la trempe, dont la température maximale peut atteindre 700°C e^{*} les durées, quelques heures suivant le volume de la pièce à traiter. Le second cas est relatif à l'empioi du composant où l'on observe un vieillissement à la température de fonctionnement pour des durées variables suivant le remplacement ou l'usage intensif du composant.

Le revenu a pour effet d'activer les séquences de précipitation dans la ferrite et la bainite. A l'issue de la trempe, dans la ferrite, le revenu permet la diffusion des éléments d'alliage, en particulier le chrome et le molybdène qui sont en sursaturation. La matrice s'appauvrit considérablement en molybdène et en paires d'atomes Mo-C et une germination séparée de nouveaux carbures M₂C apparaît ⁽¹³⁾. L'effet du revenu sur l'état de précipitation dans la bainite est d'enrichir en chrome les carbures Fe₃C (issus de la trempe). Suivant la durée du revenu (Baker et Nuting⁽¹³⁾ par exemple), ces précipités instables se transformeront en petits carbures M₇C₃ (peu solubles en molybdène), en fins carbures M₂C (riches en molybdène) et en gros carbures M₂₃C₆. Enfin, dans la bainite, le revenu permet un réarrangement des dislocations en cellules, lesquelles éteint enchevêtrées au cours de la trempe.

La rupture de pièces en service ou le remplacement préventif de composants après plusieurs dizaines d'années permettent d'étendre l'état des connaissances sur la stabilité de la microstructure et des carbures en particulier. Les publications à ce sujet sont toutefois peu fréquentes. De nouveau, la modification des précipités diffère de la ferrite à la bainite.

Dans la ferrite, Baker et Nutting⁽¹³⁾ montrent que cette évolution concerne essentiellement la transformation du précipité M_2C en M_6C plus riche en molybdène. En revanche, Wada ⁽¹⁴⁾ observe une persistance des carbures M_2C .

Pour la bainite, Pilling et Ridley ⁽¹⁰⁾ détectent des carbures de type M_7C_3 et $M_{23}C_6$ riches en chrome et qui semblent être indépendants de la teneur en carbone de l'acier. D'autres études ^(15,16) montrent aussi l'apparition de carbures M_6C aussi stables que les carbures $M_{23}C_6$. Récemment, Argillier⁽¹⁾ a complété l'étude de ces séquences de précipitation dans un acier contenant 35° , de ferrite et 65% de bainite, vieilli 150 000 h à 565°C. La présence de précipités type M_2C est observée dans la ferrite. L'état de précipitation dans la bainite se caractérise aux joints de grains par la présence des précipités M_6C (en faible quantité), M_7C_3 (nombreux) et à l'intérieur du grain par les précipités $M_{23}C_6$.

De plus, Argillier⁽¹⁾ a tourni une description très précise des structures de dislocations obtenues après ce vieillissement. Contrairement aux grains de ferrite, la densité de dislocations dans les grains de bainite est très élevée. La détermination d'une valeur est toutefois difficile à fournir et semble ne pas être le paramètre le plus pertinent. En effet,

18

les dislocations étant arrangées en cellules ou en sous-joints, la description repose sur leur désorientation. Il est proposé qu'un grain de bainite soit divisé en sous grains par des sous joints fortement désorientés (entre 55° et 65°). Ces sous grains contiennent des cellules de restaurations faiblement désorientées (angle de désorientation inférieur à 7°) à l'intérieur desquelles il est possible de voir des sous-joints de restauration de très faible désorientation (angle de désorientation inférieur à 1°) (Figure I.5).



Figure I.5 : Schéma de la microstructure de la bainite dans l'acier 10 CD 9.10 vieilli

I.3.5.- Comportement sous sollicitation monotone des aciers 10 CD 9.10.

Puisque notre travail est centré sur l'analyse du comportement en fatigue des aciers 10 CD 9.10 qui fera l'objet des prochains paragraphes, nous nous proposons dans cette partie de montrer l'importance de la microstructure sur la résistance au fluage et en tración monotone.

Le comportement en traction monotone d'un acier 10 CD 9.10 dépend fortement de la fraction volumique de ferrite/bainite. Holzmann et al ⁽¹⁷⁾ montrent qu'à température ambiante, la limite d'élasticité d'un acier bainitique diminue d'environ 60% si l'acier contient 54% de ferrite.

En général, les aciers à structure bainitique présentent de meilleures caractéristiques mécaniques que les aciers à structure ferritique dans un intervalle de température compris entre 300 K et 850 K (Figure I.5).



Figure I.6 : Evolution des caractéristiques mécaniques de traction en fonction de la température de l'acier 10 CD 9.10 à l'état ferritique et bainitique⁽¹⁸⁾

Un maintien préalable en température compris entre 454°C et 727°C conduit à diminuer la limite d'élasticité et à augmenter la ductilité ⁽¹⁹⁾, avec un effet marqué vers 575°C. Globalement, les effets néfastes du vieillissement sont attribués au grossissement des carbures et à l'appauvrissement de la matrice en éléments d'alliage, en particulier dans la ferrite proeutectoïde.

L'obtention d'une bonne résistance au fluage de ces aciers réside dans la stabilité de la microstructure exposée à haute température pour des périodes de longue durée. Il a été montré que, dans un acier 10 CD 9.10 à structure mixte ferrite/bainite, cette stabilité est assurée grâce à la grande stabilité des carbures intragranulaires M₂C de la ferrite. Ainsi un éventuel adoucissement de l'acier serait dû en premier lieu à une déconsolidation de la bainite.

Il ressort que le comportement en fluage d'un acier 10 CD 9.10 sera fortement dépendant de la fraction volumique de bainite. Pourtant, aucune corrélation triviale n'est établie entre le type de microstructure -ferrite ou bainite- et les propriétés de résistance au fluage. Comme le montre la figure I.7 issue des travaux de Yukitoshui et al.⁽¹⁸⁾, la structure majoritairement ferritique d'un acier 10 CD 9.10 conduit à un meilleur comportement que la structure bainitique pour les faibles contraintes et pour les températures élevées. Dans le cas des contraintes élevées et pour des températures jusqu'à 600°C, une structure bainitique apparaît favorable car, dans ces domaines, les effets de glissement aux joints de grains qui peuvent se manifester sont réduits grâce à la précipitation intergranulaire.



Figure I.7: Influence de la microstructure de l'acier 10 CD 9.10 sur le comportement en fluage : structure ferritique(-) et structure bainitique (------)⁽¹⁸⁾.

Par ailleurs, les durées de vie en fluage sont fortement diminuées par une préexposition à haute température en raison d'une dégradation de la microstructure

I.4. – DESCRIPTION DU COMPORTEMENT EN FATIGUE OLIGOCYLIQUE DES ACIERS 10 CD 9.10

I.4.1 Rappels

Avant d'analyser le comportement en fatigue des aciers 10 CD 9.10, nous nous proposons d'exposer quelques rappels afin de définir sans ambiguïté la terminologie employée par la suite.

L'endommagement par fatigue est une dégradation des propriétés mécaniques d'un matériau, consécutive à l'application de cycles de contrainte ou de déformation pouvant mener à la rupture. On parle de fatigue oligocyclique quand le matériau subit des déformations plastiques macroscopiques non négligeables conduisant à des durées de vie faibles (5.10⁴ à 10⁵ cycles par convention).

Les essais de fatigue oligocyclique consistent en général à soumettre une éprouvette de forme cylindrique lisse (dépourvue d'entaille) à une déformation cyclique (totale ou plastique). Durant l'essai, il est possible d'enregistrer périodiquement des boucles d'hystérésis et de suivre l'évolution de l'amplitude de contrainte. On peut alors s'apercevoir que, au cours des premiers cycles, les contraintes maximales et minimales sont rarement constantes: c'est la phase d'accommodation du matériau. Les boucles d'hystérésis sont alors ouvertes. La durée de la phase d'accommodation dépend du matériau et des paramètres de contrôle tels que la température, l'amplitude de déformation imposée et la vitesse de déformation. Les valeurs des contraintes peuvent augmenter, c'est le durcissement cyclique ou diminuer, c'est l'adoucissement cyclique. Une fois le matériau accommodé, l'amplitude de contrainte n'évolue guère :

enregistrée dans cette période, généralement à mi-durée de vie, sera considérée comme représentative de l'essai. Enfin, une chute de la contrainte en traction apparaît et est associée à la propagation en volume d'une fissure macroscopique. La **durée de vie** du matériau, N_r, est définie par le nombre de cycles au bout duquel une chute de 25% de l'amplitude de contrainte stabilisée est observée.

La figure I .8 illustre les deux types de comportement mécanique caractéristiques de matériaux sous fatigue oligocyclique et la figure I.9 est un exemple de boucle d'hystérésis où sont reportées les grandeurs mesurables.

Les courbes d'écrouissage – cyclique et monotone – se construisent à partir du dépouillement de la boucle d'hystérésis enregistrée à mi-durée de vie et à partir du premier quart de cycle. Les équations des courbes d'écrouissage monotone et cyclique s'écrivent sous la forme:

$$\sigma = \kappa \epsilon_p^n$$
 avec σ en MPa et ϵ_p en pourcentage (%)



Figure I.8 : Exemples de consolidation et déconsolidation cyclique⁽²⁷⁾



Figure I.9: Schéma et nomenclature d'une boucle d'hystérésis enregistrée au cours d'un essal de fatigue oligocyclique

I.4.2.- Fatigue oligocyclique des aciers 10 CD 9.10 à chaud

Comme pour les sollicitations monotones, le comportement en fatigue oligocyclique des aciers 10 CD 9.10 est très sensible à la microstructure. Brinkman et al.⁽²⁰⁾ ont étudié le comportement en fatigue à 538°C d'un acier 2.25% Cr – 1% Mo après un recuit isotherme (acier quasi ferritique avec quelques plages de perlite fine). Les résultats des essais sous sollicitation cyclique à déformation contrôlée ont montré un rapide durcissement initial suivi d'un durcissement ou d'un adoucissement suivant les niveaux de déformation employés. Le durcissement secondaire est observé comme un cas typique d'un matériau ferritique, par contre, l'adoucissement constaté à bas niveau de déformation ($\Delta \varepsilon_t = 0.36$ %) a été expliqué comme le résultat d'une augmentation des zones de plasticité qui sont observées dans le seuil proche de la fatigue endurance.

Polak et al.⁽²¹⁾ ont étudié l'effet de la température (de 22 à 550°C) sur le comportement en fatigue oligocylique d'un acier 2.25% Cr –1% Mo dont le rapport bainite/ferrite était de 95/5. La réponse cyclique lors des essais à 550°C est caractérisée par un durcissement aux premiers cycles suivi d'un adoucissement pour le reste de la durée de vie quel que soit le niveau de déformation imposé. Ces auteurs interprètent ce phénomène en décomposant la contrainte appliquée en deux composantes : la contrainte

interne et la contrainte effective. L'adoucissement observé résulte de la diminution des valeurs de ces deux composantes induite par une précipitation des éléments d'alliage de la solution solide en carbures et l'allongement des structures de cellules de dislocations.

Par ailleurs, Challenger et al.⁽²²⁾ et Polak et al.⁽²¹⁾ ont introduit des temps de maintien respectivement, en traction et compression sur le signal de déformation imposée. Les durées de vie sont fortement perturbées par rapport au type de maintien. Remarquons que pour Challenger, le maintien en compression est plus endommageant qu'en traction, tandis que pour Polak cette différence n'e pas été constatée.

Rares sont les articles qui tentent d'interpréter le comportement en fatigue des aciers 10 CD 9.10 à partir de l'analyse de la microstructure. Citons les travaux de Yoshida et al.⁽²³⁾ qui analysent les structures de dislocations formées dans ce type d'acier, après fatigue, en fonction de la fraction de durée de vie sur des éprouvettes cyclées à 600°C et à $\Delta \varepsilon_t = 0.4\%$. Les auteurs montrent que les structures de dislocations dans le grain de ferrite évoluent au cours du cyclage d'une structure en murs vers une structure en sous grains. Cependant, aucune tentative d'analyse des structures de dislocations induites par fatigue n'a été entreprise dans les grains de bainite sous prétexte que ces derniers contiennent une densité de carbures et de dislocations trop élevée avant cyclage. Cette « impasse » est pénalisante pour interpréter le rôle de chaque constituant sur le comportement mécanique cyclique. Ceci est d'ailleurs confirmé par leurs essais de microdureté effectués sur les grains de ferrite et de bainite lors d'essais de fatigue à 600°C et à $\Delta \varepsilon_t = 1\%$. L'évolution de cette grandeur dans les deux constituants exprime leur contribution dans le processus d'accommodation de la plasticité cyclique.

Finalement, Argillier⁽¹⁾ a étudié l'influence de la microstructure d'aciers 10 CD 9.10 vieillis en service. Contrairement à Yoshida et al., les analyses des structures de dislocations au MET ont été effectuées dans les grains de ferrite et dans les grains de bainite pour différentes amplitudes de déformation et différentes fractions de durées de vie d'essais à 565°C. Un résultat important et original a été l'identification de la participation des grains bainitiques dans le processus d'accommodation de la plasticité cyclique. Argillier montre clairement que les cellules de dislocations résultant de la transformation bainitique évoluent au cours du cyclage (Figure I.10). Cette évolution n'est perceptible que moyennant l'utilisation de la diffraction en faisceau convergeant qui permet de mesurer la désorientation entre les cellules. La formation des structures de dislocations dans le grain de ferrite, essentiellement des cellules, est influencée par l'évolution de la microstructure de la bainite.



Figure I.10 : Evolution de la désorientation des cellules de dislocations dans la bainite avec la sollicitation cyclique d'un acier 10 CD 9.10 ⁽²⁴⁾

Ainsi, les renseignements obtenus dans la littérature montrent qu'un acier 10 CD 9.10 peut présenter différentes microstructures qui conduisent à des comportements différents en fatigue oligocyclique. En particulier, l'accommodation de la déformation cyclique ne peut être décrite qu'en précisant l'état de la microstructure. Ceci constituera l'objectif des paragraphes suivants.

I.5. - PRESENTATION DES ACIERS 10 CD 9.10

I.5.1. – Provenance du matériau

L'acier 10 CD 9.10 qui sera étudié dans la suite de ce travail, provient des collecteurs RHT (Resurchauffeur à Haute Température) d'une centrale thermique classique.



Figure I.11 : Schéma d'ensemble d'un collecteur de type RHT

Dans les prélèvements effectués sur le collecteur, on a différencié deux zones : la première, située en partie inférieure, est la plus exposée aux sollicitations de fatigue et présente effectivement de nombreuses fissures (zone supposée fatiguée). La deuxième zone, située dans la partie supérieure, est exempte de fissures. Des analyses complémentaires ont prouvé que cette seconde zone pouvait être considérée comme non fatiguée. C'est dans cette partie que nos matériaux ont été extraits.

I.5.2. – Caractéristiques et composition chimique de nuances d'acier 10 CD 9.10 étudiées

Notre étude a mis en jeu cinq nuances d'acier 10 CD 9.10 qui se différencient par leur état de vieillissement et par le type de microstructure finale.

 Acier 1 : Matériau en service pendant 150 000h à 565°C, extrait de la partie non fatiguée d'un collecteur.

- Acier 2 : Matériau en service pendant 140 000h à 565°C, extrait de la partie non fatiguée d'un collecteur.
- Acier 3 : Matériau en service pendant 150 000h à 565°C (Acier 1), soumis à un traitement thermique dit de régénération pour reproduire la structure de l'acier lors de sa mise en service.
- Acier 4 : Matériau en service pendant 110 000h à 565°C, soumis à un traitement thermique de régénération¹¹ pour reproduire la structure de l'acier lors de sa mise en service.

La composition chimique des différentes nuances de l'acier 10 CD 9.10 étudiées sont présentées et comparées avec la norme AFNOR A-602 dans le tableau I.3.

	C	S	Р	Si	Mn	NI	Cr	Mo	Nb	Ti	Cu	V
Acler 1	0.11	0.026	0.014	0.35	0.48	0.11	2.24	1.05	< 0.01	< 0.01	0.19	< 0.01
Acier 2	0.098	0.020	0.015	0.45	0.38	0.24	2.52	0.98	< 0.01	< 0.01	0.12	< 0.01
Acier 3	0.11	0.026	0.014	0.35	0.48	0.11	2.24	1.05	< 0.01	< 0.01	0.19	< 0.01
Acier 4	0.11	0.026	0.014	0.35	0.48	0.11	2.24	1.05	< 0.01	< 0.01	019	< 0.01
Acier 5	0.11	0.026	0.014	0.35	0.48	0.11	2.24	1.05	< 0.01	< 0.01	0.19	< 0.01
Norme de référence	≤ 0.17	≤ 0.035	≤ 0.035	0.1-0.4	0.4-0.85	-	1.95-2.55	0.9 - 1.15	-	-	≤ 0.3	≤ 0.04

Tableau I.3:Composition chimique (% massiques) des différentes nuances d'acier 10 CD 9.10 étudiées(Fe balance)

I.5.3. - Microstructures

Pour mettre en évidence les microstructures des 5 nuances d'aciers 10 CD 9.10 étudiés, des échantillons ont été polis à l'aide de papiers abrasifs à carbure de silicium de granulométrie comprises entre 400 et 1200. Ces échantillons ont été ensuite polis mécaniquement sur support diamanté jusqu'au grade 1 micron, puis attaqués par le réactif Nital à 10% (solution contenant 10% d'acide nitrique et 90% d'alcool). Les microstructures ont été observées à l'aide d'un microscope optique Reichert. Les

Normalisation à 900°C (t=1h30) suivi d'un revenu à 760°C (t=4h).

[&]quot;Normalisation à 900°C (t=1h30) suivi d'un revenu à 760°C (t=4h) avec une vitesse de trempe plus élevée gue pour le traitement thermique de l'acier 3.

Les températures et les temps de maintien du traitement thermique n'ont pas été communiqués.

examens métallographiques permettent une appréciation de la taille de grain et du rapport ferrite-bainite (tableau I.4).


Des mesures de microdureté Vickers ont été effectuées à l'aide d'un microduromètre LEITZ sous une charge de 50 gf. Au moins cinq mesures sur la ferrite et la bainite pour chaque nuance d'acier ont été effectuées. Les diagonales de l'empreinte ont été mesurées au grossissement 400.

Les dénominations de ces 5 aciers font intervenir une lettre V (vieilli), R (regénéré), N (neuf) suivie du pourcentage (%) de ferrite F. Exemple : V35F, acier 10 CD 9.10 vieilli contenant 35% de ferrite. Par la suite, ces aciers seront repérés en utilisant cette terminologie.

Acier	Dénomination	Frac Volur (%	tion nique Vol)	Taille de (μ	Grain F/B m)	Dureté (H	50gf V)
		Ferrite	Bainite	Ferrite	Bainite	Ferrite	Bainite
1	V35F	35	65	55	85	167±7	1.36±7
2	V85F	85	15	40	70	175±8	184±10
3	R45F	45	55	40	70	160±9	197±5
4	R5F	5	95	10	60	160±10	201 ±10
5	N60F	60	40	46	78	151±7	232±5

Tableau I.4 :

Dénomination, fraction volumique ferrite-bainite, taille de grain et microdureté des différentes nuances d'acier 10 CD 9.10 étudiées

Le tableau I.4 montre la diversité des microstructures de nos aciers. Ces différences sont essentiellement attribuables à la méthode de fabrication de l'acier (traitement thermique employé). La différence des teneurs en carbone ne permet pas à elle seule de rendre compte de ce changement de fraction volumique.

Toutes ces variations de microstructure risquent de donner lieu à des conséquences au niveau des propriétés mécaniques comme la fatigue.

I.6.- TECHNIQUES EXPERIMENTALES

I.6.1.- Essais de fatigue oligocyclique à chaud

I .6.1.1.- Machine de fatigue

Les essais de fatigue ont été effectués à l'aide d'une machine hydraulique servocontrôlée MTS de capacité 100 KN. Cette machine permet un asservissement de l'essai soit en force, soit en déplacement du vérin, soit en déformation de l'éprouvette. La force est mesurée par une cellule à jauges de 100 KN montée en série avec l'éprouvette. Le déplacement du vérin (156 mm) est mesuré par un capteur LVDT de course 200 mm placé à son extrémité inférieure.

La mise en température de l'éprouvette est réalisée à l'aide d'un four à lampes halogènes d'une puissance de 1250 W. Trois faisceaux de lumière sont focalisés sur la partie utile de l'échantillon à l'aide de miroirs paraboliques. La régulation du four se fait à l'aide d'un régulateur-programmateur EUROTHERM.

La déformation est mesurée à l'aide d'un extensomètre à jauges MTS, de base de mesure 10 mm, placé à l'extérieur du four. L'extensomètre est relié à des tiges de renvoi en alumine mises en contact sur la partie utile de l'échantillon. (Figures I.13 et 14).

Toutes les parties de la machine d'essai susceptibles d'être surchauffées ont été refroidies.



Figure 1.13 :Schéma du montage à chaud et à l'air



Figure 1.14 : Montage à chaud

I.6.1.2.- Eprouvette de fatigue

Suite au prélèvement de matière dans le collecteur RHT, des éprouvettes de fatigue de forme cylindrique à têtes filetés, de longueur utile de 15 mm et de diamètre de 10 mm ont été usinées. Une rectification de la longueur utile dans le sens longitudinal à été effectuée afin d'éviter un amorçage précoce des fissures. Un schéma de ces éprouvettes est donné Figure I.15.



Figure I.15 : Eprouvette de fatigue oligocyclique

La surface utile des éprouvettes est polie mécaniquement à l'aide de papiers abrasifs à carbure de silicium de granulométrie comprise entre 400 et 1200. Un polissage électrolytique a été effectué avec une solution : 80% d'acide acétique, 10% d'acide perchlorique et 10% d'eau déionisée, en appliquant une densité de courant d'environ 0.2 A/mm² (tension de 12 volts) et en maintenant la température du bain à 16 °C.

