Propagation de fissure par fatigue dans les aciers austeno-ferritiques moulés : influence de la microstructure, du vieillissement et de la température d'essai

Virginie Calonne

▶ **To cite this version:**

Virginie Calonne. Propagation de fissure par fatigue dans les aciers austeno-ferritiques moulés : influence de la microstructure, du vieillissement et de la température d'essai. Mécanique [physics.med-ph]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001. Français. NNT : . tel-00005649

HAL Id: tel-00005649

https://pastel.hal.science/tel-00005649

Submitted on 5 Apr 2004

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

ECOLE DES MINES
DE PARIS

Collège doctoral

N° attribué par la bibliothèque

|__|__|__|__|__|__|__|__|__|__|

T H E S E

pour obtenir le grade de
Docteur de l'Ecole des Mines de Paris
Spécialité «Sciences et Génie des Matériaux»

présentée et soutenue publiquement par

Virginie CALONNE

le 13 juillet 2001

PROPAGATION DE FISSURE PAR FATIGUE DANS LES ACIERS AUSTENO-FERRITIQUES MOULES : INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE, DU VIEILLISSEMENT ET DE LA TEMPERATURE D'ESSAI

Directeur de thèse : André PINEAU

Jury

Mme S. DEGALLAIX, Ecole Centrale de Lille	Rapporteur
M T. MAGNIN, Ecole des Mines de Saint-Etienne	Rapporteur
M D. ACKER, Bureau de Contrôle des Chaudières Nucléaires	Examinateur
M Ph. BOMPARD, Ecole Centrale de Paris	Examinateur
M A. FISSOLO, CEA Saclay	Examinateur
Melle A.F. GOURGUES, Ecole des Mines de Paris	Examinatrice
Mme S. JAYET-GENDROT, EDF Moret sur Loing	Examinatrice
M J.B. VOGT, Université de Lille I	Examinateur

AVANT PROPOS

Ce travail de thèse s'est déroulé au Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris en collaboration avec la Direction de Sûreté des Installations Nucléaires. Il est le fruit d'un travail d'équipe dont je tiens ici à remercier tous les participants.

Mes premiers remerciements s'adressent à EDF et Framatome qui ont fourni les matériaux de l'étude.

Je me tourne ensuite vers André Pineau, mon directeur de thèse. Faire ma thèse avec lui a été un honneur. Ses compétences scientifiques, son expérience ainsi que sa grande disponibilité sont des qualités que j'ai particulièrement appréciées.

J'exprime également toute ma reconnaissance envers Anne-Françoise Gourgues qui est venue seconder André Pineau en cours de thèse. Son nom est pour moi synonyme de rigueur scientifique et de perpétuel entrain. Je garderai le souvenir de nos mémorables séances d'EBSD ainsi que de sa patience et de sa pertinence lors des nombreuses relectures de mon manuscrit.

Je pense ensuite à Gérard Brabant, René Locicero et Michel Rousselot, techniciens de l'équipe Matériaux-Mécanique. Ils ont tous trois fait en sorte que la partie essais mécaniques de cette thèse se déroule au mieux et dans la bonne humeur. Je tiens particulièrement à remercier Gérard qui m'a patiemment appris à dompter une MTS et s'est toujours montré attentif aux problèmes techniques que j'ai rencontrés.

L'ensemble du personnel du Centre des Matériaux est d'ailleurs impliqué dans le travail des thésards. Ils m'ont chacun fait profiter de leurs compétences et je leur en remercie. Je pense en particulier à Maria B. pour la microscopie, à Liliane M. pour la photographie, à Joseph V. et Alain N. pour l'électronique, à l'atelier pour l'usinage et les coups de mains, à Odile A. pour la bibliothèque et enfin à Hélène B. et Véronique D. pour le secrétariat. Je remercie également Jean-Pierre Trottier, directeur du laboratoire.

Je souhaite adresser une mention spéciale à Yves Bienvenu et à Jean-Dominique Bartout, respectivement responsable et technicien du groupe Métallurgie des Poudres – Elaboration. Yves Bienvenu m'a donné l'opportunité de mieux comprendre comment se solidifiait mon matériau. Jean-Dominique, quant à lui, a pris sur son temps de travail pour réaliser les essais appropriés. Ses qualités scientifiques et techniques, son enthousiasme et son franc parler ont rendu ce moment agréable.

Je renouvelle mes remerciements à l'ensemble des membres de mon jury de thèse et en particulier à mes deux rapporteurs, Suzanne Degallaix et Thierry Magnin, qui ont dû examiner en détails ce volumineux manuscrit. Ils m'ont démontré que le vendredi 13 n'était pas marqué du sceau de la malédiction !