I.6.1.3.- Paramètres standards des essais et grandeurs mesurées

La montée en température (de 20 à 565 °C) s'effectue en 25 minutes. Une fois la température d'essai atteinte (565°C), un maintien d'une demi heure avant le démarrage de l'essai proprement dit permet d'obtenir une température uniforme dans l'éprouvette. Tous les essais ont été réalisés à la même température sous une vitesse de déformation totale constante et égale à 4.10^{-3} s⁻¹. L'ensemble des essais ont été asservis en déformation totale imposée Δ_{Et} . Les amplitudes de déformation totale varient entre $\Delta_{Et} = 0.4\%$ et 2%. Le signal de pilotage de la déformation est triangulaire alterné de valeur moyenne nulle ($R_{g} = -1$)



Figure I.16 : Forme du signal de pilotage pour un essai à Ast=1.2% en fatigue oligocyclique

Dans tous les cas de figure, les essais ont été menés jusqu'à la rupture. Dans le cas des aciers V35F et V85F, des essais supplémentaires interrompus à 25%, 50% et 75% de la durée de vie N_r ont été effectués.

Un ordinateur connecté à la machine de fatigue permet de faire une acquisition régulière des boucles d'hystérésis (représentation graphique de la force en fonction de la déformation totale). De ces boucles, il est facile d'extraire :

- La contrainte en traction et en compression.
- La variation de contrainte pendant un cycle.
- La variation de déformation plastique pendant un cycle.

La durée de vie N_r est définie comme le nombre de cycles qui correspond à une diminution de 25% de la variation de contrainte stabilisée.

Pour déterminer les paramètres d'écrouissage monotone, le premier quart de cycle de chaque essai mené à $\Delta \varepsilon_t = 2\%$ sera utilisé pour déterminer le comportement en sollicitation monotone jusqu'à une déformation totale de 1% de chaque acier.

I.6.1.4.- Influence des paramètres d'essais

Nous avons effectué quelques modifications des paramètres d'essais standard afin d'apprécier l'effet de la vitesse de déformation et de l'introduction d'un temps de maintien. Ces effets ont été analysés sur l'acier V35F.

L'effet de la vitesse de déformation a été étudié pour l'essai mené à $\Delta r_1 = 1.2\%$ en passant de 4.10⁻³ s⁻¹ à 4.10⁻⁵ s⁻¹, toujours sous un signal de type triangulaire.

L'effet du temps de maintien est analysé en intégrant à l'essai réalisé à $\Delta \epsilon_t = 1.2\%$ un maintien à la déformation maximale (en traction) de 10 minutes, tout en conservant la vitesse de déformation de 4.10⁻³ s⁻¹ (figure I.17).



Figure 1.17: Forme du signal de pilotage pour analyser l'effet d'un temps de maintien.

I.7. - INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE SUR LE COMPORTEMENT EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE A CHAUD DE L'ACIER 10 CD 910

I.7.1. - Méthodologie

Les différents résultats obtenus lors des essais de fatigue oligocyclique à chaud sont reportés en fonction de chaque nuance étudiée de l'acier 10 CD 9.10. Suivant cette démarche, les tableaux de valeurs comprennent le niveau de déformation totale, la durée de vie et les données d'amplitude de déformation totale ($\Delta \varepsilon_t/2$), plastique ($\Delta \varepsilon_r/2$), élastique ($\Delta \varepsilon_e/2$) et de contrainte ($\Delta \sigma/2$) au cycle stabilisé (à mi-durée de vie).

Ensuite, nous montrons les représentations graphiques de :

- (a) l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles en échelle bilogarithmique,
- (b) l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du pourcentage de la durée de vie en échelle linéaire,
- (c) les courbes de consolidation cyclique comparées avec les courbes de consolidation monotone.

Les premiers quarts de cycles ont été exploités pour construire les courbes d'écrouissage monotone. Les valeurs de contrainte et d'amplitude de déformation plastique à mi-durée de vie sont utilisées pour l'élaboration des courbes d'écrouissage cyclique.

Des observations complémentaires en Microscopie Electronique en Transmission (MET) sur lames minces ont été effectuées en collaboration avec Argillier ^(25,26) pour les nuances R45F, V35F et V85F. Pour chaque nuance d'acier, des micrographies des grains de ferrite et bainite ont été prises, avant et après fatigue.

I.7.2.- Identification du comportement d'un acier 10 CD 9.10 à structure majoritairement ferritique.

L'analyse de l'acier V85F en fatigue permet d'identifier le comportement sous sollicitation cyclique d'un acier 10 CD 9.10 à structure majoritairement ferritique.

N° essai	∆ɛt (%)	Δει/2 (%)	Δερ/2 (%)	Δεe/2 (%)	Δσ/2 (MPa)	Nr
A179	0,400	0.200	0.125	0.075	188.0	3676
A183	0.400	0.200	0.122	0.078	180.5	4609
A177	0.800	0.400	0.315	0.085	204.0	1600
A178	0,800	0.393	0.309	0.084	208.0	980
A181	1.200	0.600	0.521	0.079	220.0	631
A182	1.200	0.590	0,515	0.075	227.0	700
A198	2.000	1.000	0,894	0.106	228.5	360

Tableau I.5:

Résultats des essais de fatigue oligocyclique à T=565°C de la nuance V85F



(b)



(a) Evolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du nombre de cycles (b) Evolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du pourcentage de la durée de vie (c) Courbes d'écrouissage monotone et cyclique

L'évolution de la contrainte au cours du cyclage (figures I.18 a et b), montre qu'aux premiers cycles de sollicitation, le matériau durcit avant d'atteindre une phase de stabilisation. Cette période de stabilisation débute aux alentours de 5% de la durée de vie (tous niveaux de déformation totale confondus) et se maintient jusqu'à 75% de la durée de vie (Figure I.18 a). Une chute marquée de la contrainte associée à la propagation d'une fissure en volume apparaît alors. La figure I.18 (c) illustre cette consolidation cyclique où un écart de 40 MPa entre la courbe d'écrouissage monotone et la courbe d'écrouissage cyclique peut être mesuré.

L'interprétation du comportement mécanique sous sollicitation cyclique, notamment le durcissement cyclique et la stabilisation, s'explique facilement à partir des micrographies MET. Avant fatigue, les grains de ferrite possèdent une très faible densité de dislocations (Figure I.19a). L'effet de l'introduction de cycles de déformation se traduit par la création et la multiplication des dislocations qui vont s'arranger à bas niveau de déformation, d'abord en murs (Figure I.19b) puis en cellules (Figure I.19d). A haut niveau de déformation, la formation de cellules est plus marquée et plus régulière, caractérisée par l'absence de dislocations en leur centre et par une forte désorientation. Le comportement mécanique et les structures de dislocations dans les grains de ferrite qui constituent l'essentiel de la microstructure de l'acier V85F ne différent guère de ceux des aciers ferritiques monophasés. (ex : O. K. Chopra et al.⁽²⁷⁾)

38



(c) (d) Figure I.19 : Micrographies MET de la nuance V85F de l'acier 10 CD 9.10 a) Ferrite avant fatigue, b), c) ferrite après 500 Cycles de fatigue $\Delta \epsilon t = 0.4\%$ et d) ferrite après fatigue $\Delta \epsilon t = 0.4\%$

Chapitre I

I.7.3- Identification du comportement d'un acier 10 CD 9.10 à structure majoritairement bainitique.

L'analyse de l'acier R5F en fatigue permet d'identifier le comportement sous sollicitation cyclique d'un acier 10 CD 9.10 à structure majoritairement bainitique.

N° essai	∆ εt (%)	Δετ/2 (%)	Δερ/2 (%)	Δεe/2 (%)	Δσ/2 (MPa)	Nr
A191	0,400	0.198	0.084	0.114	232.0	7200
A202	0,400	0.200	0.084	0.116	228.0	6060
A201	0.800	0.400	0.280	0.120	255.0	1700
A206	0.800	0.400	0.280	0,120	260,0	1584
A207	1.200	0.600	0.460	0,140	275.0	868
A208	1.200	0.600	0.479	0.121	280.0	840
A212	2,000	1.000	0.841	0.159	280,0	280
A215	2,000	1.000	0.856	0.144	267.0	249

Tablezu I.6:

Résultats des essais de fatigue oligocyclique à T=565°C de la nuance R5F



(b)



Figure I.20: Acler 10 CD 9.10 Nuance R5F (a) Evolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du nombre de cycles (b) Evolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du pourcentage de la durée de vie (c) Courbes d'écrouissage monotone et cyclique

Le comportement en fatigue oligocyclique de la nuance R5F est différent de celui de la nuance V85F. Hormis les trois premiers cycles, l'amplitude de contrainte ne fait que décroître au cours du cyclage traduisant un adoucissement continu pendant toute la durée de vie (Figure I.20a). Cet adoucissement intense représente environ 10% de la durée de vie comme le montre la figure I.20b. On peut également y constater que la période de stabilisation totale n'existe pas, et, est remplacée par une période d'adoucissement très modérée (0.25 MPa / % de N/N_r). De même, la période de propagation de la fissure macroscopique est quasi inexistante indiquant une rupture assez brutale du matériau en présence d'une fissure de surface de taille importante. Les courbes d'écrouissage cyclique et monotone (Figure I.20c) montrent qu'a même déformation, les contraintes nécessaires pour déformer cet alliage sont inférieures de 40 MPa à celles mesurées en chargement monotone.

L'adoucissement observé pour chaque amplitude de déformation étudiée s'explique à partir de la microstructure de la bainite. Cette phase, formée par le traitement de normalisation-revenu présente une densité de dislocations élevée. Celles ci sont arrangées sous forme de cellules dont les parois sont plus au moins bien définies, ainsi que des enchevêtrements. Sous l'action de la contrainte appliquée, les enchevêtrements de dislocations pourront se désintégrer libérant un stock de dislocations mobiles lors de leur déplacement. Des processus d'annihilation pourront se produire

Chapitre I

jusqu'à ce que des cellules, avec des centres pauvres en dislocations, soient obtenues. Les parois de ces cellules se comportant comme source et puits de dislocations.

Ce comportement est assez typique d'aclers trempés ou trempés revenus, tels que les aciers à outils (Fe – 4.2Cr – 2.50 Mo – V - Nb) ou les aclers martensitiques å 12% Cr pour composants de centrales thermiques spécifiques⁽²⁸⁾.

I.7.4- Identification du comportement d'un acier 10 CD 9.10 à structure ferrito – bainitique

Trois nuances permettent de mettre en évidence le comportement sous chargement cyclique d'un acier 10 CD 9.10 à structure ferrito-bainitique : les nuances N60F, R45F et V35F. Les deux premières ont subi le traitement classique de mise en solution, trempe à l'eau puis revenu. La deuxième nuance présente la particularité d'avoir subi un vieillissement en service de longue durée. En quelque sorte, ce vieillissement « prolonge » l'effet du revenu.

a) Nuances non vieillies

La description du comportement en fatigue oligocyclique d'un acter à structure ferrito-bainitique (non vieilli) a été effectuée à partir des nuances N60F et R45F.

N° essai	Δεt (%)	Δευ2 (%)	Δερ/2 (%)	Δεe/2 (%)	Δσ/2 (MPa)	Nr
A165	0.400	0,200	0.107	0.092	260.0	3630
A167	0.400	0.200	0.098	0.102	258.0	3400
A163	0.800	0.393	0.293	0,100	283.5	1000
A160	0.800	0.400	0.285	0.111	280.0	1080
A168	1,200	0.600	0.474	0.126	294.5	478
A169	1.200	0.600	0.494	0.106	285.0	590
A174	2.000	1.000	0.344	0.156	323.0	245
A176	2.000	1.000	0.800	0.200	294,0	378

Tah'eau 1.7:

Résultats des essais de fatigue oligocyclique à T=565°C de la nuance N60F

N° essai	∆Et (%)	Δευ2 (%)	Δεp/2 (%)	Δεe/2 (%)	Δσ/2 (MPa)	Nr
A130	0.400	0.199	0.117	0.082	226.0	4800
A131	0.400	0.198	0.117	0.081	231.0	4000
A132	0.800	0.398	0.308	0.090	258.5	1200
A134	0.800	0.399	0.297	0.102	261.0	1400
A133	1.200	0.600	0,500	0.100	273.5	800
A136	1.200	0.600	0.518	0.082	243.5	600
A172	2.000	0.984	0.878	0.106	284.5	200
A173	2.000	0.984	0.870	0.114	292,0	206

Tableau I.8:

Résultats des essais de fatigue oligocyclique à T=565°C de la nuance R45F



Figure I.21 : Acler 10 CD 9.10 Nuance Nt JF

(a) Evolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du nombre de cycles (b) Evolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du pourcentage de la durée de vie (c) Courbes d'écrouissage monotone et cyclique

Chapitre I





44

Les courbes d'évolution de la contrainte en fonction du nombre de cycles des deux aciers considérés (figures I.21 (a), I.21 (b), I.22 (a), I.22 (b)) sont similaires. Les matériaux présentent une période de durcissement suivie d'une étape de quasi stabilisation. Un adoucissement très faible se manifeste en particulier à haut niveau de déformation. Les courbes d'écrouissage cyclique comparées aux courbes d'écrouissage monotone confirment le durcissement cyclique caractéristique de l'ensemble du comportement.

b) Nuance vieillie en service

L'analyse du comportement en fatigue de la nuance V35F permet également de caractériser le comportement d'un acier 10 CD 9.10 biphasé et de mettre en évidence l'effet d'un vieillissement de longue durée.

N° essai	∆Et (%)	Δετ/2 (%)	Δερ/2 (%)	∆£e/2 (%)	Δσ/2 (MPa)	Nr
A124	0.200	0.098	0.052	0.046	142.0	15400
A128	0.300	0.150	0.083	0.067	177.0	13000
A^89	0.400	0.197	0.105	0.092	173.0	6500
A129	0.400	0.205	0.131	0.074	188.0	5200
A099	0.800	0.400	0.302	0.098	193.0	2000
A137	0.800	0.398	0.331	0.067	197.0	1400
A107	1.200	0.595	0.481	0.114	207.0	1000
A127	1.200	0.599	0.490	0.109	228.5	800
A171	2.000	1.000	0.827	0.177	250.5	218
A175	2.000	0.997	0.880	0.117	246.0	283

Tableau I.9: Résultats des essais de fatigue oligocyclique à T≃565°C de la nuance V35F







Figure I.23 : Acler 10 CD 9.10 Nuance V35F (a) Evolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du nombre de cycles. (b) Evolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du pourcentage de la durée de vie (c) Courbes d'écroulssage monotone et cyclique

L'analyse de la réponse sous sollicitation cyclique d'un acier 10 CD 9.10 ferritobainitique vieilli est surprenante compte tenu de ce qui a été décrit juste auparavant. Les courbes présentées dans les figures I.23a et b, montrent que l'acier V35F présente une phase de durcissement qui a tendance à disparaître quand l'amplitude de déformation augmente suivie d'une phase d'adoucissement très marquée. Puis une période de stabilisation qui occupe 80% de la durée de vie est atteinte. Ainsi, les contraintes mesurées à mi-durée de vie sont inférieures (environ 30 MPa) à celles mesurées lors d'une sollicitation monotone (Figure I.23c).

Le comportement en fatigue d'un acier 10 CD 9.10 de structure ferrito-bainitique est fortement influencé par un maintien de longue durée en température. L'interprétation de ce comportement n'est possible qu'à condition d'effectuer des investigations approfondies au MET des évolutions de microstructures par rapport à la sollicitation cyclique. Avant déformation cyclique, il n'est pas possible de différentier les grains de ferrite des aciers R45F et V35F. Ceux-ci contiennent des dislocations en très faible quantité (ex. Figure I.25a). La ferrite de l'acier V35F est une solution solide plus pauvre en carbone que celle de l'acier R45F. Les grains de bainite des deux aciers contiennent de très nombreuses dislocations arrangées en cellules. Les cellules dans l'acier R45F présentent toutefois de très nombreux enchevêtrements et les parois de cellules sont moins bien définies (Figure I.24). Argillier ⁽¹⁾ a montré que la bainite de l'acier V35F était capable de se déformer plastiquement car les dislocations contenues dans la bainite pouvalent se déplacer et s'annihiler. Les micrographies de la figure I.25 montrent une évolution des cellules dans la bainite suite à ce processus. Ceci n'est pas le cas dans l'acier R45F. L'absence de restauration prolongée par le vieillissement rend peu deformables ces grains obligeant les grains de ferrite à accommoder à eux seuls la déformation cyclique ce qui explique le durcissement cyclique.

Dans le cas de l'acier V35F, il y aura compétition entre l'adoucissement de la bainite et le durcissement de la ferrite (Figure I.25), la résultante étant en faveur de l'adoucissement.



Figure I.24 : Acler 10 CD 9.10 Bainte avant Fatigue (Acler R45F)



Figure I.25 : Micrographies MET dans les grains de ferrite et de bainite de la nuance V35F (a), (b) Avant fatigue ; (c), (d) Après rupture par fatigue $\Delta \varepsilon_t = 0.2\%$; (e),(f) Après rupture par fatigue $\Delta \varepsilon_t = 2\%$

I.7.5. – Résistance e la fatigue oligocyclique

La figure I.26 présente l'évolution de la variation de la déformation plastique en fonction de la durée de vie (Nr) en échelle bi-logarithmique (courbes de Manson-Coffin). On peut observer dans ce type de représentation qu'il n'y a pas de différences importantes de durées de vie entre les diverses nuances. Ceci indiquerait que la microstructure joue un rôle mineur sur la résistance à la fatigue oligocyclique à 565°C. Bien que les courbes de Manson-Coffin constituent un outil privilégié pour le dimensionnement des composants, cela ne justifie pas l'impasse sur la prise en compte de la microstructure compte tenu des différences observées dans l'accommodation cyclique. Notons toutefois qu'à faible amplitude de déformation, l'effet de la microstructure semble émerger. Ces différences peuvent être également accentuées à ces am udes par des temps d'exposition à haute température assez longs. Nous n'excluor pas que l'effet de l'environnement oxydant soit très important et masquerait les effets de microstructure.



Figure I.26 : Courbes de résistance à la fatigue des nuances de l'acier 10 CD 9.10

49

I.7.6. - Influence de la vitesse de déformation

L'influence de la vitesse de déformation sur l'évolution de la contrainte au cours du cyclage est reportée sur la figure I.27. Le tableau I.10 regroupe les valeurs de vitesse de déformation, le niveau de déformation totale, les valeurs d'amplitude de déformation totale, plastique, élastique, de contrainte et la durée de l'essai.

Vitesse (s ⁻¹)	∆ɛt (%)	∆eu2 (%)	Δερ/2 (%)	∆E0/2 (%)	Δσ/2 (MPa)	t(h)
4.10 ⁻⁵	1.21	0.605	0.520	0.085	173.0	67.33
4.10 ⁻³	1.20	0.595	0.481	0.114	207.0	1.67
4.10 ⁻³	1.20	0.599	0.490	0.109	228.5	1.33

Tableau I.10 : Résultats des essais de fatigue olygocyclique (T = 565°C) du matériau V35F pour $\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}$ = 4.10⁻³ et 4.10⁻⁵ s⁻¹.

La figure I.27 montre que l'allure de la courbe correspondant aux deux essais est similaire. Pour l'essai à la vitesse de déformation de 4.10⁻⁵ s⁻¹, seuls les niveaux de contraintes sont affectés, et sont plus faibles que pour l'essai mené à 4.10⁻³ s⁻¹. Ce comportement est en accord avec des mécanismes d'accommodation cyclique par glissement des dislocations modélisé par l'équation d'Orowan, qui prévoit que la diminution de la vitesse de déformation, implique une mobilité accrue des dislocations ce qui se traduit par une diminution de contraintes.



Figure I.27 : Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles pour le matériau V35F. (variation de la vitesse d'essai)

La durée de vie est diminuée de moitié en accord avec les résultats de Challenger et al.⁽¹⁰⁾ et Polak et al.⁽²¹⁾, mais le temps d'exposition est multiplié par 40 par rapport à l'essai à 4.10⁻³s⁻¹.

I.7.7. –Influence de la relaxation

L'effet de l'introduction d'un temps de relaxation en traction de 600 s sur le comportement mécanique est présenté sur la figure I.28. Dans le tableau I.11, les valeurs d'amplitude de contrainte, durée de vie et temps d'essai t(h) ont été rassemblées. La valeur d'amplitude de contrainte pour l'essai avec l'introduction du temps de maintien, correspond au calcul de (σ max + σ min)/2 à mi durée de vie.

Introduction du temps de maintlen	∆σ/2 (MPa)	Nr	t(h)
Oui	217.0	356	59.33
Non	207.0	1000	1.67
Non	228.5	800	1.33





Figure I.28 : Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles pour le matériau V35F. (introduction d'un temps de maintien).

La figure I.28 compare l'évolution de la contrainte en fonction du nombre de cycles pour les deux types d'essais effectués. L'évolution des contraintes est identique dans les deux cas tant au niveau de la nature de l'accommodation qu'au niveau des contraintes mesurées. L'introduction du temps de maintien se traduit par une diminution du nombre de cycles à rupture mais le temps d'exposition est 35.5 fois supérieur à celui du standard.

I.7.8. - Endommagement en surface

Des observations au microscope optique et au microscopie électronique à balayage ont été effectuées sur toutes les nuances après rupture des éprouvettes. On peut tout d'abord constater une importante couche d'oxyde, fragile et adhérente. Des débris d'oxyde en faible quantité ont été remarqués. La surface des éprouvettes montre la présence de nombreuses fissures dont certaines semblent être amorcées par la présence de la couche d'oxyde. L'analyse des populations de fissures courtes constituera l'objet d'un chapitre ultérieur.

1.8.- CONCLUSIONS

Les examens métallographiques montrent que la microstructure des aciers 10 CD 9.10 est sensible aux traitements thermiques. Nous avons montré sur différents prélèvements, que l'acler 10 CD 9.10 possède des fractions volumiques de ferrite et de bainite variables suivant le processus d'élaboration, la composition chimique et l'histoire thermique.

Les essais de fatigue oligocyclique à 565°C, sur les nuances étudiées, nous ont montré que l'accommodation cyclique dépend étroitement de la fraction volumique ferritebainite et de l'histoire thermique de l'acier considéré. Les comportements de durcissement ou d'adoucissement peuvent être interprétés à partir de l'analyse des structures de dislocations. La fraction volumique de ferrite et de bainite est un paramètre important à prendre en compte dans la réponse cyclique de l'acier. Suivant la déformabilité de la bainite, contrôlée par le traitement thermique, cette phase participe plus ou moins activement à l'accommodation de la plasticité cyclique et conduit à un adoucissement global du matériau d'autant plus accentué.

La courbe de résistance à la fatigue oligocyclique de Manson-Coffin des nuances étudiées ne permet pas de classer simplement les aciers en terme de performance.

L'analyse de l'amorçage des fissures et de leur évolution est rendue difficile à cause d'une couche d'oxyde. Une importante oxydation a été constatée lors des essais de tatigue à T= 565°C. Les couches d'oxyde formées étant connues pour favoriser un amorçage précoce des fissures, son rôle sera examiné en effectuant des essais de fatigue oligocyclique sous vide.

Nous espérons ainsi faire apparaître de manière plus claire le rôle de la microstructure masqué par l'oxydation.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

¹ S. Argillier. Analyse des Mécanismes de Plasticité Cyclique a Chaud d'aciers de Type 10CD910 : Détermination d'un Indicateur D'endommagement de Fatigue. Thèse de Doctorat en Sciences des Matériaux, Université d. Sciences et Technologies de Lille, Laboratoire de Métallurgie Physique, 1998.

² G. Giauque. *Historique des aciers au carbone*. Le Livre de L'acier. Chapitre 1, Lavoisier Tec-Doc, Paris, 1994, pp. 5-10

³ A. Vandershaeghe, J. Gabrel. Les Matériaux pour les Centrales Thermiques. Colloque Scientifique « Les Matériaux pour Applications a Hautes Températures ». Société Française de Métallurgie et des Matériaux Section Nord. Décembre 1999. pp. 1-16.

⁴ Association Française de Normalisation (AFNOR) *Norme Afnor A36-602, Pièces* Forgées en Acier Soudable pour Chaudières et Appareils à Pression. Aciers Alliés au Mo, au Mn-Mo et au Cr-Mo . Afnor editor, Juin 1980.

⁵ H.K.D.H. Badeshia. *Bainite in Steels*. Ed : The Institute of Materials . Pub : Cambridge University Press, 1992.

⁶ A. M. Abdel-Latif, J. M. Corbett, D. M. R. Taplin. *Analysys of Carbides Formed During Accelerated Aging of 2.25Cr-1Mo Steel*. Metal Science, Vol 16, Feb. 1982, pp.90-96.

⁷ M. C. Murphy, G. D. Branch. *Metallurgical Changes in 2.25CrMo Steels during Creep-Rupture Test.* Journal of The Iron and Steel Institute. July 1971, pp. 546-561.

⁸ T. Yukitoshi, K. Nishida. *The Effect of Heat Treatement on the Creep Rupture Strength of a Low Carbon 21/Cr-1Mo Steel*. Transactions ISIJ, 12,1972. pp.283-290.

⁹ K. D. Challenger, A. K. Miller, C. R. Brinkman. An Explanation for the Effects of Hold Periods on the Elevated Temperature Fatigue Behavior of 2¼Cr-1Mo Steel. Journal of Engineering Materials and Technology. Vol 103, 1981, pp. 7-14.

¹⁰ J. Pilling, N. Ridley. *Tempering of 2.25 Pct – 1Pct Mo Low Carbon Steel*. Metallurgical Transactions A, Vol 13 A, April 1982, pp.557-563.

¹¹ S. Ahila, S. Ramakrishna, V. M. Radhakrishnan. *High Temperature Stability of 2.25Cr-1Mo Steel during Creep.* Materials at High Temperatures, Vol 12, No. 1, 1994, pp. 5-11.

¹² 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.

¹³ R. G. Baker, J. Nutting. *The Tempering of 21/4Cr-1Mo Steel after Quenching and Normalizing*. Journal of the Iron and Steel Institute, 192, 1959, pp.69-107.

¹⁴ 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.

¹⁵ N . Gope, A . Chartterjee, T. Mukherjee, D.S. Sarma . *Influence of Long-Term Aging* and Superimposed Creep Stress `n the Microstructure of 2.25Cr1Mo. Metallurgical Transactions A, Vol 24 A, 1993, pp. 315-326.

¹⁶ A. Benvenuti, P. Botempi, S. Corti, N. Ricci. Assesment of Material Thermal History in Elevated Temperature Components. Materials Characterization, 36, 1996, pp.276-278.

¹⁷ M. Holzman, B. Vlach, J. Man. Plastic Deformation and Fracture Behaviour of 21/4Cr-1Mo Pressure-Vessel Steel with Bainitic and Bainitic-Ferritic Microstructure. Acta Technica CSAV, No 1, 1988, pp. 37-56.

¹⁸ Ref 8 de 30: **T. Yukitoshi, Y. Yoshikawa.** *High Temperature Properties of Steel Tubing*. Sumitomo Research, 1973.

¹⁹ P. P. Pizzo, G. L. Mandurrago. Age Softening Characteristics of Annealed 2-1/4Cr – 1Mo Steel in the Temperature Range 424 to 704°C. Journal of Engineering Materials and Technology, January 1981, Vol 103, pp. 62-70.

²⁰ C. R. Brinkman, M. K. Booker, J.P. Strizak, W. R. Corwin. *Elevated Temperature Fatigue Behavior of 2-1/4Cr – 1Mo Steel*. Journal of Pressure Vessel Technology, November 1975, pp. 252-257.

²¹J. Polak, J. Helesic, M. Klesnil. Effect of Elevated Temperatures 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.

²² K. D. Challenger, A. K. Miller, C. R. Brinkman. An Explanation for the Effects of Hold Periods on the Elevated Temperature Fatigue Behavior of 2¼Cr-1Mo Steel. Journal of Engineering Materials and Technology. Vol 103, 1981, pp. 7-14.

²³ T. Yoshida, H. Umaki, M. Nakashiro. *High-temperature fatigue life assessment of 2.25Cr-1Mo steel by microstructural observation.* C494/020/96, pp. 1-10.

²⁴ J. B. Vogt, S. Argillier, J. P. Massoud, V. Prunier. *Fatigue damage evaluation of a power plant component from analysis of the dislocation structures.* Engineering Failure Analysis 7, 2000, pp. 301-310

²⁵ S. Argillier, J. Leon, V. Prunier, J. P. Massoud, J. B. Vogt. *TEM Analysis of Fatigue Damage for Lifetime Estimation of Power Plant Components*. Lifetime Management and Evaluation of plant, structures and components. Eds. J. H. Edwards et al. EMAS Publishing, Proc. 4th Int. Conf. On « Engineering Structural Integrity Assessment », Cambridge, UK, 1998, pp. 3-10.

²⁶ S. Argillier, J. Leon, V. Prunier, J. P. Massoud, J. B. Vogt. *Mechanisms of Cyclic Plasticity of a Ferrite-Bainite 21/2Cr-1Mo Steel after Long-term Service at High Temperature*. ISIJ International, Vol 39, No 11, 1999, pp. 1198-1203.

55

²⁷ O. K. Chopra, C.V. B. Crowda. Substructural development during strain cycling of alpha – iron. Philosophical Magazine A, vol 30, 1974, pp. 583-591.

²⁸ J. B. Vogt, C. Bigeon, J. Foct. Combined Effect of Nitrogen and Silicon on Low Cycle Fatigue of 12% Cr Martensitic Stainless Steels. Z. Metallkd. 85, 1994, pp. 92-99.

²⁹ Data Sheets on the Elevated-temperature, Time-Dependant Low-Cycle Fatigue Properties of SCMV 4 (2.25Cr-1Mo) Steels Palte for Pressure Vessels. NRIM, Fatigue Data Sheet, 62, 1989, pp. 1-16.

³⁰ R. L. Klueh. Heat Treatment of 2¼ Cr-1 Mo Steel for Breeder Reactor Steam Generators. Nuclear Technology, Vol 57, 1982, pp.114-124.

LISTE DES FIGURES

Figure I.1 : Schéma de l'emploi d'une centrale thermique « classique » depuis son lancement	ñ
Figure I.2 : Principe de fonctionnement d'une centrale thermique « classique »	1
Figure I.3 : Schéma d'ensemble d'un collecteur (SHT et RHT)	2
Figure I.4 : 10 CD 9.10 : Diagrammes des transformations anisothermes	
(T.R.C.) (a) et isothermes (T.T.T.) (b)1	4
Figure I.5 : Schéma de la microstructure de la bainite dans l'acier 10 CD 9.10 vieilli1	9
Figure I.6 : Evolution des caractéristiques mécaniques de traction en fonction de la température de l'acier 10 CD 9.10 à l'état ferritique et bainitique2	0
Figure I.7 : Influence de la microstructure de l'acier 10 CD 9.10 sur le comportement en fluage : structure ferritique () et structure bainitique ()	1
Figure I.8 : Exemples de consolidation et déconsolidation cyclique2	3
Figure I.9 : Schéma et nomenclature d'une boucle d'hystérésis enregistrée au	
cours d'un essai de fatigue oligocyclique2	4
Figure 1.10 : Evolution de la désorientation des cellules de dislocations dans	è
Plaure I 11 : Sehéme d'encomble d'un collectour de type PHT	0 7
Figure I.12 : Micrographies ontiques des 5 puences d'aclers 10 CD 9 10 étudiés	1
(a) acier 1, (b) acier 2, (c) acier 3, (d) acier 4 et (e) acier 5. F :ferrite, B : bainite	9
Figure I.13 : Schéma du montage à chaud et à l'air	2
Figure I.14 : Montage à chaud	2
Figure I.15 : Eprouvette de fatigue oligocyclique	3
Figure I.16 : Forme du signal de pilotage pour un essai à Aei=1.2%	
en fatigue oligocyclique	4
Figure I.17 : Forme du signal de pilotage pour analyser l'effet d'un temps	÷
de maintien	D
rigure 1.18 : Acier 10 CD 9.10 Nuance V85F (a) Evolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du nombre de cycles, (b) Evolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du pourcentage de la durée	
de vie, (c) Courbes d'écrouissage monotone et cyclique	8
Figure I.19 : Micrographies MET de la nuance V85F de l'acier 10 CD 9.10	
(a) Ferrite avant fatigue, (b), (c) ferrite après 500 Cycles de fatigue	
$\Delta \epsilon t = 0.4\%$ et d) ferrite après fatigue $\Delta \epsilon t = 0.4\%$	9
Figure I.20 : Acier 10 CD 9.10 Nuance R5F (a) Evolution de l'amplitude de la	
contrainte en fonction du nombre de cycles, (b) Evolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du nourcentage de la durée	
de vie. (c) Courbes d'écrouissage monotone et ovolique	1
Figure I.21 : Acler 10 CD 9.10 Nuance N60F (a) Evolution de l'amplitude de la	•
contrainte en fonction du nombre de cycles, (b) Evolution de	
l'amplitude de la contrainte en fonction du pourcentage de la durée	
de vie, (c) Courbes d'écrouissage monotone et cyclique4	3

57

Figure I.22	: Acier 10 CD 9.10 Nuance R45F (a) Evolution de l'amplitude de la
-	contrainte en fonction du nombre de cycles, (b) Évolution de
	l'amplitude de la contrainte en fonction du pourcentage de la durée
	de vie, (c) Courbes d'écrouissage monotone et cyclique44

- Figure I.26 : Courbes de résistance à la fatigue de nuances de l'acier 10 CD 9.1049
- Figure I.28 : Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles pour le matériau V35F. (introduction d'un temps de maintien)51

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I.1:	Composition chimique (% massique) selon la norme française de l'acier 10 CD 9.10 (Fe balance)	13
Tableau I.2:	Types de précipités présents dans le 10 CD 9.10	17
Tableau I.3:	Composition chimique (% massiques) des différentes nuances d'acler 10 CD 9.10 étudiées (Fe balance)	28
Tableau I.4 :	Dénomination, Fraction volumique ferrite-bainite, taille de grain et microdureté des différentes nuances d'acier 10 CD 9.10 étudiées	30
Tableau I.5 :	Résultats des essais de fatigue oligocyclique à T=565°C de la nuance V85F	37
Tableau I.6:	Résultats des essais de fatigue oligocyclique à T=565°C de la nuance R5F	40
Tableau I.7:	Résultats des essais de fatigue oligocyclique à T=565°C de la nuance N60F	42
Tableau I.8 :	Résultats des essais de fatigue oligocyclique à T=565°C de la nuance R45F	42
Tableau I.9:	Résultats des essais de fatigue oligocyclique à T=565°C de la nuance V35F	45
Tableau I.10:	Résultats des essais de fatigue olygocyclique (T = 565°C) du matériau V35F pour $\dot{\epsilon}$ = 4.10 ⁻³ et 4.10 ⁻⁵ s ⁻¹	50
Tableau I.11 :	Résultats des essais de fatigue olygocyclique (T = 565°C) du matériau V35F avec et sans temps de maintien	51

Chapitre II

SOMMAIRE DU CHAPITRE II

COMPORTEMENT EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE A CHAUD ET SOUS VIDE D'ACIERS 10 CD 9.10 INFLUENCE DE L'OXYDATION

II.1	INTRODUCTION
II,2	OXYDATION
II.3	INFLUENCE D'UN MILIEU OXYDANT SUR LE COMPORTEMENT EN
	FATIGUE DES MATERIAUX METALLIQUES
	II.3.1 Généralités
	II.3.2 Influence de la pression partielle d'oxygène sur la fatigue propagation
	et la fatigue oligocyclique71
	II.3.3 Comportement des matériaux métalliques et alliages en fatigue
	oligocyclique sous vide
II.4	TECHNIQUES EXPERIMENTALES
	II.4.1 Essais de fatigue à chaud et sous vide77
	II.4.1.1 Machine et éprouvettes de fatigue77
	II.4.1.2 Paramètres standards des essais et grandeurs mesurées79
	II.4.2 Caractérisation de la couche d'oxyde79
11.5	INFLUENCE DE L'OXYDATION SUR LE COMPORTEMENT EN
	FATIGUE OLIGOCYCLIQUE A CHAUD DE L'ACIER 10 CD 9.1080
	II.5.1 Méthodologie
	II.5.2 Comportement sous vide d'un acier 10 CD 9.10 à structure
	majoritairement ferritique
	II.5.3 Comportement sous vide d'un acier 10 CD 9.10 à structure
	ferrito-bainitique
	II.5.4 Discussion
II.6	CARACTERISATION DES COUCHES D'OXYDE FORMEES EN
	COURS DE CYCLAGE
II.7	INFLUENCE D'UNE COUCHE D'OXYDE SUR LA FATIGUE
	OLIGOCYCLIQUE SOUS VIDE D'ACIERS 10 CD 9.10
	II.7.1 Comportement de l'acier V85F préoxydé
	II.7.2 Comportement de l'acier V35F préoxydé102

II.8	CONCLUSIONS	104
	REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	106

Comportement en fatigue oligocyclique à chaud et sous vide d'aclers 10 CD 9.10

CHAPITRE II

COMPORTEMENT EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE A CHAUD ET SOUS VIDE D'ACIERS 10 CD 9.10 : INFLUENCE DE L'ATMOSPHERE OXYDANTE

II.1. - INTRODUCTION

La présence d'une couche d'oxyde importante à la surface des éprouvettes nous a incité à étudier le rôle de l'atmosphère oxydante sur le comportement en fatigue de l'acier 10 CD 9.10. Dans ce travail, nous effectuerons des essais de fatigue à chaud sous vide pour comprendre :

- l'influence de l'environnement sur les mécanismes d'amorçage et de propagation surfaciques des fissures et
- les différents rôles de la microstructure vis à vis des propriétés de fatigue oligocyclique qui étaient masqués par la présence d'une couche d'oxyde.

Pour répondre à ces questions, nous avons sélectionné les nuances V35F et V85F de l'acier 10 CD 9.10, premièrement parce que l'un d'entre eux présente une microstructure majoritairement ferritique et l'autre une microstructure ferrito-bainitique et deuxièmement parce que ces deux nuances sont toutes deux vieillies en service pendant une durée similaire.

Pour atteindre ces objectifs, il a été nécessaire de :

- concevoir et effectuer un montage de fatigue oligocyclique fonctionnant à chaud et sous vide,
- proposer une matrice d'essais qui pourra mettre en évidence les différents paramètres,
- développer une méthode de préparation des échantillons pour caractériser les couches d'oxyde et mesurer les densités de fissures.
II.2. - OXYDATION

L'oxydation est définie comme la réaction d'un métal M ou d'un alliage Mi, avec une atmosphère ou un gaz oxydant. Cet environnement en pratique est riche en oxygène et peut contenir d'autres espèces oxydantes comme le soufic, le gaz carbonique, la vapeur d'eau, etc ⁽¹⁾.

La réaction d'oxydation pour un métal est décrite par les équations suivantes ⁽²⁾ :

$$M + \frac{1}{2} O_2 \rightarrow MO \tag{1}$$

$$(P0_2)_{M-MO}^{1/2} = \exp(+\Delta G_{MO}^* / RT)$$
 (2)

 $P(O_2)_{M-MO}$ est la pression d'oxygène à l'équilibre entre le métal et l'oxyde, ΔG^*_{MO} est l'énergie libre standard de la formation d'oxyde (MO), et T correspond à la température absolue. Les pressions d'oxygène pour la plupart de métaux sont très basses et par conséquent les conditions thermodynamiques pour la formation d'oxydes sont particulièrement favorables.

Dans le cas d'un alliage les équations d'oxydation subissent quelques modifications et s'écrivent :

$$Mi + \frac{1}{2}O_{i} \rightarrow MiO$$
 $i = 1,2...nombre d' élements de l'alliage$ (3)

$$(PO_2)_{M_1-M_1O}^{1/2} = \frac{\exp(+\Delta G_{M_1O}^* / RT)}{a_{M_1}}$$
(4)

où **Q**_{Mi} est l'activité de Mi dans l'alliage.

La formation des oxydes de tous les composants métalliques d'un alliage est possible quand la valeur de pression d'oxygène dépasse la valeur de la pression d'équilibre définie par l'équation (4). De nombreux oxydes sont formés dans la phase initiale d'oxydation puis une compétition entre les éléments d'alliage et l'oxygène est engagée pour former une couche d'oxyde thermodynamiquement stable. La formation de

Fatigue oligocyclique : 10 CD 9.10 oxydation et vide

cette couche stable est contrôlée par les valeurs d'activités des composants métalliques de l'allage, les pressions d'oxygène et les affinités relatives des éléments avec l'oxygène. En bref, le développement d'oxydes dans les alliages peut être décrit comme un processus séquentiel. Quelques couches d'oxydes se forment initialement, puis la plus stable prédomine graduellement. Par avoir un recouvrement total, l'oxyde doit avoir une meilleure stabilité que les autres phases et la cinétique de formation de celui-cl est favorisée et s'oppose en même temps à la formation d'une sous couche discontinue,

Dans le contexte de ce chapitre, nous nous intéressons à la réaction du fer, du molybdène et du chrome avec l'oxygène pour être les éléments les plus formateurs d'oxydes de l'acier 10 CD 9.10. Différents oxydes peuvent se former. On peut observer dans le cas du fer à 565°C (Figure II.1) que deux oxydes sont thermodynamiquement stables, Fe_3O_4 et Fe_2O_3 . Pour le chrome se sont les oxydes de type CrO_2 et Cr_2O_3 , et enfin pour le molybdène il s'agit de l'oxyde MoO₂.



Figure II.I : Diagramme d'équilibre Fer-Oxygène montrant les variétés d'oxyde de fer⁽³⁾

II.3.- INFLUENCE D'UN MILIEU OXYDANT SUR LE COMPORTEMENT EN FATIGUE DE MATERIAUX METALLIQUES

Bien que ce chapitre concerne le comportement en fatigue oligocyclique sous vide à 565°C, nous tiendrons compte des études de la littérature relatives à ce sujet afin de comprendre le rôle de l'oxydation mais également à des études d'essai de fatigue sous contrôle d'oxygène

II 3.1.- Généralités

Selon la littérature, les effets d'oxydation sur le comportement en fatigue sont studiés à partir de deux approches différentes et qui en même temps sont très proches. Une de ces méthodes consiste à contrôler la pression partielle d'oxygène du milieu et montrer son incidence sur les propriétés de fatigue. L'autre réside en l'utilisation d'un environnement sous vide pour éliminer complètement l'effet d'oxydation et analyser le comportement en fatigue.

L'interprétation de l'influence de l'oxydation sur le comportement en fatigue oligocyclique est compliquée du fait de la présence d'un oxyde qui modifie la formation de la microfissure et inversement, les processus d'oxydation sont perturbés en présence d'une fissure.

Le fait le plus récurent de l'oxydation concerne les durées de vie des matériaux. Les expériences de fatigue oligocyclique et de fatigue propagation effectuées sur de nombreux métaux purs et alliages, à température ambiante et à température élevée, indiquent des performances supérieures sous vide qu'à l'air.

L'oxydation en état stationnaire est associée à une cinétique parabolique de gain de poids et d'augmentation d'épaisseur. En fatigue oligocyclique, la durée de vie est réduite quand la crois sance de microfissures est accélérée par l'action de l'atmosphère oxydante. Par conséquent, avec les surfaces libres formées par fissuration, les conditions d'oxydation en état stationnaire sont probablement difficiles à obtenir et il existe donc un régime où les effets cinétiques sont très importants et où l'oxydation des éléments d'alliage prédomine.

Le comportement des couches d'oxyde formées en fatigue à température élevée va dépendre du type de sollicitation imposée. Par exemple, les cycles thermiques peuvent avoir une grande influence sur l'adhérence de la couche à cause de la différence entre les coefficients de dilatation thermique du substrat et de l'oxyde. En général, un oxyde sous compression a un coefficient de dilatation inférieur au substrat et peut s'écailler plus

Fatigue oligocyclique : 10 CD 9.10 oxydation et vide

facilement sous cycles thermiques⁽⁴⁾. L'influence de charges cycliques en fatigue oligocyclique se caractérise par une perte de l'adhérence de la couche, à l'interface du métal car les amplitudes de déformation appliquées sont su périeures à celles nécessaires pour fracturer la couche d'oxyde. L'observation systématique des fissures montre que la présence d'une couche fragile et dure entraîne un amorç. ge de fissures précoce, et que les concentrations de contrainte en tête de fissure facilité nt e propagation de celles-ci à l'intérieur du métal⁽⁵⁾.