Je tiens à remercier chaleureusement les thésards et amis avec qui j'ai partagé ces quelques années. Parmi eux, je pense particulièrement à Frédéric Sansoz pour les bons moments de détente que nous avons eu dans le bureau mais aussi pour les discussions scientifiques. Merci aussi à Fazilay

Laraba-Abbes pour nos échanges souvent personnels. Enfin, je me tourne vers Sylvain Ponnelle qui m'a fait profiter au quotidien de son enthousiasme et de sa bonne humeur communicative. Son soutien et surtout son amitié m'on été précieux.

Mes derniers remerciements sont pour Olivier, mon compagnon, qui s'est toujours montré patient et compréhensif pendant ces années de travail « bénédictin ».

RESUME

A la température de service (320°C), la ferrite des composants en acier inoxydable austéno-ferritique du circuit primaire des centrales nucléaires subit un vieillissement par transformations microstructurales. Cette phase devient alors fragile et la résilience du matériau chute.

L'objectif de ce travail est d'étudier les vitesses et les mécanismes de propagation de fissure par fatigue en fonction du vieillissement et de la température d'essai (20°C/320°C). Pour cela, deux aciers moulés (30% de ferrite) sont testés. Dans le but de mieux comprendre le rôle joué par l'orientation cristallographique des phases dans le mécanisme de propagation, la microstructure du matériau est étudiée par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) et par Trempe en Solidification Dirigée. Des éprouvettes sont également prélevées de telle sorte que la fissure se propage au travers de structures de solidification équiaxes et basaltiques. Microstructure, propriétés mécaniques en fatigue/fissuration et mécanismes sont alors reliés.

Pour la gamme de delta K balayée, la fissure avance sans chemin préférentiel par rupture successive des lattes de chacune des phases. Le plan macroscopique de fissuration, déterminé par EBSD, est imposé par l'orientation cristallographique du grain ferritique. Ainsi, selon la structure de solidification, des fissures secondaires peuvent apparaître ce qui influe sur les vitesses de propagation.

La fermeture de fissure, mesurée afin d'estimer les vitesses de propagation intrinsèques au matériau, diminue avec le vieillissement ce qui s'explique par l'accroissement de la composante cinématique du comportement plastique cyclique. La pente de la droite de Paris déterminée à partir des vitesses intrinsèques augmente avec le vieillissement. Le domaine de vitesse peut alors être séparé en deux parties : celle pour laquelle les vitesses sont plus faibles dans le matériau vieilli que dans le matériau non vieilli et celle pour laquelle la tendance est inversée.

Mots clés : propagation de fissure, fatigue, aciers biphasés, vitesse de propagation, fermeture de fissure, mécanisme, structure de solidification, cristallographie, EBSD.

TABLE DES MATIERES

PARTIE A : INTRODUCTION GENERALE…….……..1

PARTIE B : RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES…….……...……11

Les différents types d'aciers inoxydables……...……13

Chapitre 1 : Fragilisation des aciers austéno-ferritiques……...…21

1.1. Transformations microstructurales dans la ferrite……24

1.1.1. Démixtion de la solution Fe - Cr

1.1.2. Précipitation de la phase G

1.1.3. Phénomènes de fragilisation secondaires

1.1.4. Interaction entre les différents phénomènes

1.2. Durcissement de la phase ferritique…….…29

1.3. Mesure du vieillissement……..31

1.4. Cinétique de vieillissement……...……33

1.5. Influence des paramètres métallurgiques……..35

1.6. Influence des paramètres de fabrication……...37

1.7. Conséquences du vieillissement sur les propriétés mécaniques……...39

Chapitre 2 : Comportement cyclique……...…….……...…43

2.1. Remarques générales sur les boucles de fatigue……...……47

2.2. Mécanismes de déformation cyclique…….……51

2.3. Evolution de la phase α' sous sollicitations cycliques……...……..55

2.4. Endurance……...……..59

2.4.1. Influence de l'amplitude de déformation sur l'évolution des amplitudes de contraintes en fonction du nombre de cycles

2.4.2. Influence du vieillissement et de la température d'essai sur la résistance à la fatigue

2.5. Mécanismes d'amorçage et de propagation de fissure……..……...61

2.6. Effet d'anisotropie lié à la texture du matériau…….63

2.7. Conclusions……...66

Chapitre 3 : Propagation de fissure par fatigue……...……...……69

3.1. Introduction……71

3.2. Influence du vieillissement……..……75

3.3. Influence du plan de propagation de fissure…….81

3.4. Influence du rapport de charge……...85

3.5. Influence de la température d'essai……..……..88

3.6. Influence du milieu…….……...89

3.7. Mécanismes de propagation de fissure……..90

3.7.1. Mécanismes de rupture

3.7.2. Chemin de fissuration
3.8. Mécanismes de fermeture de fissure……..…97
3.9. Conclusions……..101

PARTIE C : MATERIAUX DE L'ETUDE……103

Chapitre 4 : Composition chimique et analyse inclusionnaire…...…….. ..107
4.1. Composition chimique……108
4.1.1. Analyse chimique
4.1.2. Teneurs en ferrite
A) Méthodes de détermination de la teneur en ferrite
B) Teneurs en ferrite de nos matériaux
4.2. Analyse inclusionnaire……115