Le rôle de l'oxydation dans la croissance des fissures à température élevée est rendu délicat par la présence d'effets de fluage. Donc les mécanismes de propagation de ces fissures doivent prendre en compte la réversibilité de la décohésion par cisaillement de la tête de la fissure, l'accès de l'environnement en tête de fissure, le blocage par un oxyde, et la capacité de renouveler la tête de fissure dans l'environnement.

La surface de métal fraîche en tête de fissure, lors de l'ouverture est extrêmement active chimiquement. L'oxyde se forme rapidement sulvant la quantité d'oxygène. A température élevée, les vitesses d'oxydation augmentent et le profil de la tête de fissure peut changer de manière significative lors de l'application de la charge de sollicitation, à cause de l'oxyde formé.

Deux mécanismes de base permettent d'expliquer les réductions de vie en fatigue à l'air. Le premier considère que les bandes de glissement formées par plasticité cyclique deviennent des régions de concentration en oxygène élevée à cause de la production de lacunes induites par la déformation. L'oxygène dissout empêche alors le ressoudage des lèvres de la fissure et accélère l'évolution de la bande de glissement en microfissure (Figure II.2).

Une autre explication repose sur le fait que l'oxyde est un revêtement dur en surface de l'acier. Sous contrainte cyclique, les dislocations s'accumulent près de la surface, en dessous de l'oxyde, favorisant ainsi la formation de cavités qui évolueront par la suite en fissure (Figure II.3).



Figure II.2 : Modèle d'interaction entre l'oxygène et une bande de glissement dans l'amorçage d'une fissure par fatigue⁽⁶⁾



Figure II.3 : Modèle de formation des cavités qui évolueront en une fissure^(e)

II.3.2.- Influence de la pression partielle d'oxygène sur la fatigue propagation et sur la fatigue oligocyclique.

Fatigue propagation :

L'influence de la pression d'oxygène sur la vitesse de propagation des fissures par fatigue peut se manifester de deux manières. Le premier type de comportement est caractérisé par une courbe en forme de « S » (figure II.4), avec deux plateaux (zones de basse et haute pression) où la vitesse de croissance de la fissure est presque constante quand la pression augmente et une région centrale, où la vitesse de croissance de la fissure augmente fortement avec la pression. Ceci est observé sur l'acier inoxydable austénitique Z2 CND18-12, les aciers à haute résistance mécanique et le plomb. Le second comportement possible observé pour l'or, le cuivre et l'aluminium montre une variation continue de la vitesse de propagation en fonction de la pression partielle d'oxygène sans présence de plateaux.



Figure II.4.- Effet de la pression d'oxygène sur la vitesse de propagation de fissure sur an acier inoxydable AISI 316L(Z2CND18-12) à 500°C⁽⁷⁾

Fatigue Oligocyclique :

L'influence de l'oxydation en fatigue oligocyclique a été étudiée pour la première fois par Achter sur un acier inoxydable 316 et sur le nickel, puis modélisée par Coffin ⁽⁴⁾. Deux types de comportement ont été observées pour des métaux de pureté relativement élevée. Le premier type de comportement correspond à une diminution continue de la durée de vie quand la pression d'air augmente, comme dans le cas de l'aluminium (Figure II.5a). Le deuxième type de comportement est caractérisé par une courbe en forme de « S » (Figure II.5b), avec deux plateaux (zones de basse et haute pression) où la durée de

Chapitre II

vie est constante et une région centrale, où la durée de vie diminue avec l'augmentation de la pression d'oxygène, comme pour le plomb. Les variations continues de durées de vie avec la pression d'air (cas de l'aluminium) sont expliquées uniquement à partir des changements de vitesse de propagation de fissure mais sans changement de mécanisme de propagation. L'existence de courbes en « S » (cas du plomb) est associée à une changement de type de rupture, intergranulaire ou tra. sgranulaire. La durée de vie est supposée dépendre de l'endommagement par la croissance de fissures de fatigue et par le processus d'adsorption, considéré comme une couche d'atomes d'oxygène sur la surface libre de la fissure et puis la formation d'une couche oxydée.



Figure 11.5: Variation de la durée de vie avec la pression d'air pour l'aluminium (a) et pour le plomb (b) ^(a)

II.3.3.- Comportement des matériaux métalliques et alliages en fatigue oligocyclique sous vide

Résistance à la fatigue

Les essais de fatigue sous vide conduisent à un retard considérable de l'amorçage des fissures par rapport aux essais menés à l'air. Il est remarquable que même pour des alliages sensibles à l'oxydation, la résistance à la fatigue oligocyclique <u>à température ambiante</u> est nettement accrue dans le vide par rapport à l'air comme le montre la Figure II.3 à propos d'un acier inoxydable austénitique Z2 CND18-12 et un alliage de titane Ti-6AI-4V ⁽⁹⁾ Pour l'acier inoxydable considéré, la déformation cyclique à l'air conduit à un amorçage de fissures dans les bandes de glissement (plus nombreuses à l'air que sous

vide) alors que, sous vide, les joints de grains constituent des sites d'amorçage. Quant à l'alliage de titane, les différences de durées de vie ne sont attribuées qu'à une densité de microfissures plus faible sous vide qu'à l'air. Les auteurs soulignent que la vapeur d'eau contenue dans l'air joue un rôle important sur cet endommagement.



Figure II.6 : Résistance à la ratigue à l'air et sous vide à T=amb d'un alliage Ti-6Al-4V (a) et d'un acier 316L (Z2CND18-12) (b)

Notons également l'importance de la valeur du vide. En effet, sous ultra vide, des expériences montrent que quelques secondes suffisent pour que des molécules résiduelles dans l'atmosphère forment une couche sur la surface libre du métal affectant la nature de la fissure ⁽¹⁰⁾.

Dans le cas d'aciers sensibles aux réactions d'oxydation, les différences de résistance à la fatigue sont particulièrement évidentes et plus ou moins accentuées par la forme du signal, quand on passe d'essais à l'air à des essais sous vide (Figure II.7).



Figure II.7 : Résistance à la fatigue de divers alliages à l'air et sous vide. Les zones délimitées à l'air et sous vide regroupe 19 alliages.

Dans le cas d'un acier 10 CD 9.10 (à microstructure ferrito-perlitique) Hecht et al.⁽¹¹⁾ observent lors d'essais de fatigue à 500°C et à $\Delta \epsilon_t$ =1.0% que l'introduction de temps de maintien en compression (120 s) ou en traction (120 s) n'ont aucune incidence sur les durées de vie à l'air. En revanche sous vide, les durées de vie sont supérieures à celles obtenues à l'air, mais le maintien en traction est plus dommageable que celui en compression. L'amorçage et la propagation des fissures sont transgranulaires pour les essais à l'air mais mixte pour les essais sous vide. Sous vide, la plus faible résistance à la fatigue observée, s'explique par la présence de cavités semblables à ce qui pourrait être produit par fluage.

Tsujii et al. ⁽¹²⁾, présentent un modèle du processus d'amorçage et de propagation de fissures dans un acier à 5%Cr1%Si^{*} fatigué à l'air et sous vide. A l'air, l'endommagement par fatigue se produit en surface suite à la formation d'extrusions et à l'effet de l'oxydation. Dans le vide, la présence des défauts en volume constituent des sources de fissures <u>internes</u> qui assisteront à la formation de la fissure fatale.

Acler H11 (0.37% C, 1% Si, 0.4% Mn, 0.010% P, 0.002% S, 0.10% Ni, 5% Cr, 1.2% Mo, 0.5% V, Bal .Fe)

Effet du vide sur le comportement des dislocations.

Les premieres études qui mettent en évidence le rôle des dislocations sur le comportement en fatigue sous vide, ont été effectuées par Kramer et al.⁽¹³⁾ Ces recherches proposent que les structures de dislocations varient avec l'environnement. Cette suggestion a été émise pour expliquer l'augmentation de la durée de vie en fatigue sous vide de l'aluminium par rapport à l'air. Dans leur démarche, ces auteurs supposent que l'absence de couches d'oxydes favorise la montée des dislocations à la surface.

Alekseev et Grinberg⁽¹⁴⁾ suggèrent que l'influence du vide sur la fatigue oligocyclique présente trois caractéristiques importantes : (1) un durcissement préférentiel de la surface, (2) formation d'une structure de dislocations et (3) la concentration de la déformation plastique en bandes persistantes de glissement. Le vide augmente le nombre de bandes de glissement et durcit la surface, laissant penser que le vide active un nombre de sources de dislocations plus important qu'à l'air. Cette hypothèse a été prouvée expérimentalement par la mesure du nombre de bandes de glissement dans un monocristal de cuivre déformé à l'air et sous vide en fatigue. Pendant tout le processus de fatigue, le nombre de bandes de glissement à la surface de l'éprouvette cyclée est plus grand sous vide qu'à l'air, à nombre de cycles identiques.

Finalement, les différents travaux en fatigue sous vide ont permis d'établir que dans le traitement théorique de mécanismes physiques sur l'effet de l'environnement, il faut prendre en compte les suppositions suivantes :

- La fatigue est un processus d'endommagement mécanique résultant d'un cumul de déformation plastique. Le cyclage mécanique est la source d'apparition et de multiplication de dislocations, de leur arrangement en configuration typique (ex: cellules) qui donne lieu à l'amorçage de rissures et à leur croissance. La vitesse et les mécanismes de propagation de fissures dépendent de la configuration et du comportement des dislocations dans la zone plastique en tête de fissure.
- 2. La surface et les couches absorbées et adsorbées jouent un rôle important dans la déformation plastique et la rupture sous les conditions de collicitation ci l'on considère que dans un premier temps, les dislocations se forment et bougent à la surface en même temps que dans le centre. L'étape suivante est une conséquence de l'accommodation irrégulière de l'étape précédente : une

couche avec une densité considérable de dislocations est développée proche de la surface et inhibe la déformation plastique en volume.

 En général, les conditions d'environnement affectent les processus de déformation plastique à la surface et donc les propriétés mécaniques, conséquence d'un changement des mécanismes physiques, chimiques ou physico-chimiques du matériau.

II.4.- TECHNIQUES EXPERIMENTALES

II.4.1.- Essais de fatigue à chaud et sous vide

II.4.1.1.- Machine et éprouvettes de Fatigue

Afin d'éviter tout risque de dispersion des résultats par l'usage d'une autre machine d'essai et d'un autre type d'éprouvette, nous avons utilisé la même machine et le même type d'éprouvette décrits dans le chapitre précédent. Nous avons conçu puis construit un montage permettant d'effectuer des essais de fatigue sous vide jusqu'à une pression proche de 10⁻⁴ Pa.



Figure II.8 : Schéma du montage à chaud sous víde

Chapitre II

L'éprouvette ainsi que les écrous de serrage des mors inférieur et superieur sont placés dans un tube de silice. Les extrémités de ce tube comprennent des joints toriques assurant l'étanchéité du système. Un passage étanche dans la bride porte-joint supérieure, permet d'introduire un thermocouple de type K pour mesurer la température. Le pompage est assuré par une pompe turbomoléculaire ALCATEL. (Figure II.8 et II.9)



Figure 11.9 : Montage à chaud sous vide

Compte tenu de l'isolation de l'éprouvette, il n'est plus possible de mettre en contact des tiges de renvoi en alumine pour contrôler la déformation. La mesure de la déformation de l'éprouvette s'effectue de manière indirecte en mesurant le déplacement relatif de deux points situés hors du tube en silice. Ce déplacement est mesuré par un capteur de déformation à jauges de déformation fixé sur deux tiges d'alliage d'aluminium. Une calibration est alors nécessaire pour relier la déformation réelle de l'éprouvette à asservir à la déformation indiquée par l'extensomètre placé à l'extérieur. La figure II.10 montre que cette démarche expérimentale est tout à fait fiable. En effet les valeurs de contraintes mesurées par un asservissement de l'amplitude de déformation à l'aide d'un capteur positionné sur l'éprouvette ou en dehors sont similaires.





II.4.1.2.- Paramètres standards des essais et grandeurs mesurées

Les essais ont été effectués à une température de 565 °C sous un vide atteignant en moyenne 10^{-4} Pa. L'ensemble des essais a été effectué pour des variations de déformation totale $\Delta \varepsilon_t$ variant entre 0.4% et 2%. Le signal de pilotage de la déformation est triangulaire alterné de valeur moyenne nulle (R_e = -1) et la vitesse de déformation est de 4.10^{-3} s⁻¹.

Dans tous les cas de figure, les essais ont été menés à rupture. Dans le cas des aciers V35F et V85F, des essais supplémentaires interrompus à 25%, 50% et 75% de la durée de vie ont été effectués.

II.4.2.- Caractérisation de la couche d'oxyde

Pour caractériser les couches d'oxyde extraites après essai de fatigue oligocyclique à l'air, la technique de diffraction des rayons X a été employée. Ces analyses ont été effectuées à l'aide d'un diffractomètre SIEMENS avec une anticathode type CoK α (λ =0.1789 nm).

Les mesures des couches d'oxyde adhérantes sur les différentes éprouvettes, leur identification et la reconnaissance des composés intermétalliques ont été effectuées à grâce à un microscope électronique à balayage (MEB) Philips 525M, muni d'un détecteur EDX, à partir des signaux d'électrons secondaires et de rayons X.

II.5.- INFLUENCE DE L'OXYDATION SUR LE COMPORTEMENT EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE A CHAUD DE L'ACIER 10 CD 9.10

II.5.1.- Méthodologie

Les différents résultats obtenus lors des essais de fatigue oligocyclique à chaud et sous vide sur les nuances de l'acier 10 CD 9.10 sont rassemblés dans le tableau II.1 pour l'acier V85F et II.2 pour l'acier V35F. Dans ces tableaux, nous avons répertorié le niveau de déformation totale, la durée de vie et les valeurs d'amplitude de déformation totale $(\Delta \epsilon_P/2)$, élastique $(\Delta \epsilon_P/2)$ et de contrainte $(\Delta \sigma/2)$ au cycle stabilisé (à la mi durée de vie). Les valeurs de $(\Delta \epsilon_P/2)$ et $(\Delta \epsilon_P/2)$ des essais sous vide ont été extrapolées à partir des essais effectués à l'air.

Pour chaque acier étudié, nous montrons les représentations graphiques de :

- (a) l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles en échelle bilogarithmique, ,
- (b) l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du pourcentage de la durée de vie en échelle linéaire
- (c) l'évolution de la variation de la déformation plastique à mi durée de vie en fonction de la durée de vie (N_r) en échelle bilogarithmique (Courbes de Manson-Coffin).

Des observations complémentaires en microscopie optique (MO) et MEB sur la surface de la partie utile de l'éprouvette et sur des coupes longitudinales des éprouvettes ont été effectuées pour les deux aciers analysés.

II.5.2.- Comportement sous vide d'un acier 10 CD 9.10 à structure majoritairement ferritique.

L'analyse de l'acier V85F en fatigue sous vide permet d'identifier le comportement sous sollicitation cyclique d'un acier 10 CD 9.10 vieilli, a structure majoritairement ferritique.

N° essai	∆εt (%)	Δευ2 (%)	Δερ/2 (%)	∆£e/2 (%)	Δσ/2 (MPa)	Nr
A271	0.400	0.200	0.119	0.081	199.0	22300
A272	0.400	0.200	0.125	0.075	200.5	21300
A267	0.800	0.400	0.320	0.079	212.0	6500
A277	0,800	0.400	0.326	0.074	210.0	7780
A262	1.200	0.600	0.518	0.082	249,5	2200
A263	1.200	0.600	0.510	0.090	247.5	2100
A278	2.000	1.000	0.894	0.106	258,5	600
A279	2,000	1.000	0.896	0.104	255,0	600

Tableau II.1:

Résultats des essais de fatigue oligocyclique à T=565°C sous vide de la nuance V85F



(a)



(a) Evolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du nombre de cycles. (b) Evolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du pourcentage de la durée de vie

Le comportement en fatigue à 565°C sous vide de l'acier V85F ne diffère guère de celui obtenu à l'air en terme d'évolution des contraintes au cours du cyclage (Figure II.11). Une phase de durcissement précède toujours une longue étape de stabilisation, dont la durée de vie varie en fonction du niveau de déformation. Cette période de stabilisation est atteinte d'autant plus rapidement que l'amplitude de déformation est élevée.

La conduite des essais sous vide implique toutefois des différences par rapport aux essais à l'air. En effet, une différence notable apparaît au niveau des durées de vie (Figure II.12). Sous vide, les durées de vies sont 5 fois supérieures (tableau II.1) à celles mesurées à l'air pour les bas niveaux de déformation ($\Delta \epsilon_t = 0.4\%$ et 0.8%) et de 3.5 fois pour les hauts niveaux ($\Delta \epsilon_t = 1.2\%$ et 2%). Une seconde différence concerne la chute de contrainte qui apparaît vers 90% de la durée de vie dans les essais sous vide au lieu de 75% de la durée de vie à l'air (Figure II.11b). Cela semblerait indiquer une propagation en volume plus rapide sous vide qu'à l'air de la fissure principale. Enfin, nous pouvons remarquer une différence de 10 a 30 MPa entre les contraintes mesurées sous vide et les contraintes mesurées lors des essais à l'air, à niveau de déformation identique (Figure II.13).



Fatigue oligocyclique : 10 CD 9.10 oxydation et vide

Figure II.13: Acier 10 CD 9.10 Nuance V85F

Evolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du nombre de cycles sous vide et à l'air

Chapitre II

Des observations en MO et en MEB ont été effectuées sur des coupes transversales pour des échantillons rompus par fatigue à l'air et sous vide pour deux amplitudes de déformation ($\Delta \epsilon_t = 0.4$ et 1.2%). Les éprouvettes rompues par fatigue à l'air présentent de nombreuses micro fissures amorcées à la surface qui se propagent vers le cœur de l'éprouvette (Figure II.14). La densité de fissures es, nettement plus élevée pour l'essai mené à haut niveau que pour celui mené à faible niveau de déformation (Figure II.14a et c). Ces fissures peuvent présenter des dimensions superieures à plusieurs tailles de grain (Figure II.14b et d). Dans le cas des essais effectués sc us vide, la présence de telles fissures s'est avérée rare. De plus, les rares micro fissures observées avaient une dimension inférieure ou égale à la taille de grain du matériau (Figures II.15a et c).



Figure II.14 : Acler 10 CD 9.10 Nuance V85F (a), (b) micrographies optique et électronique à balayage après fatigue à l'air ⊿εi≡0.4% (c), (d) micrographies optique et électronique à balayage après fatigue à l'air ⊿εi≡1.2%

Des observations dans des régions plus éloignées de la surface montrent l'existence de fissures non débouchantes (Figures II.15b et d). Ces fissures sont généralement associées à la présence d'inclusions ou observées à proximité d'un joint de grains dans le matériau.





II.5.3.- Comportement sous vide d'un acier 10 CD 9.10 à structure ferritobainitique

L'analyse de l'acier V35F en fatigue sous vide permet d'identifier le comportement sous sollicitation cyclique d'un acier 10 CD 9.10 vieilli, à structure ferrito-bainitique.

N° essai	∆Et (%)	Δεν2 (%)	Δερ/2 (%)	Δεe/2 (%)	Δσ/2 (MPa)	Nr
A304	0.400	0.200	0.110	0.090	163,0	>50000
A305	0.400	0.200	0.099	0,101	202,0	13090
A307	0.400	0.200	-	-	98.5	>50000
A308	0.800	0.400	0.315	0.085	200.0	10500
A309	0.800	0.400	0.320	0.080	215.0	4560
A310	0.800	0.400	0.308	0.092	187.0	9600
A311	1.200	0.600	0.510	0.090	219.0	1800
A316	1.200	0.600	0.480	0.120	232.0	1900
A319	2.000	1.000	0.860	0.140	274.0	600
A320	2.000	1.000	0.830	0.170	235.0	707

Tableau II.2: Résultats des essals de fatigue oligocyclique à T≕565°C sous vide de la nuance V35F



(a)



(b)

Figure II.16: Acler 10 CD 9.10 Nuance V35F (a) Evolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du nombre de cycles. (b) Evolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du pourcentage de la durée de vie

Contrairement à l'acier V85F, le comportement en fatigue à chaud sous vide de l'acier V35F (matériau biphasé) (Figure II.16) diffère de celui à l'air. En effet, l'adoucissement cyclique observé en début de cyclage à l'air est beaucoup plus modéré, même supprimé pour l'essai à haut niveau de déformation. En revanche, pour l'essai mené à $\Delta \varepsilon_t = 0.4\%$, notons qu'au delà d'une certaine quantité de déformation plastique cumulée, l'acier V35F présente un adoucissement secondaire très important. Par rapport aux essais menés à l'air, les durées de vie sous vide sont environ 6 fois supérieures pour $\Delta \varepsilon_t = 0.8\%$, 2.1 fois pour $\Delta \varepsilon_t = 1.2\%$ et 2.6 fois pour $\Delta \varepsilon_t = 2.0\%$. Pour les essais effectués à déformation totaie de 0.4%, la durée de vie est supérieure à 50 000 cycles, borne conventionnelle délimitant le domaine de la fatigue oligocyclique à partir de laquelle l'essai a été stoppé (Figure II.17).



Figure II.18: Acier 10 CD 9.10 Nuance V35F Evolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du nombre de cycles sous vide et à l'air

Les observations effectuées en MO (Figures II.19a, II.19c, II.20a, et II.20b) et en MEB (Figure II.19b, II.19d et II.20c) montrent que l'amorçage se produit à la surface des éprouvettes et que la propagation des fissures s'effectue vers le cœur de l'éprouvette, que ce soit à l'air ou sous vide, de manière transgranulaire sans aucune préférence par rapport au type de grain. Contrairement à l'acier V85F, nous n'avons pas constaté la présence de fissuration interne dans aucun cas sur l'acier V35F.



(c) Figure II.19 : Acier 10 CD 9.10 Nuance V35F (a), (b) micrographies optique et électronique à balavage après fatigue à l'air Δει=0.4% (c), (d) micrographies optique et électronique à balayage après fatigue à l'air Δει=1.2%



Figure II.20 : Acier 10 CD 9.10 Nuance V35F (a) micrographis optique après fatigue sous vide Δε_ι=0.4% (b), (c) micrographies optique et électronique à balayage après fatigue sous vide Δε_ι=1.2%

II.5.4.- Discussion

Les essais de fatigue oligocyclique effectués à 565°C sous vide sur les nuances V85F et V35F d'acier 10 CD 9.10 ont permis de mettre en évidence deux faits remarquables par rapport au comportement de ces matériaux cyclés à l'air :

- des durées de vie nettement plus élevées sous vide
- des valeurs de contraintes cycliques plus élevées sous vide

Le fait que les valeurs de contraintes soient plus faibles lors des essais à l'air que sous vide ne peut s'expliquer par un calcul erroné qui ne teindrait pas compte de la couche d'oxyde qui se forme lors de l'essai. En effet, la prise en compte de la présence de

Fatigue oligocyclique : 10 CD 9.10 oxydation et vide

la couche d'oxyde dans le calcul de la contrainte ne ferait qu'accroître l'écart. De plus, l'épaisseur de ces couches est très faible. Cette singularité a délà été observée sur d'autres métaux^(9,13,14) soumis à des charges cyclique et monotone, et est généralement attribuée à une plasticité beaucoup moins localisée en comparaison à l'air. R. Wang et al.⁽¹⁵⁾ ont observé sur des monocristaux de cuivre que la formation de bandes persistantes de glissement (BGP) est plus dense et uniforme sous vide qu'à l'air. Ils concluent que le degré de la localisation de la déformation dans les BPG est ainsi réduite sous vide. Abduluyaed et al.⁽¹⁶⁾ observent lors d'essais de traction monotone effectués à 673 K sous vide sur un acier inoxydable austénitique Z2CND18.12 une augmentation d'environ de 15% de la limite d'élasticité par rapport aux essais conduits à l'air. Cette différence est expliquée par un effet d'adoucissement de la surface contrôlée par l'environnement. surface qui possède des concentreurs de contrainte aux endroits où l'oxyde est fissuré et aux joints de grains. Dans notre cas (figures II.11a et II.16a), au premier cycle de sollicitation, les valeurs de contrainte sont similaires pour tous les environnements confondus, et ce n'est qu'à partir d'une certaine quantité de déformation plastique cumulée que l'effet se manifeste. A l'air, la présence d'une couche d'oxyde augmente dans un premier temps la densité des dislocations à la surface favorisant ainsi une accommodation localisée de la déformation. De plus, l'oxyde fragile fournit rapidement des concentreurs de contrainte et facilite l'amorcage de fissures très courtes, consommant ainsi une part d'énergie et réduisant celle disponible pour activer les sources de dislocations. Cette localisation de la déformation près de la surface produit un adoucissement qui peut influencer significativement la contrainte macroscopique des éprouvettes déformées.

Sous vide, le mécanisme est inversé, les dislocations peuvent s'échapper à l'extérieur, le nombre de sources de dislocations augmente et produit une distribution plus homogène de la déformation, repartie dans un volume plus grand.

La densité de dislocations sous vide est beaucoup plus importante qu'à l'air conduisant à un durcissement plus prononcé et l'énergie consommée aux premiers cycles est majoritairement concentrée au phénomène de création et de mouvement des dislocations.

Les résultats de notre étude mettent nettement en évidence le rôle de la présence ou de l'absence d'une couche d'oxyde sur les mécanismes d'endommagement par fatigue. De toute évidence, l'amorçage d'une fissure par fatigue se produit dans des zones où réside une concentration de contrainte. Nos analyses indiquent que celles-ci peuvent se trouver à la surface du matériau de manière conventionnelle mais également dans le

Chapitre II

volume. Les sites potentiels d'amorçage de fissure en surface sont en général les zones où des concentration de contraintes se forment par plasticité cyclique : pied d'une extrusion, intrusion, macle, joint de grain. La présence d'un revêtement peut accélérer la formation d'une microfissure en surface et réduire les durées de vie. Les fissures amorcées lors des essais de fatigue à l'air peuvent résulter de la concentration de contrainte induite soit par l'évolution du relief de la surface consécutive à l'émergence de bandes de glissement ou par la présence de la couche d'oxyde qui se forme au cours de cyclage.



Figure 11.21 : Micrographies MEB du 10 CD 9.10 pour la nuance V85F (a) Surface après fatigue à l'air Δ_{6t}=1.2%, (b) Coupe longitudinale après fatigue sous vide Δ_{6t}=0.4% (c) et (d) Surface après 15865 cycles de fatigue sous vide Δ_{6t}=0.4%

Les figures II.21(a, b, c, d) mettent en évidence les différences de topographie en surface des éprouvettes de l'acier V85F. Derrière la couche d'oxyde des éprouvettes cyclées à l'air (figure II.21a), les extrusions sont moins nombreuses qu'en surface des éprouvettes cyclées sous ide (figure II.21c et d). Par ailleurs (figures II.21b et II.21d) notons

l'existence d'une seconde phase intermétallique en volume et en surface qui a un impact probable sur l'endommagement par fatigue.

Sur certaines des éprouvettes, il a été possible de mettre à nu le matériau par retrait de la couche d'oxyde.

Finalement, la microstructure de l'acier V35F apparaît plus favorable que celle de l'acier V85F vis à vis des propriétés de fatigue oligocyclique à 565°C sous vide. A bas niveaux de déformation, l'influence de la bainite se traduit par une nette amélioration de la durée de vie sous vide. D'autre part, les niveaux de contrainte pour l'acier V35F sont plus élevés que ceux de l'acier V85F quel que soit le niveau de déformation appliqué sous vide et à l'air.



Figure II.22 : Courbe de résistance à la fatigue de l'acler 10 CD 9.10 nuances V35F et V85F sous vide et à l'air

II.6.- CARACTERISATION DES COUCHES D'OXYDE FORMEES EN COURS DE CYCLAGE

Puisque la formation d'oxydes provoque une évolution de la microstructure des aciers cyclés à chaud, une description est lci proposée. La figure II.23 montre le spectre de diffraction de Rayons X de la couche d'oxyde qui s'est décollée à la fin d'un essai de fatigue à chaud et à l'air de l'acier V85F. L'identification du diagramme montre que les oxydes présents ont été identifiés comme: Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , CrO_2 et MoO_2 .



Figure II.23 Spectre de diffraction rayons-x des oxydes formés à chaud dans l'acler 10 CD 9.10

Nous avons effectué des analyses par spectrométrie EDX (Figure II.24a, b et c) sur la couche adhérante entre l'alliage et la couche d'oxyde, la couche d'oxyde et la couche d'oxyde en tête de fissure pour le matériau V35F. Celles-ci montrent que la couche adhérante est constituée majoritairement d'oxydes de fer. Le défaut intermétallique observé dans l'acier V85F (Figure II.24c) a été identifié comment un sulfure de manganèse formé lors de l'élaboration de l'acier.

Fatigue oligocyclique : 10 CD 9.10 oxydation et vide







Les épaisseurs de la couche d'oxyde formée en surface des éprouvettes d'aciers V85F et V35F ont été mesurées à différentes fractions de la durée de vie pour observer les changements d'épaisseur possibles dus à l'introduction des cycles de déformation (tableaux II.3 et II.4).

% durée de vie	Epalsseur moyenne (µm)	Epalsseur maximale (µm)
25%	1.615	H.
50%	1.126	
75%	2.26	3.33
100%	1.82	
	% durée de vie 25% 50% 75% 100%	% durée de vie Epaisseur moyenne (μm) 25% 1.615 50% 1.126 75% 2.26 100% 1.82

Fatigue oligocyclique : 10 CD 9.10 oxydation et vide

Essal (Δε _t = 1.2%)	% durée de vie	Epalsseur moyenne (µm)	Epalsseur maxima (μm)	
A295	25%	2,29		
A265	50%	1.33	•	
A264	75%	3.87	3.87	
A281	100%	2.57	3.88	

Tableau II. 3: Epaisseurs des couches d'oxyde formées dans l'acler 10 CD 9.10nuance V85F après fatigue à l'air (a) $\Delta \varepsilon_t = 0.4\%$, (b) $\Delta \varepsilon_t = 1.2\%$

Essai (∆c _t = 0.4%)	% durée de vie	Epalsseur moyenne (μm)	Epaisseur maximale (µm)	
A341	25%	1.26		
A335	50%	1.27		
A338	75%	4.61	4.61	
A303	100%	3.22	4.35	
		(a)		
Essai (∆c _t = 1.2%)	% durée de vie	Epaisseur moyenne (μm)	Epaisseur maximale (μm)	
A325	25%	2.716	8.14	
A324	50%	2.37	3.05	
A323	75%	1.68	3,916	
A321	100%	3.46		

Tableau II. 4 : Epaisseurs des couches d'oxyde formées dans l'acler 10 CD 9.10nuance V35F après fatigue à l'air (a) $\Delta \varepsilon_t = 0.4\%$, (b) $\Delta \varepsilon_t = 1.2\%$

Nous constatons, en moyenne, que l'épaisseur de la couche d'oxyde évolue peu entre 25 et 50% de la durée de vie. Par contre, à partir de 50% de la durée de vie, l'épaisseur de cette couche augmente et double. On observe aussi que les couches les plus minces sont observées pour les essais à $\Delta \varepsilon_t=0.4\%$, même si à ce niveau de déformation, le temps d'exposition est plus long. On aperçoit aussi une augmentation d'épaisseur aux alentours de 75% de la durée de vie suivie d'une diminution à la rupture.

Chapitre II

La propagation d'une fissure principale en fin d'essai produit des déformations importantes à la surface de l'éprouvette provoquant un décollement partiel de la couche.

Les figures II.24b et II.24c montrent une microfissure d'une centaine de micromètres environ formée dans une éprouvette cyclée à l'air et sous vide. Nous pouvons observer que cette couche d'oxyde recouvre les surfaces libres de la fissure et empêche leur recollement.



Figure II.25 : Micrograph.'es MEB d'une microfissure formée dans l'acier 10 CD 9.10 nuance V35F (a) Après 650 cycles de fatigue à l'air Δε_t = 1.2%, (b) Après 1800 cycles de fatigue sous vide Δε_t = 1.2%

Sous vide (Figure II.25 (b)), l'absence d'atomes d'oxygène dans le système se traduit par un retard à l'amorçage des fissures. Ces fissures se propagent certainement plus lentement grâce au recollement des lèvres. En présence de lèvres oxydées, le fond de fissure peut être sollicité de manière plus complexe à cause des irrégularités et des variations d'épaisseur de l'oxyde.

II.7.- INFLUENCE D'UNE COUCHE D'OXYDE SUR LA FATIGUE OLIGOCYCLIQUE SOUS VIDE D'ACIERS 10 CD 9.10

La présence d'un revêtement sur un substrat est connue pour affecter la résistance à la fatigue. Dans notre cas, le revêtement – la couche d'oxyde – se forme progressivement en cours de cyclage. Les réductions de durée de vie résultent d'un effet mécanique entretenu par un processus d'oxydation. Nous tentons dans cette partie d'extraire cette contribution mécanique en formant une couche d'oxyde avant l'essai de fatigue. Pour ce faire, des éprouvettes ont été exposées pendant un temps d'oxydation équivalent à la durée de vie des essais menés à $\Delta \varepsilon_t = 0.4$ et 1.2% à l'air et à 565°C sur les nuances V85F et V35 F.

Essal	Temps d'oxydation	Epaisseur moyenne (μm)	Epaisseur maximale (µm)
Δε _i = 0.4%	2h 18'	2.10	•
∆e _t = 1.2%	1h 07'	2.20	2,50

 Tableau II. 5 : temps d'oxydation et épaisseurs des couches d'oxyde formées

 dans l'acler 10 CD 9.10 nuance V85F

Essai	Temps d'oxydation	Epaísseur moyenne (μm)	Epalsseur maximale (µm)
∆e _i = 0.4%	3h 15'	2.70	2.80
Δε _t = 1.2%	1h 30'	2.40	2.50

 Tableau II. 6 : temps d'oxydation et épaisseurs des couches d'oxyde formées dans l'acier 10 CD 9.10 nuance V35F

Chapitre II

II.7.1.- Comportement de l'acier V85F préoxydé

Les résultats des essais effectués sous vide à 565°C sur la nuance V85F préoxydée sont consignés dans le tableau II.7 et comparés aux essais sous vide et à l'air de l'acler non préoxydé (Figure II.26).

Nº essai	∆et (%)	Δευ2 (%)	∆£p/2 (%)	∆£e/2 (%)	Δσ/2 (MPa)	Nr
A330	0.400	0.200	0.125	0.075	216,0	10660
A333	0.400	0.200	<u>جنو</u>	-	190.0	13500
A*39	1,200	0.600	0.523	0.077	249.0	1300
A340	1.200	0,600	-	-	243.5	1600





Figure 11.26: Evolution de la contrainte en fonction du nombre de cycles N à l'air et sous vide de l'acler 10 CD 9.10 nuance V85F préoxydé ou non

L'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles N enregistrée sur les éprouvettes préoxydées puis cyclées dans le vide ressemble à celle des éprouvettes non préoxidées cyclées dans le vide. Comme commenté précédemment, conduire des essais de fatigue sous amplitude de déformation contrôlée sous vide demande des valeurs de contrainte supérieures à celles nécessaires pour les essais à l'air, même si la surface de l'éprouvette possède une couche d'oxyde adhérante. Les durées de vie sous vide sont supérieures à celles observées lors des essais à l'air avec un rapport de 2.9 fois pour $\Delta \varepsilon_t=0.4\%$ et de 2.2 fois pour $\Delta \varepsilon_t = 1.2\%$. Sous vide, la présence

d'une couche d'oxyde réduit les durées de vie de 1.8 fois pour $\Delta \varepsilon_t$ =0.4% et de 1.5 fois pour $\Delta \varepsilon_t$ = 1.2% par rapport aux essais sous vide sans couche d'oxyde formée.

Les observations métallographiques, effectuées en MO et MEB, montrent qu'à bas niveau de déformation ($\Delta \varepsilon_t$ =0.4%) sous vide, l'amorçage des fissures dans les éprouvettes préoxydées est pratiquement símilaire à celles observées sur des éprouvettes non préoxydées sous vide. Même si on constate quelques rares microfissures amorcées à la ε urface (Figure II.27a), l'origine de l'endommagement du matériau résulte d'une fissure amorcée près d'un défaut interne (Figure II.27b). Par contre, à $\Delta \varepsilon_t$ =1.2%, l'amorçage des fissures s'effectue en surface des éprouvettes et la propagation se produit donc vers le cœur (Figure II. 27c et d), comme ce qui est observé pour les essais effectués à l'air.



Figure II.27 : Acier 10 CD 9.10 Nuance V85F préoxydée (a), (b) micrographies optique et électronique à balayage après fatigue sous vide Δε_t=0.4% (c), (d) micrographies optique et électronique à balayage après fatigue sous vide Δε_t=1.2%
II.7.2.- Comportement de l'acier V35F préoxydé

Les résultats des essais effectués sous vide à 565°C sur l'acier V35F préoxydé sont consignés dans le tableau II.8 et comparés aux essais sous vide et à l'air de l'acier non préoxydé avant essai (Figure II.28).

N° essai	Δει (%)	Δευ2 (%)	Δερ/2 (%)	Δεθ/2 (%)	Δσ/2 (MPa)	Nr
A318	0.400	0.200	0.125	0.075	205.0	11100
A333	0.400	0.200		-	199.0	18730
A339	1.200	0.600	0.523	0.077	246.5	1620
A340	1.200	0.600	-	-	246.0	1270





Figure II.28: Evolution de la contrainte en fonction du nombre de cycles N à l'air et sous vide de l'acler 10 CD 9.10 nuance V35F préoxydé ou non

La figure II.28 montre deux comportements différents selon le niveau de déformation appliquée. Pour les essais menés à $\Delta \varepsilon_t = 0.4\%$, l'évolution de l'amplitude de contrainte au cours du cyclage est similaire quand l'acier est préoxydé puis cyclé sous vide ou, non préoxydé puis cyclé à l'air. Seule la durée de vie est modifiée; elle est 2.5 fois supérieure dans le vide qu'à l'air. Par contre, pour $\Delta \varepsilon_t = 1.2\%$, les comportements de l'acier préoxydé ou non en fatigue sous vide sont peu différents en comparaison avec celui observé à l'air. La durée de vie est 1.6 fois supérieure dans le vide qu'à l'air.

Les micrographies de la figure II.29 présentent les densités de fissures formées sur les éprouvettes préoxydées. Nous n'avons pas remarqué de différences importantes entre les deux niveaux de déformation analysés. Ceci diffère en revanche des essais à l'air ou à $\Delta \varepsilon_t$ =1.2%, le nombre de microfissures étant supérieur à celui de l'essal à $\Delta \varepsilon_t$ =0.4%. Ces observations montrent bien que la couche d'oxyde est un potentiel de microfissures dont l'activité est en partie contrôlée par un paramètre mécanique et pour une autre part par un paramètre chimique.



(c) (d) Figure II.29 : Acier 10 CD 9.10 Nuance V35F préoxydée
(a), (b) micrographies optique et électronique à balayage après fatigue sous vide Δ_{ει}=0.4%
(c), (d) micrographies optique et électronique à balayage après fatigue sous vide Δ_{ει}=1.2%

En résumé, l'analyse du comportement en fatigue oligocyclique sous vide d'éprouvettes d'acier 10 CD 9.10 préoxydées, avant chargement cyclique, indique que la présence d'une couche d'oxyde affecte peu l'évolution et les valeurs de la contrainte au cours du cyclage, mais, réduit la durée de vie en comparaison avec d'éprouvettes exemptes de couches d'oxydes.

II.8.- CONCLUSIONS

Les essais de fatigue oligocyclique à 565°C sous vide mettent en évidence le rôle de la microstructure et de l'environnement pour les aciers 10 CD 9.10 vis à vis de l'endommagement par fatigue. La bainite comme élément structural du matériau augmente la durée de vie et empêche l'apparition de l'encomption interne.

Effectuer des essais de fatigue à 565°C sous vi lue contrôle de la déformation requièrent des niveaux de contrainte plus élevés que pour les essais menés à 565° C à l'air.

Les durées de vie sont plus grandes sous vide qu'à l'air pour les deux matériaux étudiés car la couche d'oxyde qui se forme en cours d'essais est fragile et fissurable, ce qui génère des défauts concentreurs de contrainte.

Les fissures en fatigue sous vide dans le matériau majoritairement ferritique s'amorcent près de défauts internes situés à l'intérieur de l'éprouvette et se propagent de façon transgranulaire. Dans l'acier ferrito – bainitique, l'amorçage des fissures ne se produit qu'en surface de l'éprouvette de manière transgranulaire.

Les analyses ont montré qu'une couche d'oxyde qui se forme lors du cyclage est plus néfaste pour l'acier 10 CD 9.10 que celle formée avant fatigue.

L'endommagement par fatigue d'un acier 10 CD 9.10 dépend fortement de sa microstructure et de l'environnement et peut être schématisé de la manière représentée danc les figures II.30 et II.31.



Figure II.30: Schéma du processus d'amorçage et de propagation des fissures pour l'acier 10 CD 9.10 nuance V85F



Figure II.31 :Schéma du processus d'amorçage et de propagation des fissures Pour l'acier 10 CD 9.10 nuance V35F

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

¹ G. Béranger. Oxydation. Le Livre de L'acier. Chapitre 14, Lavoisier Tec-Doc, Paris, 1994, pp. 382-406.

² F.S. Petit, G. W. Goward. Oxidation-Corrosion-Erosion Mechanisms of Environmental Degadation of High Temperature Materials. Coatings For High Temperature Applications. Edited by E. Lang. Applied Science Publishers, London, 1983, pp. 1-32.

³ N. Birks, G.H. Meier. Oxidation of Pure Metals. Introduction to High Temperature Oxidation of Metals. Edward Arnold Publishers, London, 1983, pp.66-130.

⁴ L. Remy. Oxidation Effects in High Temperature Creep and Fatigue of Engineering Alloys. Corrosion – Deformation Interactions CDI'92, Edited by T. Magnin, J. M. Gras. Les Editions de Physique, France, pp. 425 – 459.

⁵ Z. Azery, G. Pluvinage. Utilisation d'un Modèle Probabiliste pour L'évaluation des Différentes Stades de Croissance de Fissures et de L'endommagement en Fatigue Oligocyclique à Chaud. Matériaux et Techniques N° 8-9, (1994), pp. 33-38.

⁶ D. J. Duquette. Environmental Effects I: General Fatigue Resistance and Crack Nucleation in Metals and Alloys. Fatigue and Microstructure. American Society of Metals, 1978, pp. 335-363.

⁷ **P. Marshall.** *The Influence of Environment on Fatigue*. Fatigue at High Temperature. Edited by R. P. Skelton, Applied Science Publishers, London, 1983, pp. 259-303.

⁸ K. U. Snowden. Effect of Air Pressure on the Fatigue of Lead and Aluminium. Nature, 189, (475 B), 1961, pp. 53-54.

⁹ J. Mendez. On the Effects of Temperature and Environment on Fatigue Damage Processes in Ti Alloys and in Stainless Steel. Materials Science and Engineering A263 1999, pp. 197-192.

¹⁰ D. Majumdar, Y. Chung. Surface Deformation and crack Initiation during Fatigue of Vacuum Melted Iron : Environmental Effects. Metallurgical Transactions A. Volume 14A, 1983, pp. 1421-1425.

¹¹ R. L. Hecht, J. R. Weertman. *The Effect of Environment on High-Temperature Hold Time Fatigue Behavior of Annealed 2.25 pct Cr 1pct Mo Steel.* Metallurgical Transactions A. Volume 29A, 1998, pp. 2137-2145.

¹² N. Tsujii, G. Abe, K. Fukaura, H. Sunada. *Effect of Testing Atmosphere on Low Cycle Fatigue of Hot Work Tool Steel at Elevated Temperature*. ISIJ International, Vol 35 1995, N°7, pp. 920-926.

¹³ N. M. Grinberg. The Effect of Vaccum on fatigue Crack Growth. International Journal of Fatigue, April 1982, pp. 83-95.

¹⁴ B. I. Verkin, N. M. Grinberg. *The Effect of Vaccum on the Fatigue Bahaviour of Metals and Alloys.* Materials Science and Engineering A, 41, 1979, pp. 149-181.

¹⁵ R. Wang, H. Mughrabi, S. McGovern, M. Rapp. *Fatigue of Copper Single Crystals in Vaccum and in Air I: Peristent Slip Bands and Dislocation Microstructures*. Materials Science and Engineering A, 65, 1984, pp. 219-263.

¹⁶ A. A. Abduluyahed, K. J. Kurzydlowsky. *Tensile Properties of a type 316 Stainless Steel Strained in Air and Vaccum*. Materials Science and Engineering A256, 1998, pp. 34-38.

¹⁷ T. Asyama, S. Cheng, Y. Tachibana, Y. Asada. *Creep-Fatigue Interaction of 21/4Cr-1Mo Steel in Very high Vacuum Environment.* JSME International Journal. Series I, Vol31, N°3, 1988, pp. 627-633.

¹⁸ H. Teranishi, A. J. McEvily. The Effect of Oxidation on Hold Time Fatigue Behavior of 2.25 Cr-1 Mo Steel. Metallurgical Transactions A, Vol. 10A, 1979, pp. 1806-1808.

¹⁹ M. Holzman, B. Vlacl., J. Man. Plastic Deformation and Fracture Behaviour of 2¼Cr-1Mo Pressure Vessel Steel With Bainitic and Bainitic-Ferritic Microstrcuture. Acta Technica CSAV, N°1, 1988, pp. 37-56.

²⁰ C. Vernault, J. Mendez. *Influence des Couches D'oxyde sur L'endommagement par Fatigue d'un Acier Inoxydable de Type 316L*. Ann. Chim. Sci. Mat, 24, 1999, pp. 351-362.

²¹ J. de Fouquet. Effet D'environnement. La Fatigue des Matériaux et des Structures, Claude Bathias et Jean Bailon (Editeurs), PUM, Les Presses de l'Université de Montreal, 1980, pp.292-311.

²² K. Hussain, A. Tauqir, F.H. Hashmi, A. Q. Khan. Short Fatigue Crack Growth in a Ferritic-Bainitic Steel. Metallurgical and Materials Transactions A, Vol 25A, 1994, pp. 2421-2425.

²³ B. Tomkins. *Fatigue : Introduction and Phenomenology.* Creep and Fatigue in High Temperature Alloys. Edited by J. Bressers. Applied Science Publishers, London, 1981, pp. 73-143.

LISTE DES FIGURES

Figure II.1 :	Diagramme d'équilibre Fer-Oxygène67
Figure II.2 :	Modèle d'interaction entre l'oxygène et une bande de glissement
-	dans l'amorçage d'une fissure par fatigue70
Figure II.3 :	Modèle de formation des cavités qui évolueront en une fissure70
Figure II.4 :	Effet de la pression d'oxygène sur la vitesse de propagation de fissure sur un acier inoxydable AISI 316L (Z2CND18-12) à 500°C71
Figure II.5 :	Variation de la durée de vie avec la pression d'air pour l'aluminium (a) et pour le plomb (b)
Figure II.6 :	Résistance à la Fatigue à l'air et sous vide à T=amb d'un alliage Ti-6AI-4V (a) et d'un acier 316L (Z6CND18-12) (b)
Figure II.7 :	Résistance à la fatigue de divers alliages à l'air et sous vide. Les zones délimitées à l'air et sous vide regroupe 19 alliages74
Figure II.8 :	Schéma du montage à chaud sous vide77
Figure II.9 :	Montage à chaud sous vide78
Figure II.10 :	Vérification de l'étalonnage entre les essais effectués avec le capteur positionnée sur l'éprouvette (Int) et celles effectués avec le capteur positionné à l'extérieur de l'éprouvette (Ext)
Figure II.11 :	Acier 10 CD 9.10 Nuance V85F (a) Evolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du nombre de cycles. (b) Evolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du pourcentage de la durée de vie
Figure II.12 :	Courbe de résistance à la fatigue pour l'acier V85F83
Figure II.13 :	Acier 10 CD 9.10 Nuance V85F. Evolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du nombre de cycles sous vide et à l'air83
Figure II.14 :	Acier 10 CD 9.10 Nuance V85F. (a), (b) micrographies optique et électronique à balayage après fatigue à l'air $\Delta \epsilon_t$ =0.4%. (c), (d) micrographies optique et électronique à balayage après fatigue à l'air $\Delta \epsilon_t$ =1.2%
Figure II.15 :	Acier 10 CD 9.10 Nuance V85F. (a), (b) micrographies optique et électronique à balayage après fatigue sous vide $\Delta \epsilon_t = 0.4\%$. (c), (d) micrographies optique et électronique à balayage après fatigue sous vide $\Delta \epsilon_t = 1.2\%$
Figure II.16 :	Acier 10 CD 9.10 Nuance V35F. (a) Evolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du nombre de cycles.(b) Evolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du pourcentage de la durée de vie
Figure II.17 :	Courbe de résistance à la fatigue pour l'acier V35F
Figure II.18 :	Acier 10 CD 9.10 Nuance V35F. Evolution de l'amplitude de la contrainte en fonction du nombre de cycles sous vide et à l'air
Figure II.19 :	Acier 10 CD 9.10 Nuance V35F. (a), (b) micrographies optique et électronique à balayage après fatigue à l'air $\Delta \epsilon_t=0.4\%$. (c), (d) micrographies optique et électronique à balayage après fatigue à l'air $\Delta \epsilon_t=1.2\%$

Figure II.20 : Figure II.21 :	Acier 10 CD 9.10 Nuance V35F. (a) micrographie optique après fatigue sous vide $\Delta \epsilon_t = 0.4\%$. (b), (c) micrographies optique et électronique à balayage après fatigue sous vide $\Delta \epsilon_t = 1.2\%$
Figure II.2? :	Courbe de résistance à la fatigue de l'acier 10 CD 9.10 nuances V35F et V85F sous vide et à l'air
Figure II.23 :	Spectre de diffraction rayons-x des oxydes formés à chaud dans l'acier 10 CD 9.10
Figure II.24 :	Micrographies MEB en mode électrons secondaires et spectres EDX de l'acier 10 CD 9.10. Nuance V35F après rupture par fatigue à l'air (a) couche adhérante entre l'alliage et la couche d'oxyde, (b) couche d'oxyde, (c) couche d'oxyde en tête de fissure, (d) inclusion
Figure II.25 :	Micrographies MEB d'une microfissure formée dans l'acier 10 CD 9.10 nuance V35F (a) Après 650 cycles de fatigue à l'air $\Delta \epsilon_t =$ 1.2%, (b) Après rupture sous vide $\Delta \epsilon_t = 1.2\%$
Figure II.26 :	Evolution de la contrainte en fonction du nombre de cycles N à l'air et sous vide de l'acier 10 CD 9.10 nuance V85F préoxydé ou non
Figure II.27 :	Acier 10 CD 9.10 Nuance V85F.(a), (b) micrographies optique et électronique à balayage après fatigue sous vide de l'échantillon préoxydé $\Delta \varepsilon_t=0.4\%$ (c), (d) micrographies optique et électronique à balayage après fatigue sous vide de l'échantillon préoxydé $\Delta \varepsilon_t=1.2\%$
Figure II.28 :	Evolution de la contrainte en fonction du nombre de cycles N à l'air et sous vide de l'acler 10 CD 9.10 nuance V35F préoxydé ou non
Figure II.29 :	Acier 10 CD 9.10 Nuance V35F.(a), (b) micrographies optique et électronique à balayage après fatigue sous vide de l'échantillon préoxydé $\Delta \varepsilon_t=0.4\%$ (c), (d) micrographies optique et électronique à balayage après fatigue sous vide de l'échantillon préoxydé $\Delta \varepsilon_t=1.2\%$
Figure II.30 :	Schéma du processus d'amorçage et propagation de fissures pour l'acier 10 CD 9.10 nuance V85F105
Figure II.31 :	Schéma du processus d'amorçage et propagation de fissures pour l'acier 10 CD 9.10 nuance V35F105

LISTE DES TABLEAUX

Résultats des essais de fatigue oligocyclique à T=565°C sous vide de la nuance V85F81
Résultats des essais de fatigue oligocyclique à T=565°C sous vide de la nuance V35F86
Epaisseurs des couches d'oxyde formées dans l'acier 10 CD 9.10 nuance V85F après fatigue à l'air (a) $\Delta \epsilon_t = 0.4\%$, (b) $\Delta \epsilon_t = 1.2\%$ 97
Epaisseurs des couches d'oxyde formées dans l'acier 10 CD 9.10 nuance V35F après fatigue à l'air (a) $\Delta \varepsilon_t = 0.4\%$, (b) $\Delta \varepsilon_t = 1.2\%$ 97
temps d'oxydation et épaisseurs des couches d'oxyde formées dans l'acier 10 CD 9.10 nuance V85F
temps d'oxydation et épaisseurs des couches d'oxyde formées dans l'acier 10 CD 9.10 nuance V35F99
Résultats des essais de fatigue oligocyclique à T=565°C sous vide de la nuance V85F préoxydée
Résultats des essais de fatigue oligocyclique à T=565°C sous vide de la nuance V35F préoxydée



Chapitre III

SOMMAIRE DU CHAPITRE III

COMPORTEMENT DE FISSURES COURTES FORMEES EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE A CHAUD D'ACIERS 10 CD 9.10

III.1 INTRODUCTION	115
III.2 NOTIONS ET COMPORTEMENT DES FISSURES COURTES	116
III.2.1 Modèles de comportement des fissures courtes	118
III.2.2 Influence des obstacles microstructuraux sur la propagation	
des fissures courtes	120
III.3. METHODE D'ANALYSE MESOSCOPIQUE POUR LES FISSURES	
COURTES	124
III.4 TECHNIQUES EXPERIMENTALES	127
III.4.1 Préparation des éprouvettes	127
III.4,2 Classification des fissures courtes selon sa longueur	127
III.5 INFLUENCE DES POPULATIONS DE FISSURES COURTES SUR LE	
COMPORTEMENT EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE	
DE L'ACIER 10 CD 9.10	129
III.5.1 Méthodologie	129
III.5.2 Distribution des fissures courtes dans l'acier 10 CD 9.10 à structure	Э
majoritairement ferritique.	130
III.5.3 Distribution des fissures courtes dans l'acier 10 CD 9.10 à structure	Э
biphasée	137
III.6 DISCUSSION	141
III.6.1 Rôle de la microstructure	141
III.6.2 Rôle de l'atmosphère oxydante (formée en cours de fatigue)	142
III.7 CONCLUSIONS	144
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	149

CHAPITRE III

COMPORTEMENT DES FISSURES COURTES FORMEES EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE A CHAUD D'ACIERS 10 CD 9.10

III.1.- INTRODUCTION

Afin de comprendre les mécanismes responsables de l'endommagement par fatigue oligocyclique des aciers 10 CD 9.10, nous avons procédé à une étude sur l'amorçage des fissures, dans les deux types d'environnement présentés au chapitre précédent.

Nous avons choisi d'étudier comme paramètre d'endommagement les fissures courtes après avoir constaté que celles-ci sont présentes en quantité importante jusqu'à 80% de la durée de vie. Le comportement de ces fissures fait appel à plusieurs disciplines et les recherches effectuées jusqu'à maintenant fournissent peu de renseignements sur le rôle des populations de fissures dans le comportement des matériaux sous sollicitation cyclique.

Les objectifs de ce chapitre sont :

- a) d'examiner l'amorçage et la propagation des fissures courtes, dans la nuance de structure quasi ferritique et dans la nuance de structure ferrito-bainitique d'un acier 10 CD 9.10 soumis à des environnements différents,
- b) d'identifier le rôle de la microstructure par rapport à la croissance des fissures et
- c) d'établir l'évolution des populations de fissures en fonction de leur longueur et de la durée de vie du matériau.

Les outils graphiques permettant de caractériser quantitativement les deux phases de l'endommagement par fatigue sont parfaitement établis. Pour caractériser la résistance à l'amorçage des fissures par fatigue, le diagramme de Wöhler (diagramme σ -N_r) (figure III.1) et le diagramme de Manson-Coffin (diagramme $\Delta \varepsilon$ - N_r) sont les outils

La description des deux phases d'endommagement par fatigue des matériaux de

• sur la formation des structures de dislocations et la formation de la microfissure

sur la fractographie des faciès de rupture obtenus après fatigue qui permet de

de référence. σ_{max}



Les informations sur les vitesses de propagation de fissures sous chargement cyclique sont obtenues à partir d'essais et d'éprouvettes de la mécanique de la rupture. Dans ce cas, des éprouvettes entaillées sont utilisées et on relie la vitesse de propagation da/dN à la variation du facteur d'intensité de contrainte AK (figure III.2).

Chapitre III

structure repose :

III.2.- NOTIONS ET COMPORTEMENT DES FISSURES COURTES

pour l'étude de l'amorçage et

caractériser la propagation des fissures.





Figure III.2 : Evolution de la vitesse de propagation en fonction du facteur d'intensité de contrainte

Cependant, aucune de ces deux représentations ne permet de rendre compte des différents phénomènes qui peuvent avoir lieu, entre l'amorçage en surface d'une fissure microscopique et la propagation en volume d'une fissure macroscopique. Dans le cas de la fatigue oligocyclique, cette situation apparaît encore plus obscure à cause du caractère de multifissuration qui fait intervenir un comportement collectif de microfissures au lieu d'un comportement individuel de quelques microfissures en fatigue endurance.

De nombreuses études expérimentales, initiées par Pearson⁽¹⁾, ont montré un comportement « anormal » pour des fissures de faible dimension. Le comportement de telles fissures, appelées fissures courtes, ne peut être décrit à partir des concepts de la mécanique de la rupture et n'obéit pas aux lois conventionneiles observées par des fissures longues (figure III.3). Selon Kitagawa, Takashashi, Taylor et Knott⁽²⁾ le terme «courte » correspond à une fissure d'une longueur critique qui ne peut pas être correctement décrite par la mécanique de la rupture et qui selon les normes ASTM a une longueur « a » telle que la taille de la zone plastique r_p vérifie la relation r_p ≥ a/50.

Chapitre III



Figure III.3 :

Représentation schématique des vitesses de croissance des fissures courtes et longues en fonction du facteur d'intensité de contrainte

Les travaux menés sur ce sujet^(1,3,4) ont montré que les variables à prendre en compte pour modéliser les fissures courtes en fatigue sont : la taille et l'orientation du grain, la taille de la zone plastique en tête de fissure, les joints de grains, la concentration de contrainte locale, la vitesse de croissance de la fissure. l'environnement et les conditions de sollicitation.

Une classification des fissures courtes a été établie par rapport à leur comportement vis à vis de la microstructure⁽⁵⁾. La fissure « microstructuralement courte » est définie comme celle qui peut être stoppée par des barrières structurales (joints de grains, joints de macles, inclusions, etc.). La fissure « physiquement courte » est, elle, insensible aux obstacles microstructuraux. En général, pour les aciers sollicités en fatigue, il s'agit de fissures microstructuralement courtes, c'est à dire sensibles à la microstructure.

III.2.1.- Modèles de comportement des fissures courtes

Différents modèles de comportement ont été développés sans succès à partir de la modification de certains concepts de la mécanique classique⁽²⁾. L'échec de ce développement provient du caractère continu des équations de la mécanique alors que dans la réalité, une fissure courte présente un caractère discontinu comme un ralentissement de la vitesse de propagation quand elle s'approche d'une barrière structurale. L'analyse par cette voie implique une indépendance du comportement des fissures courtes par rapport à la microstructure ce qui est inexact physiquement.

La solution proposée par Polak⁽¹⁾ est d'introduire le concept de fissure équivalente. Cela consiste à avoir une fissure physique, représentative d'une fissure dominante parmi toutes les fissures amorcées, qui est capable de franchir tous les obstacles jusqu'à la rupture finale. Ce modèle, ne prend pas en compte la densité des fissures courtes, ni la nature des barrières microstructurales.

De Los Rios et al. proposent un modèle basé sur les considérations suivantes :

- La vitesse de propagation d'une fissure est proportionnelle au durcissement des bandes de glissement. En particulier, cela suppose que l'énergie emmagasinée dans les bandes de glissement est égale à l'énergie nécessaire pour propager une fissure.
- Le modèle prend également en compte l'existence de barrières structurales pour la propagation de la fissure dans le grain suivant.

D'autres approches ont été formulées par Hobson et al., Navarro et De Los Rios et Hussain et De Los Rios. Hobson et al⁽⁶⁾, proposent des équations du comportement de fissures courtes basées sur le fait qu'une fissure traverse ou non un grain, à différentes vitesses. Deux équations de croissance sont proposées, une pour les fissures microstructuralement courtes et une autre pour les physiquement courtes. Navarro et De Los Rios⁽⁶⁾ expriment ce même comportement à travers une seule équation qui décrit la propagation des fissures à partir d'une succession des zones plastiques dans les joints de grains et l'amorçage d'une autre fissure dans la bande de glissement du grain voisin. Hussain et De Los Rios⁽⁶⁾ suggèrent une modification de l'équation précédente en combinant les modèles de Hobson et de Navarro avec une certitude de prédiction entre 2 et 22% concernant les durées de vie . La différence entre les trois modèles repose sur le choix des barrières structurales qui empêchent la trajectoire de la fissure.

Une autre approche basée sur la simulation numérique a été proposé par Bataille et Magnin⁽⁴⁾. Elle s'appuie sur l'hypothèse que la densité élevée de fissures courtes et la

Chapitre III

120

compétition entre la croissance des surfaces multiples de ces fissures, pendant plus de 90% de la durée de vie, suggère un processus aléatoire pour former la fissure fatale. Ce processus se produit pendant l'amorçage et la propagation en surface de microfissures, rendant imprévisibles les interactions entre ces fissures. Si l'endommagement par fatigue résulte de la combinaison de ces mécanismes (amorçage, propagation et interaction), l'approche usuelle de l'endommagement par fatigue se trouve insatisfaisante pulsqu'elle ne prend pas en compte l'effet des densités des fissures et l'aspect statistique de la formation de la fissure finale.

La majorité des modèles décrits précédemment reposent sur le fait que l'endommagement en fatigue oligocyclique est un processus contrôlé exclusivement par des paramètres concernant les densités de fissures en surface, jusqu'à la propagation en volume d'une d'entre elles qui aurait atteint une longueur critique. Le caractère tridimensionnel qui consiste à imaginer que les populations de fissures peuvent se propager en même temps en volume et en surface n'est pas pris en compte. Cependant, les travaux réalisés par Stolarz^(7,8) à partir d'observations sur des sections longitudinales d'éprouvettes montrent que les fissures courtes se propagent en surface <u>et</u> en volume et que les différences au niveau des vitesses de propagation sont relatives à la nature des barrières structurales présentes.

III.2.2.- Influence des obstacles microstructuraux sur la propagation des fissures courtes

Il apparaît ainsi que la propagation d'une fissure courte est un processus discontinu qui dépend étroitement de la microstructure. La taille de la zone plastique en tête de fissure est d'une très grande importance puisque c'est un des paramètres qui contrôlera la progression de la fissure. Si on s'appuie sur le modèle de De Los Rios et sur l'équation de Hall-Petch, on observe (figure III.4), que selon la taille de la zone plastifiée en tête de fissure et du durcissement associé, une concentration de contrainte locale (σ_a) apparaît sur le grain voisin. Suivant la valeur σ_a , plusieurs cas peuvent être envisagés :

- a) Si σ_a est très supérieure à la limite d'élasticité σ_y, la propagation se produit de façon immédiate et on pourra parler d'une fissure physiquement courte.
- b) Si σ_a est supérieure à la limite d'élasticité locale, la progression de la fissure dans le grain voisin a lieu suivant le degré de facilité à plastifier ce grain. Trois

types de situations peuvent se présenter : i) si le grain voisin est de la même phase et déformable, une nouvelle fissure peut s'amorcer; ii) si le grain voisin est d'une phase différente et plus dure, un blocage temporaire est envisageable ; iii) si le grain voisin est fissuré, la propagation a lieu par coalescence des deux fissures.



Figure III.4 : Interaction de la zone plastique en tête de fissure avec les joints de grains

- c) Si σ_a est légèrement supérieure à la limite d'élasticité locale, un blocage peut se produire si le grain voisin a tendance à durcir. Par contre, si ce ne pas le cas, la progression a lieu selon les situations évoquées précédemment.
- d) Sí σ_a est inférieure à la limite élastique locale, la fissure s'arrête définitivement par manque d'énergle pour vaincre les obstacles.

Les vitesses de propagation des fissures courtes vont varier en fonction de la nature des barrières. Celles-ci sont plus élevées comparées à celles des fissures longues⁽⁶⁾.

Obstacles, Coalescence et Propagation des Fissures Courtes.

Comme nous l'avons évoqué précédemment, les obstacles microstructuraux jouent un rôle très important lors de l'étape de propagation des fissures. Selon les différents modèles abordés, deux types de barrières sont établis : la première barrière est délimitée par les grains voisins de la fissure amorcée au premier grain (figure III.5a),

la deuxième composée de plusieurs grains qui arrêtent les fissures de longueur comprise entre 5 et 10 fois la taille des grains (figure III.5b). Dans ce cas l'énergie nécessaire pour franchir l'obstacle est répartie le long du périmètre des joints de grains et par conséquent, la difficulté de la propagation augmente.



(b)

Figure III.5 : Barrières structurales d'une fissure courte ⁽⁵⁾ a) première barrière b) deuxième barrière

Si on s'appuie sur le modèle de Navarro et De Los Rios, la propagation d'une fissure courte s'effectue par coalescence des fissures formées au fur et à mesure ou rencontrées lors de sa trajectoire. Ceci permet d'expliquer les observations de différents chercheurs (ex. Bataille et al.) sur le rôle des populations des fissures de différentes tailles à la surface. Dans cette optique, les fissures ont plus tendance à coalescer à la surface car les sites d'amorçage de fissures créés par endommagement par fatigue sont essentiellement en surface.

Selon les différents chercheurs^(3,9) cités précédemment, les fissures microstructuralement courtes amorcées à la surface sont en général classées en quatre types différents suivant leur taille :

- Type I : ce sont des microfissures qui ne dépassent pas la taille de grain du matériau.
- Type II : leur longueur est de l'ordre de deux à trois tailles de grain. Elles se forment par micropropagation en surface ou par coalescence de fissures du type I.
- Type III : proviennent de la propagation des fissures de type J et II, et leur longueur peut atteindre jusqu'à cinq diamètres du grain. Ces fissures sont orientées suivant une direction perpendiculaire à l'axe de sollicitation.
- Type IV : de taille supérieure à 5 diamètres du grain. Ces fissures se propagent en volume, à l'intérieur du matériau, et peuvent causer la rupture finale.



Figure III.6 : Schéma des différents types de microfissures

Cette notation ne s'applique pas aux fissures « physiquement courtes » dont la propagation dépend directement de l'état des sollicitations. De toute façon, les populations de ce type de fissures doivent être faibles, puisque la progression d'une fissure doit être rapide dès l'amorçage et qu'elle n'est pas ralentie par des obstacles microstructuraux.

III.3.- METHODE D'ANALYSE MESOSCOPIQUE POUR LES FISSURES COURTES

Nous avons choisi pour l'analyse des fissures courtes, la méthode proposée par J. Stolarz⁽³⁾. Elle est basée sur la quantification des populations de fissures, distribuées de façon uniforme, et observées à partir de coupes longitudinales d'une éprouvette non entaillée soumise à des sollicitations en fatigue oligocyclique. Estimons d'abord la relation entre la densité de fissures en surface et le nombre de fissures par unité de longueur sur une ligne parallèle à l'axe de sollicitation vertical AA' (densité linéaire des fissures), (Figure III.7).



Figure III.7 : Schéma d'une coupe longitudinale d'une éprouvette de fatigue

La probabilité *P* d'intersection entre la ligne verticale AA' et le segment linéaire de fissure de longueur *I* et incliné de $\pi/2 - \alpha$ par rapport à AA' s'écrit:

$$P = \frac{l \cos \alpha}{W} \tag{1}$$

où W est la largeur considérée

Pour une population de fissures courtes représentées dans la figure III.6, le nombre P_L de fissures intersectées par la ligne AA' est donné par :

$$P_{L} = D\overline{I} \,\overline{\cos\alpha} \tag{2}$$

avec D, densité de fissures courtes en surface qui est définie par l'équation (3) où N_f est le nombre de fissures et L la longueur de la coupe longitudinale,

$$D = \frac{N_f}{WL} \tag{3}$$

et pour $0 < \alpha < \pi/4$ (fissures orientées de façon préférentielle perpendiculairement à l'axe de sollicitation), $\overline{\cos \alpha}$ est défini par:



et
$$\int_{0}^{\pi/4} \cos \alpha \, d\alpha = \sin \alpha \Big|_{0}^{\pi/4} = \frac{\sqrt{2}}{2} \quad \text{et} \quad \int_{0}^{\pi/4} d\alpha = \frac{\pi}{4} \quad \text{donc} \quad \overline{\cos \alpha} = \frac{2\sqrt{2}}{\pi}$$
(5)

La profondeur b observée dans la section verticale ne représente pas la profondeur maximale mais plutôt une valeur moyenne. Si en profondeur la fissure a une forme elliptique, la profondeur de fissure maximale est «b»:

Si l'équation d'une ellipse est donnée par :





Figure III.8

d'où :

$$\overline{b} = \frac{\int_{0}^{a} b \sqrt{1 - \frac{x^{2}}{a^{2}}} dx}{\int_{0}^{a} dx} = \overline{b} = \frac{\pi b}{4} \implies b = \frac{4\overline{b}}{\pi}$$
(8)

Le facteur de forme (S) est défini par l'équation (9):

$$S = \frac{2b}{l} \tag{9}$$

La méthode consiste à repérer toutes les fissures (profondeurs) dans une coupe longitudinale, les classer selon leur longueur type et construire des courbes de densités de fissures selon leur taille, et en fonction de la durée de vie en vue d'une comparaison éventuelle. Le calcul du facteur de forme « S » permet d'estimer si les fissures en surface maintiennent leur forme au cours du cyclage (S constant).

III.4.- TECHNIQUES EXPERIMENTALES

III.4.1.- Préparation des éprouvettes

Pour compter les fissures en surface des éprouvettes de fatigue cyclées à l'air, nous avons poli manuellement la partie utile avec de la pâte diamantée de granulométrie allant jusqu'à 1 µm. Dans le cas des échantillons testés sous vide, aucune préparation n'a été effectuée. Les observations ont été menées sur un MEB Philips modèle 525M à partir du signal d'électrons secondaires. L'utilisation d'un microscope optique reste limité pour obtenir des images avec une résolution suffisante pour les fissures.

L'emploi de la méthode mésoscopique de comptage de fissures expliquée précédemment impose de tronçonner les éprouvettes dans un plan parallèle à l'axe de sollicitation. Ceci a été effectué à l'aide d'une scie STRUERS et permet d'avoir une surface plane non endommagée. Les échantillons subissent un polissage, d'abord mécanique aux papiers abrasifs contenant des grains de carbure de silicium (entre 1200 et 2400) puis sur support diamanté (6, 3, 1 µm) et sont attaqués au réactif Nital à 10%. La profondeur des fissures a été évaluée au microscope optique et au microscope électronique à balayage.

III.4.2.- Classification des fissures courtes selon leur longueur

Compte tenu du caractère biphasé des aciers étudiés, nous avons introduit dans le modèle utilisé, la définition de « taille de grain moyen », qui intègre la fraction volumique de phases et les tailles de grain.

Taille de Grain =

(Taille de Grain Ferrite)(% Ferrite en Volume)+(Taille de Grain Bainite)(% Bainite en Volume)

Nous obtenons ainsi pour la nuance V35F une taille de grain de 73.5 µm et pour la nuance V85F une taille de grain de 44.5 µm. Nous avons classé les fissures « par type » utilisant la classification décrite auparavant pour les fissures en surface. C'est à dire :

- type I : fissures de taille inférieure à une taille de grain moyen,
- type II : fissures comprises entre une et deux tailles de grain moyen,
- type III : fissures comprises entre deux et cinq tailles de grain moyen, et finalement

(10)

Chapitre III

• type IV : fissures d'une longueur supérieure à cinq tailles de grain moyen.

Le tableau III.1 reporte les longueurs de chaque type de fissure en fonction de la nuance de l'acier 10 CD 9.10.

Acier	V35F	V85F
Classification Selon la Taille de Grain	Type I : I < 74.5 μm Type II: 74.5 μm ≤ I ≤ 149 μm Type III: 149 μm ≤ I ≤ 370 μm Type IV: I > 370 μm	Type I : I < 44.5 µm Type II: 44.5 µm ≤ I ≤ 89 µm Type III: 89 µm ≤ I ≤ 222 µm Type IV: I > 222 µm

Tableau III.1 : Classement des fissures courtes par rapport à leur longueur.

L'organigramme suivant récapitule les différentes étapes à franchir pour obtenir des informations flables sur les évolutions des populations de fissures courtes.



Méthode Mésoscopique

III.5.- INFLUENCE DES POPULATIONS DE FISSURES COURTES SUR LE COMPORTEMENT EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE DE L'ACIER 10 CD 9.10

III.5.1.- Méthodologie

Les différents résultats obtenus à partir des observations en surface et à partir des coupes longitudinales sont rassemblés pour chaque nuance de l'acier 10 CD 9.10. Pour le matériau majoritairement ferritique (V85F), les différents résultats seront présentés par rapport aux situations suivantes :

- en surface sous vide,
- en coupe longitudinale sous vide,
- et finalement en coupe longitudinale à l'air.

Pour le cas du matériau biphasé (V35F), les résultats seront reportés de la manière suivante:

- en coupe longitudinale sous vide et
- en coupe longitudinale à l'air.

Dans tous les tableaux, nous avons répertorié le type d'amorçage (transgranulaire ou intergranulaire) des fissures courtes par rapport au type de grain et la fréquence d'observation en fonction du pourcentage de la durée de vie.

Les fissures à la surface et en volume ont été classées suivant leur longueur et leur comportement en croissance. L'évolution des densités des quatre types de fissures est représentée en fonction de la durée de vie en échelle linéaire. Les figures (III.9a et b) montrent cette représentation quand le comptage a été effectué à la surface sur la nuance V85F sous vide et les figures III.10, III13, III.15 et III.16, lorsque le comptage a été effectué à partir de coupes longitudinales de deux nuances dans les deux environnements étudiés.

III.5.2.- Distribution des fissures courtes dans l'acier 10 CD 9.10 à structure majoritairement ferritique

Pour faciliter l'interprétation de l'évolution des fissures courtes sur le matériau V85F, nous avons préféré aborder la discussion sur les résultats obtenus sous vide et en surface.



Evolution des densités des quatre types de fissures en fonction du pourcentage de la durée de vie pour le matériau V85F sous vide à partir d'observations en surface d'éprouvettes (a) $\Delta \varepsilon_t = 0.4\%$ et (b) $\Delta \varepsilon_t = 1.2\%$

Pour les essais menés sous vide à $\Delta \epsilon_t = 0.4\%$ (Figure III.9), nous pouvons constater que la population de fissures est essentiellement constituée de fissures de type I (jusqu'à 56 fis/mm²) pendant toute la durée de vie. La transformation de la plupart des

fissures de type I s'effectue après 75% de la durée de vie. A la rupture, plus de la moitié des fissures de type I a évolué très rapidement pour se convertir en fissures de type II et III. Cette propagation semble se produire par coalescence des fissures de type I dont la quantité critique déclenche la coalescence. Pour l'essai réalisé à $\Delta \epsilon_t = 1.2\%$, nous avons un comportement similaire des fissures de type I à partir de 25% de la durée de vie, puis une diminution brutale de la quantité de fissures de type I sans augmentation remarquable des fissures de type II et III pour le reste de la durée de vie. Cette constatation surprenante sera éclaircie à partir des observations sur les coupes longitudinales.

En effet, les graphiques obtenus à partir des coupes longitudinales (Figures III.10a ϵ ! b) pour les deux niveaux de déformation étudiés, indiquent des densités de fissures différentes de celles obtenues à partir de mesures en surface. Par exemple, les valeurs de densités des fissures du type I pour $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$ varient entre 0.8 et 8.4 (fis/mm²) en profondeur contre 36.7 et 55.6 (fis/mm²) en surface. Le même constat a été observé à $\Delta\epsilon_t=1.2\%$. De plus, des fissures du type II et III engendrées par la propagation des fissures du type I, apparaissent de manière beaucoup plus discrète. Une faible présence de fissures de type IV semble indiquer une propagation rapide de certaines fissures de type I. Ainsi la première remarque d'importance capitale est que du choix de la méthode dépendra la fiabilité des conclusions.



Evolution des densités de fissures de quatre types en volume en fonction du pourcentage de la durée de vie pour le matériau V85F sous vide (a) $\Delta \varepsilon_t = 0.4\%$ et (b) $\Delta \varepsilon_t = 1.2\%$

L'autre facteur à prendre en compte correspond à l'amorçage des fissures. En surface, l'amorçage semble être majoritairement intergranulaire (tableaux III.2 et III.3). Ceci ne s'avère pas être le cas à partir des observations en coupe longitudinale, ces valeurs peuvent changer selon le cas, et représenter jusqu'à 50% de fissures transgranulaires (tableaux III.4 et III.5). De nouveau, les résultats montre : l'importance du choix de la méthode d'observation. Le fait qu'une fissure amorcée à la surface sur un joint de grains ne signifie pas qu'elle soit intergranulaire.

132

Fréquence d'observation de fissures			
% de durée de vie	Intergranulaire	Transgranulaire	
25%	95,0%	5,0%	
50%	97,6%	2,4%	
75%	92.3%	7,7%	
100%	93,0%	7,0%	

Tableau III.2 :

Nature des fissures observées en surface de l'acier 10 CD 9.10 nuance V85F sous vide $at à \Delta \varepsilon_t = 0.4\%$

Fréquence d'observation de fissures				
% de durée de vie	Intergranulaire	Transgranulaire		
25%	100%	0%		
50%	99,5%	0,5%		
75%	99,9%	0,1%		
100%	100%	0%		

Tableau III.3 :

Nature des fissures observées en surface de l'acier 10 CD 9.10 nuance V85F sous vide et à ∆ε_t = 1.2%

Fréquence d'observation de fissures				
% de durée de vie	Intergranulaire	Transgranulaire		
25%	72,3%	27,7%		
50%	50,0%	50,0%		
75%	82,0%	18,0%		
100%	66,6%	33,4%		

Tableau III.4 :

Nature des fissures observées en coupe longitudinale de l'acier 10 CD 9.10 nuance V85F sous vide et à $\Delta \varepsilon_t$ = 0.4%

Fréquence d'observation de fissures				
% de durée de vie	Intergranulaire	Transgranulaire		
25%	50,0%	50,0%		
50%	55,2%	44,8%		
75%	80,5%	19,5%		
100%	78,4%	21,6%		

Tableau III.5 :

Nature des fissures observées en coupe longitudinale de l'acler 10 CD 9.10 nuance V85F sous vide et à $\Delta \varepsilon_t$ = 1.2%

Les résultats obtenus lors de l'étude des populations de fissures renforcent la thèse de l'importance des premières barrières structurales en fatigue oligocyclique. Dans le cas présent, la croissance d'une microfissure de longueur inférieure à la taille de grain est limitée par le joint de grains. De plus, même si l'amorçage a tendance à être intergranulaire, l'énergie nécessaire pour la propagation n'est pas disponible. Si on compare le mode de propagation en volume à celui de la surface, le mécanisme de

coalescence de fissures observé dans le premier cas n'est pas activé à cause de la faible population de fissures du type I .

La mise en évidence de fissures de type IV aux deux amplitudes de déformation, sans chute significative du nombre de fissures de type I (qui se seraient aussi transformées), s'explique par la formation de fissures internes (faible population) amorcées près de défauts intermétalliques ou par glissement aux joints des grains. Celles-ci semblent avoir l'énergie suffisante pour se propager mais une période d'incubation pour vaincre les obstacles microstructuraux est nécessaire.

L'évolution de la population de fissures courtes formées par fatigue à 565°C à l'air dans la nuance V85F est montrée dans les figures III.11a et b. Dans ces essais à l'air, seuls des comptages sur coupe longitudinale sont possibles. Dans le cas de l'essai mené à Ast = 0.4%, on peut constater qu'à 25% de la durée de vie, une certaine quantité de fissures de type I a déjà évolué pour se convertir en fissures de type II et III. A 50% de la durée de vie, les fissures du type II sont plus nombreuses que les fissures de type I et III . Cette valeur élevée peut être la cause d'un effet de coalescence de fissures de type I qui sont en train de se former et de celles déjà existantes. L'apparition de fissures du type IV s'explique par l'évolution des fissures de type III. A 75% de la durée de vie, on note une nette augmentation du nombre de fissures de type I. Le pic de densité peut s'expliquer par la superposition de deux effets responsables de l'amorçage : la rugosité issue de la fissuration de la couche d'oxyde agissant comme concentreur de contrainte local à la surface et le relief lié à la formation des intrusions et extrusions par fatigue oligocyclique. On observe aussi une augmentation du nombre de fissures de type III et IV au détriment des fissures de type II. A la rupture, l'abondance de fissures de type III et IV résulte de la coalescence de fissures de type I et II.

134



de la durée de vie pour le matériau V85F à l'air (a) $\Delta \varepsilon_t = 0.4\%$ et (b) $\Delta \varepsilon_t = 1.2\%$

Pour l'essai mené à $\Delta \epsilon_t = 1.2\%$, la situation diffère de celle observée à $\Delta \epsilon_t = 0.4\%$ durant la moitié de la durée de vie. Dans ce cas, on observe que l'amorçage entre 0 et 50% de la durée de vie provient exclusivement des fissures de type I . En revanche, à 75% de la durée de vie, la distribution de la population de fissures observée à ce haut niveau d'amplitude de déformation, ressemble à celui à faible niveau (Figure III.12). De même, à la rupture, on constate une nette augmentation de la quantité de fissures de type II, III et IV résultant de la coalescence de fissures de type I dont la quantité diminue de moitié par rapport à 75% de la durée de vie. Enfin notons les valeurs de densités en moyenne 4 fois plus élevées à haut niveau qu'à bas niveau.



Figure III.12 : Micrographie optique du 10 CD 9.10 pour la nuance V35F après 529 cycles de fatigue à l'air $\Delta \varepsilon_t = 1.2\%$

Les différences existantes entre les deux niveaux de déformation peuvent provenir de deux causes : premièrement, lors de la phase de mise en température de l'éprouvette suivie d'une durée de stabilisation en température, nous pensons qu'avant de démarrer l'essai, la couche d'oxyde formée est suffisamment épaisse pour générer des défauts en surface susceptibles d'annorcer des fissures. Deuxièmement, pendant la phase d'exposition à 565°C durant l'essai à $\Delta \varepsilon_t = 1.2\%$, on constate qu'à 25% de la durée de vie, c'est à dire après 16 minutes de cyclage, la population des fissures du type I est plus élevée que celle obtenue lors de l'essai à $\Delta \varepsilon_t = 0.4\%$ où la durée de cyclage correspondante est d'une demi-heure environ. Ceci montre que la couche d'oxyde joue un rôle tardivement dans la formation de microfissures et que le rôle de la rugosité induite par plasticité cyclique est loin d'être négligeable même en présence d'une couche d'oxyde. En revanche, la propagation des fissures de type I semble être aidée par le milieu oxydant.

Le mode d'amorçage des fissures (Tableaux III.4, III.5, III.6 et III.7) évolue nettement en fonction de l'environnement employé. A $\Delta \varepsilon_t = 0.4\%$ sous vide, les densités de fissures de type I atteignent 9 fis/mm² contre 1.8 fis/mm² quand les essais sont menés à l'air et où les longueurs de fissures sont plus grandes. Ceci représente l'efficacité de la

couche d'oxyde comme élément accélérateur de la propagation et également comme un élément favorisant l'amorçage.

Pour le niveau de déformation imposée de 1.2%, on observe une propension un peu différente à celle décrite précédemment. Dans ce cas, nous savons que le nombre de fissures formées par fatigue sous vide est plus faible que celui à l'air. Cette différence est attribuable aux défauts naissant dans la couche d'oxyde puisque le nombre d'extrusions est plus élevé sous vide.

On constate pour les deux niveaux de déformation etudiées, qu'à l'air, l'amorçage et la propagation sont de façon transgranulaires alors qu'ils sont de façon intergranulaires sous vide. Cela confirme l'efficacité de l'oxydation comme facteur d'endommagement dans les aciers 10 CD 9.10.

Fréquence d'observation de fissures			
% de durée de vie	Intergranulaire	Transgranulaire	
25%	0%	100%	
50%	0%	100%	
75%	0%	100%	
100%	0%	100%	

Tableau III.6 :

Nature des fissures observées en coupe longitudinale de l'acier 10 CD 9.10 nuance V85F à l'air et à $\Delta \varepsilon_t$ = 0.4%

Fréquence d'observation de fissures			
% de durée de vie	Intergranulaire	Transgranulaire	
25%	32.0%	68.0%	
50%	1.3%	98.7%	
75%	0%	100%	
100%	4.3%	95.7%	

Tableau III.7 :

Nature des fissures observées en coupe longitudinale de l'acier 10 CD 9.10 nuance V85F à l'air et à $\Delta \varepsilon_t$ = 1.2%

III.5.3.- Distribution des fissures courtes dans l'acier 10 CD 9.10 à structure biphasée.

L'analyse de la distribution de fissures formées dans la nuance V35F montre l'influence de la microstructure (deux phases) vis à vis de l'amorçage et de la propagation de fissures. La figure III.13 montre la distribution des fissures en fonction de la durée de vie de l'essai mené à $\Delta \epsilon_t = 1,2\%$ sous vide. Il faut attendre 50% de la durée de vie pour commencer à distinguer des fissures de type I. A 75% de la durée de vie une nette progression de ces fissures se produit.



 $\Delta \epsilon_{t} = 1.2\%$

De plus, la rupture semble être causée par la propagation d'un faible nombre de fissures puisque les fissures de type II, III et IV sont en très faible quantité (Figure III.14).



Figure III.14 : Micrographie optique du 10 CD 9.10 pour la nuance V35F après fatigue sous vide ∆ε_t = 0.4%
Lorsque cette nuance est sollicitée à 565°C à l'air (Figure III.15), on remarque une densité élevée de fissures de type I dès 25% de la durée de vie (21' 48"). A mi - durée de vie, les fissures commencent à coalescer et à se propager comme le témoigne la diminution de la population des fissures du type I et l'augmentation de la population de fissures du type I et l'augmentation de la population de



 $\Delta \varepsilon_t = 1.2\%$

La comparaison des résultats obtenus sous vide et à l'air, à $\Delta \epsilon_t = 1.2\%$, nous indique que l'oxydation joue un rôle prépondérant sur l'amorçage et un rôle secondaire sur la propagation de fissures. La transformation des fissures de type I en type II et III se produit lorsque une densité cyclique proche de 25 fis/mm² est atteinte.

Sur la nuance V35F la différence se situe dans la densité des fissures. Les fissures du type I sont plus nombreuses au cours de toute la durée de vie mais la coalescence et la propagation restent moins activées en comparaison de la nuance V85F. En ce qui concerne l'amorçage, nous pensons que la tendarce est semblable à celle de la nuance V85F.

Pour les essais réalisés à $\Delta \epsilon_t = 0.4\%$ sous vide, la nuance V35F présente des durées de vie supérieures à 50 000 cycles et est exempte de fissures.

Lorsque les essais sont effectués à l'air, les fissures de type I évoluent très rapidement en fissures de type II et III. Il y a une similitude avec la nuance V85F. A 75% de la durée de vie sous vide, un plc de fissures de type I est observé.



 $\Delta \varepsilon_1 = 0.4\%$

Les tableaux III.8, III.9 et III.10 indiquent que l'amorçage et la propagation des fissures est transgranulaire, indépendamment du milieu considéré.

Fréquence d'observation de fissures				
% de durée de vie	Intergranulaire	Transgranulaire		
25%	Pas de fissures	Pas de fissures		
50%	0%	100%		
75%	0%	100%		
100%	0%	100%		

Tableau III.8 :

Nature des fissures observées en coupe longitudinale de l'acler 10 CD 9.10 nuance V35F sous vide et à $\Delta \varepsilon_t$ = 1.2%

Fréquence d'observation de fissures					
% de durée de vie	Intergranulaire	Transgranulaire			
25%	0%	100%			
50%	0%	100%			
75%	0%	100%			
100%	0%	100%			

Tableau III.9 :

Nature des fissures observées en coupe longitudinale de l'acier 10 CD 9.10 nuance V35F à l'air et à $\Delta \varepsilon_t$ = 1.2%

Fréquence d'observation de fissures				
% de durée de vie	Intergranulaire	Transgranulaire		
25%	0%	100%		
50%	0%	100%		
75%	0%	100%		
100%	0%	100%		

Tableau III.10 :

Nature des fissures observées en coupe longitudinale de l'acier 10 CD 9.10 nuance V35F à l'air et à Δε_t = 0.4%

III.6.- DISCUSSION

III.6.1.- Rôle de la microstructure

Pour dégager le rôle de la microstructure sur le comportement des fissures courtes, comparons les résultats obtenus sous vide sur les aciers V85F et V35F. Dans cette situation, l'endommagement par fatigue à 565°C ne résulte que des modifications ou des évolutions de la microstructure, puisque aucun effet secondaire comme la couche d'oxyde n'assiste à la formation d'une microfissure.

La première remarque fondamentale concerne la nature de l'amorçage et de la propagation de fissures courtes, uniquement transgranulaire pour l'acler V35F et mixte pour l'acler V85, aussi bien à haut niveau de déformation qu'à bas niveau.

A haute amplitude de déformation, des fissures de type I envahissent pratiquement à elles seules l'éprouvette. Il est remarquable pourtant que, bien que les densités moyennes de ce type de fissures (type I) évoluent de manière différente d'une nuance à l'autre d'une part, et que d'autre part les valeurs soient très différentes, fes durées de vie des deux nuances sont quasi identiques. Il s'en suit que la durée de vie de l'acier est conditionnée par l'efficacité de la première barrière structurale à bloquer les fissures courtes. Deuxièmement, le franchissement de cette barrière serait déclenché quand une densité critique de fissures, caractéristique de l'acier, est atteinte. Le franchissement de la seconde barrière structurale se produit sans difficulté et conduit rapidement à la ruine du matériau.

A faible amplitude de déformation, le rôle de la microstructure apparaît de manière beaucoup plus simple. La différence de durées de vie est attribuée à une formation

Chapitre III

précoce de microfissures de type I dans l'acier V85F, dont la croissance peut être assurée par effet de coalescence de ces fissures, mais également de fissures internes amorcées à des inclusions ou au glissement des joints de grains. De nouveau, le rôle de la première barrière structurale apparaît déterminant puisque la rupture du matériau se produit sans transformation graduelle de fissures de type I en d'autres types. La présence de fissures de type II à 50 et 75% de la durée de vie, sans diminution appréciable de la quantité de fissures de type I, peut s'expliquer par l'efficacité de la seconde barrière structurale à bloquer les fissures ou par le rôle des fissures internes.

Ainsi, le rôle de la microstructure d'aciers 10 CD 9.10 sur l'endommagement par fatigue analysé sous l'angle des fissures courtes est de favoriser un amorçage et une propagation de ces fissures aux joints de grains quand la structure est majoritairement ferritique. La conséquence essentielle est de réduire la période d'incubation de fissures de type I, ce qui produit un effet positif sur la résistance à la fatigue à faible amplitude de déformation pour l'acier à structure ferrito-bainitique.

La résistance à la fatigue de ces aciers est conditionnée par l'efficacité de la première barrière structurale à bloquer les fissures de type I. Cette barrière structurale ne semble pas présenter une dépendance de premier ordre vis à vis de la microstructure. Le passage de cette barrière semble dépendre d'une densité critique qui diffère entre les deux nuances, mais qui conduit à des résistances en fatigue équivalentes.

III.6.2.- Rôle de l'atmosphère oxydante (formée en cours de fatigue)

La première incidence dans la réalisation d'essais de fatigue à 565°C à l'air est d'accentuer le caractère transgranulaire des fissures courtes, en particulier au cours de la phase de croissance. L'acier 10 CD 9.10 à structure majoritairement ferritique présente aussi une sensibilité marquée à l'amorçage intergranulaire, puisque observée aussi bien à l'air que sous vide. L'atmosphère oxydante produit dans les deux nuances d'aciers, une couche d'oxyde fragile qui sous l'action de la contrainte sera le siège de défauts à partir desquels des fissures s'amorcent dans l'acier. Ainsi, des fissures courtes de dimension inférieure à la taille de grain, sont amorcées après un nombre de cycles bien plus faible à l'air que dans le vide. La période d'incubation, qui requiert une déformation

142

plastique cumulée importante pour former une microfissure à partir d'une irrégularité de surface induite par l'émergence de bandes de glissement, est « court-circuitée ». Comme la formation d'une couche d'oxyde est très rapide, la présence de défauts concentreurs de contrainte apparaît tôt dans la durée de vie de même que l'apparition de fissures courtes de dimension de la taille du grain. Ainsi, <u>indépendamment de la microstructure</u>, un acier 10 CD 9.10 revêtu d'une couche d'oxyde peut être considéré comme un acier 10 CD 9.10 revêtu d'une couche d'oxyde peut être considéré comme un acier 10 CD 9.10 sans couche d'oxyde mais contenant des fissures de profondeur voisine à l'épaisseur de la couche d'oxyde. Ainsi, la couche d'oxyde à cause de son caractère fragile joue un rôle essentiel sur la phase d'amorçage de fissures.

Les essais effectués à faible amplitude de déformation montrent qu'une population de fissures de plus grande dimension apparaît pour des fractions de durée de vie plus faibles qu'à haute amplitude de déformation. Rapporté au nombre d'heures d'expérience, cela indique que l'atmosphère oxydante favorise également la propagation de fissures mais que le processus est lent. Contrairement à la phase d'amorçage assistée par l'atmosphère oxydante où le rôle de l'oxyde apparaît purement mécanique, la phase de propagation est contrôlée par la diffusion de l'oxygène en fond de fissures.

En résumé, la couche d'oxyde produite en surface comme la réaction entre l'atmosphère à 565°C et l'acier 10 CD 9.10, contrôle de manière mécanique et rapide l'amorçage de fissures dans l'acier. Mais le franchissement des premières barrières structurales est assisté par la diffusion de l'oxygène en fond de fissures.

III.7.- CONCLUSIONS

Ce chapitre avait pour objectif d'analyser les évolutions de populations de fissures dans les nuances V35F et V85F de l'acier 10 CD 9.10 sous chargement cyclique à l'air et sous vide.

Une méthode d'identification et de dénombrement de fissures selon leur taille a été employée sur des coupes longitudinales et en surface des éprouvettes.

Les conclusions principales qui peuvent être tirées sont les suivantes :

- Pour obtenir des informations fiables, <u>tant qualitatives que quantitatives</u>, les mesures doivent être effectués sur des coupes longitudinales.
- Une structure ferrito-bainitique conduit à un amorçage et une propagation uniquement transgranulaire des microfissures, alors que dans le cas de la structure quasi ferritique ceux-ci peuvent être aussi bien trans que intergranulaires.
- Le rôle de la microstructure (mis en évidence par les essais sous vide) se manifeste au niveau de la première barrière structurale mais pas au niveau de la seconde barrière. La présence de grains de bainite renforce l'efficacité de cette première barrière à bloquer les fissures.
- L'atmosphère contribue à réduire la période d'amorçage des fissures les plus courtes par un effet mécanique et immédiat de la couche qu'elle a formée en surface de l'acier. Le franchissement des premières et deuxièmes barrières est assisté par l'atmosphère oxydante mais la cinétique est très lente.

L'évolution des populations de fissures courtes d'un acier 10 CD 9.10 dépend fortement de sa microstructure et de l'environnement et peut être schématisée de la manière représentée dans les figures III.17a, III.17b, III.18a et III.18b.



Figure III.17a: Schéma de l'évolution des fissures courtes de l'acier 10 CD 9.10 nuance V85F sous vide



Figure III.17b: Schéma de l'évolution des fissures courtes de l'acler 10 CD 9.10 nuance V85F à l'air

146



Figure III.18a: Schéma de l'évolution des fissures courtes de l'acler 10 CD 9.10 nuance V35F sous vide



REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

¹ J. Polak, K. Obrtlik, A. Vasek. Short Crack Growth Kinetics and Fatigue Life of *Materials*. Materials Science and Engineering A234-236,1997, pp. 970-973.

² K. Hussain, E. R. de los Rios, A. Navarro. A Two-Stage Micromechanics Model For Short Fatigue Cracks. Engineering Fracture Mechanics Vol 44, N°3, 1993, pp. 425-436.

³ J. Stolarz. Stereological Analysis of Fatigue Short Crack Propagation Zircaloy-4. Low Cycle Fatigue and Elasto-Plastic Bahaviour of Materials K-T Rie and P. D. Portella (Editors), Elsiever Science, 1998, pp. 535 – 540

⁴ A. Bataille, T. Magnin. Surface Damaging Accumulation In Low Cycle Fatigue : Physical Analisis and Numerical Modelling. Acta Metall. Mater Vol 42, N° 11, 1994, pp. 3817-3825

⁵ J. Stolarz. Obstacles Structuraux à l'Endommagement par Fatigue des Alliages Polyphasés. Habilitation à Diriger des Recherches, Spécialité Physiques. Université des Sciences et Technologies de Lille, 2000.

⁶ K. Hussain. Short Fatigue Crack Behaviour and Analytical Models : A Review. Engineering Fracture Mechanics Vol 58, N°4, 1997, pp. 327-354.

⁷ J. Stolarz, *Multicracking In Low Cycle Faligue – a Surface Phenomenon*? Materials Science and Engineering. A234-236, 1997, pp. 861-864.

⁸ N. Baffie, A. Gironès, A. Mateo, M. Anglada, J. Stolarz. Influence of Interfaces on LCF Short Crack Propagation in the Bulk in Single Phase and in Duplex Stainless Steels. Fatigue 99.

⁹ A. Bataille, T. Magnin. Comparison of the Surface Cracking Process in Uniaxial and Multiaxial Fatigue.Multiaxial Fatigue and design, ESIS 21 (Edited by A. Pinneau, C. Cailletaud and T.C. Lindley), Mechanical Engineering Publications, London, 1996, pp. 195-207.

¹⁰ C. Kaynak, A. Ankara, T. J. Baker. *Initiationand and Early Growth of Short Fatigue Cracks at Inclusions.* Materials Science and Technology, May 1996, Vol 12, pp. 421-426.

¹¹ K. Hussain, A. Tauqir, F.H. Hashmi, A. Q. Khan. Short Fatigue Crack Growth Behavior in a Ferritic-Bainitic Steel. Metallurgical and Materials Transactions A, Vol 25A, 1 94, pp. 2421-2425.

¹² J. Polak, M. Klesnil, P. Liskutin. *Initiation and Growth of Short Fatigue Cracks in α-Iron.* Acta Technica CSAV, N° 6, 1985, pp. 650-662.

¹³ K. J. Miller. The Behaviour of Short Fatigue Cracks and their Initiation. Part I – A Review of two Recent Books. Fatigue Fract. Engng. Mater Struct. Vol 10, N° 1, 1987, pp. 75-91. ¹⁴ V. E. Panin. Plastic Deformation and Fracture of Solids at the Mesoscale Level. Materials Science and Engineering, A234-236, 1997, pp. 944-948.

¹⁵ J. Stolarz. Stereological Analysis of Short Crack Population in LCF and its Application to the Study of Crack Coalescence. Fatigue 99.

¹⁶ K. Hussain, E. R. de los Rios. Application of Short and Long Fatigue Crack Growth Behaviour in Lifetime Prediction of Mine Auxiliary Ventilation Fans. Materials Transaction, JIM, Vol 35, N° 9, 1994, pp. 585-590.

¹⁷ N. Tsujii, G. Abe, K. Fukaura, H. Sunada. Effect of Testing Atmosphere on Low Cycle Fatigue of Hot Work Tool Steel at Elevated Temperature. ISIJ International, Vol 35, N°7, 1995, pp. 920-926.

LISTE DES FIGURES

Figure III.1:	Courbe de Wöhler (diagramme S-N)116
Figure III.2 :	Evolution de la vitesse de propagation en fonction du facteur d'intensité de contrainte
Figure III.3 :	Représentation Schématique des vi ⁺ .ses de croissance des fissures courtes et longues en fonction du facteur d'intensité des contraintes
Figure III.4 :	Interaction de la zone plastique en tête de fissure avec les joints de grains
Figure III.5 :	Barrières structurales d'une fissure courte (a) première barrière (b) deuxième barrière
Figure III.6 ;	Schéma des différents types de microfissures
Figure III.7 :	Schéma d'une coupe longitudinale d'une éprouvette de Fatigue 124
Figure III.8 :	Schéma d'une ellipse
Figure III.9 :	Evolution des densités de fissures de quatre types de fissures en fonction du pourcentage de la durée de vie pour le matériau V85F sous vide à partir d'observations en surface d'éprouvettes (a) $\Delta \epsilon_l = 0.4\%$ et (b) $\Delta \epsilon_l = 1.2\%$
Figure III.10 :	Evolution des densités de fissures de quatre types en volume en fonction du pourcentage de la durée de vie pour le matériau V85F sous vide (a) $\Delta \varepsilon_l = 0.4\%$ et (b) $\Delta \varepsilon_t = 1.2\%$
Figure III.11:	Evolution des densités de fissures de quatre types en volume en fonction du pourcentage de la durée de vie pour le matériau V85F à l'air (a) $\Delta \varepsilon_{t} = 0.4\%$ et (b) $\Delta \varepsilon_{t} = 1.2\%$
Figure III.12 :	Micrographie Optique du 10 CD 9.10 pour la nuance V85F après 529 cycles de fatigue à l'aire $\Delta \varepsilon_t = 1.2\%$
Figure III.13 :	Evolution des densités de fissures de quatre types en volume en fonction du pourcentage de la durée de vie pour le matériau V35F sous vide, $\Delta \epsilon_{l} = 1.2\%$
Figure III.14 :	Micrographie Optique du 10 CD 9.10 pour la nuance V35F après fatigue sous vide $\Delta \epsilon_t = 0.4\%$
Figure III.15 :	Evolution des densités de fissures de quatre types en volume en fonction du pourcentage de la durée de vie pour le matériau V35F à l'air $\Delta \epsilon_{l} = 1.2\%$
Figure III.16 :	Evolution des densités de fissures de quatre types en volume en fonction du pourcentage de la durée de vie pour le matériau V35F à l'air $\Delta \epsilon_t = 0.4\%$
Figure III.17 :	Schéma de l'évolution des fissures courtes de l'acier 10 CD 9.10 nuance V85F sous vide (a) et à l'air (b)145
Figure III.18:	Schéma de l'évolution des fissures courtes de l'acier 10 CD 9.10 nuance V85F sous vide (a) et à l'air (b)146

151

LISTE DES TABLEAUX

Tableau III.1 :	Classement des fissures courtes par rapport à leur longueur	ŗ.
Tableau III.2 :	Nature de fissures observées en surface de l'acier 10 CD 9.10 nuance V85F sous vide et à $\Delta \varepsilon_t = 0.4\%$	í E
Tableau III.3 :	Nature de fissures observées en surface de l'acier 10 CD 9.10 nuance V85F sous vide et à $\Delta \epsilon_t$ = 1.2%	irk
Tableau III.4 :	Nature de fissures observées en coupe longitudinale de l'acier 10 CD 9.10 nuance V85F sous vide et à $\Delta \epsilon_t = 0.4\%$	
Tableau III.5 :	Nature de fissures observées en coupe longitudinale de l'acier 10 CD 9.10 nuance V85F sous vide et $\Delta \epsilon_t = 1.2\%$	
Tableau III.6 :	Nature de fissures observées en coupe longitudinale de l'acier 10 CD 9.10 nuance V85F à l'air et à $\Delta \epsilon_t = 0.4\%$	
Tableau III.7:	Nature de fissures observées en coupe longitudinale de l'acier 10 CD 9.10 nuance V85F à l'air et à $\Delta \epsilon_t = 1.2\%$	
Tableau III.8 :	Nature de fissures observées en coupe longitudinale de l'acler 10 CD 9.10 nuance V35F sous vide et $\Delta \epsilon_t = 1.2\%$	
Tableau III.9 :	Nature de fissures observées en coupe longitudinale de l'acier 10 CD 9.10 nuance V35F à l'air et $\Delta \epsilon_t = 1.2\%$	
Tableau III.10:	Nature de fissures observées en coupe longitudinale de l'acier 10 CD 9.10 nuance V35F à l'air et $\Delta \omega = 0.4\%$	
	الا بالا بليبينين ويبينين وبالتبليد بنين الأهقية كرين ويري بالمناف المنافرين المنافرين المنافرين والمابي بالمالي المالي والمعاد	

Conclusion Générale

CONCLUSION GENERALE

Suite à la constatation de dégradations par fatigue thermique de certains composants de centrales thermiques, un renforcement des connaissances sur les mécanismes d'endommagement par fatigue oligocyclique à chaud d'aciers 10 CD 9.10 s'est avéré nécessaire et à constitué l'objet de ce travail.

Cette étude prend en compte le rôle de la microstructure et l'effet de l'atmosphère oxydante.

Suivant cette démarche, des essais de fatigue oligocyclir, ue à l'air associés aux microscopies électronique à balayage et à transmission ont permis d'apporter des informations précieuses sur l'influence des traitements thermiques, notamment, l'effet du rapport des phases sur l'accommodation de la déformation.

Le comportement cyclique des aciers 10 CD 9.10 dépend beaucoup de la fraction volumique ferrite/bainite et du vieillissement de longue durée. Si le matériau est majoritairement ferritique, un durcissement cyclique est constaté. A partir d'observations MET, nous montrons que la structure cellulaire de dislocations est représentative des arrangements qui se forment dans la ferrite.

Par contre si la microstructure est essentiellement bainitique, un adoucissement cyclique est observé, conséquence du réarrangement des dislocations contenues dans les lattes de bainite.

Dans un acier 10 CD 9.10 contenant une fraction volumique de ferrite et bainite volsine, le comportement en fatigue sera fonction du comportement proche de chacun des grains et d'un effet interactif.

L'influence de longues durées d'exposition en température de service (vieillissement) affecte notamment la réorganisation des dislocations dans la bainite. Ainsi, un acier ferrito-bainitique présente une tendance à l'adoucissement d'autant plus marquée que la bainite est vieillie. Dans ce type de microstructure, les grains de ferrite et les grains de bainite participent à l'accommodation de la déformation cyclique de manière interactive.

L'importante oxydation constatée lors des essais à l'air à 565°C, nous ont poussé à analyser le rôle de l'atmosphère oxydante. Pour cela, un montage spécifique permettant d'effectuer des expériences de fatigue oligocyclique sous vide à été conçu. Dans ce contexte, nous avons étudié l'endommagement en fatigue à l'échelle mésoscopique en reliant les mécanismes d'amorçage et de propagation des fissures courtes aux effets que produit l'atmosphère oxydante.

Les différents résultats obtenus sous vide à 565°C, ont montré des durées de vie supérieures à celles obtenues à l'air à la même température (tous niveaux de déformation imposée confondus). L'augmentation de la résistance à la fatigue sous vide s'explique par la diminution du nombre d'embryons de fissures et leurs feibles vitesses de propagation. Par ailleurs, nous avons noté des valeurs de contraintes sous vide supérieures à celles mesurées lors des essais à l'air, à amplitude de déformation équiv-lente.

La couche d'oxyde qui se forme en surface est très nuisible vis à vis de la résistance à la fatigue oligocyclique. Celle-ci, fragile et fissurable, génère très rapidement des défauts concentreurs de contraintes en surface et favorise les conditions de propagation des fissures.

Sous vide, le constat d'une fissuration interne sur le matériau majoritairement ferritique, met en évidence le rôle de la microstructure et l'importance de la phase bainitique comme élément benéfique des aciers 10 CD 9.10 sollicités à 565°C.

Une étude du comportement des fissures courtes à l'échelle mésoscopique a été entreprise dans le but de préciser le rôle de la microstructure. Nous avons confronté deux méthodes d'investigation de mesures quantitatives de fissures et nous avons remarqué que les comptages effectués sur des coupes longitudinales d'éprouvettes conduisent à des résultats fiables. Ainsi

- sur certains matériaux, avoir une densit la fissures considérable à la surface n'indique pas une rupture fatale proche.
- La propagation d'une fissure en volume qui atteint une longueur supérieure à cinq tailles de grain, à une grande probabilité de se convertir rapidement en une fissure fatale.

- Les barrières structurales jouent un rôle important car elles agissent comme un obstacle à la progression des fissures.
- Solliciter ces matériaux sous vide retarde la plupart des propagations en volume des fissures d'une taille inférieure à la taille de grain pour les aciers 10 CD 9.10.

L'apparition d'une grande densité de fissures de dimension inférieure à la taille de grain, améliore la durée de vie des aciers 10 CD 9.10, à l'air et sous vide. Cette situation se produit grâce à la répartition de l'énergie disponible fournie par la sollicitation cyclique en multiples défauts, ce qui retarde une éventuelle rupture par la progression d'une fissure individuelle.

Enfin, toute la niéthodologie ici déployée, corrélation accommodation – structure de dislocations, relation densité de fissures courtes – durée de vie et la compréhension des différents mécanismes correspondants pourront être transposés sans difficulté vers des nouveaux aciers bainitiques 2.25Cr1Mo ou martensitiques 9-12% Cr dont l'emploi est prévu dans les centrales super critiques.

anan graphicom

AFNOR Cedex 7 - 92080 PARIS-LA-DÉFENSE

MIRE ISO Nº 1 NFZ 43-007

FIN