Chapitre 5 : Structure du matériau..……...…….……...……..117
5.1. Macrostructure des matériaux……...…….……...…119
5.2. Microstructure des matériaux……..……121
5.2.1. Observation en microscopie optique
5.2.2. Analyse par EBSD
a) Morphologie des grains
b) Etude cristallographique des grains
5.3. Etapes de solidification……129
5.3.1. Etapes de solidification déterminées à partir des diagrammes de phases
5.3.2. Etude expérimentale des étapes de solidification
a) Analyse thermique différentielle
b) Trempe en solidification dirigée

Chapitre 6 : Propriétés mécaniques des matériaux……...…….…….153
6.1. Dureté……..……..……155
6.1.1. Microdureté
6.1.2. Cinétique de durcissement
6.2. Traction……..……157
6.2.1. Acier austénitique 316 LN
6.2.2. Coude EK
6.2.3. Coude n°1
6.2.4. Conclusions
6.3. Résilience……...…….167

Conclusions……...……171

PARTIE D : COMPORTEMENT MECANIQUE ET MECANISMES DE PROPAGATION DE FISSURE PAR FATIGUE……..……173

Chapitre 7 : Fatigue oligocyclique……175

7.1. Etude du comportement cyclique du matériau……....177

7.1.1. Mise en œuvre expérimentale

7.1.2. Tendances générales

7.1.3. Influence de la ferrite

7.1.4. Influence du vieillissement

7.1.5. Influence de la température d'essai

7.2. Evolution de la phase α'avec les sollicitations cycliques……...200

7.2.1. Mise en œuvre expérimentale

7.2.2. Conséquences de la sollicitation cyclique

7.2.3. Mesure des énergies à rupture

7.2.4. Discussion

7.3. Conclusions……...……..210

Chapitre 8 : Vitesses de propagation de fissure par fatigue…...……....213

8.1. Mise en œuvre expérimentale……..……...……214

8.1.1. Mesure de la longueur de fissure

8.1.2. Chargement limite des éprouvettes

8.1.3. Mesure de la fermeture de fissure

8.1.4. Paramètres des essais

8.1.5. Méthode de dépouillement des essais

8.2. Influence du vieillissement……233

8.2.1. A l'ambiante

8.2.2. A 320°C

8.2.3. Discussion

8.3. Influence de la température d'essai……...245

8.4. Influence de la structure de solidification……...248

8.5. Influence du rapport de charge……...250

8.6. Conclusions……...……...253

Chapitre 9 : Mécanismes de propagation de fissure par fatigue……...…….255

9.1. Mécanismes de déformation, d'endommagement et de rupture……257

9.1.1. Mécanismes de déformation

9.1.2. Mécanismes d'endommagement

9.1.3. Mécanismes de rupture

9.2. Propagation de fissure à l'échelle macroscopique ……281

9.2.1. Observations sur sections polies et sur faciès de rupture

9.2.2. Mesures de rugosité

9.2.3. Discussion

9.3. Détermination du chemin cristallographique de la fissure…..……..293

9.3.1. Méthode de calcul des traces de fissure

9.3.2 Détermination des plans de fissure

9.4. Mesures de proportions de ferrite et d'austénite traversées par la fissure……..303

9.4.1. Mesures le long de la fissure

9.4.2. Mesures sur les surfaces de rupture
9.5. Mesures des interstries……..……..313
9.6. Conclusions ……...317

PARTIE E : DISCUSSION……..319

PARTIE F : CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES……347

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES……357

ANNEXES……...…371

Annexe 1 : Electron Back Scatter Diffraction……...……...373
Annexe 2 : Fatigue oligocyclique……..…...……377
Annexe 3 : Propagation de fissure par fatigue – Mise en œuvre expérimentale……..……383
Annexe 4 : Tableaux récapitulatifs des essais de propagation de fissure par fatigue……...391
Annexe 5 : Attaques métallographiques……..395

Partie A :

INTRODUCTION GENERALE

CONTEXTE DE L'ETUDE

Voulant assurer son indépendance énergétique à la fin des années 60, la France s'est dotée d'un parc électro-nucléaire dont les installations les plus récentes et les plus nombreuses sont les réacteurs à eau sous pression (REP). La première tranche de ce type, Chooz A (300 MW), a été conçue en 1967. Depuis, Electricité de France dispose de 58 REP qui lui permettent d'assurer 82% de sa production. Les réacteurs électro-nucléaires sont de trois types (900, 1 300 et 1 400 MW), chaque nouvelle tranche apportant un certain nombre de progrès par rapport à la précédente.

Une centrale électro-nucléaire est constituée de deux circuits indépendants : les circuits primaire et secondaire (Figure A - 1). Le circuit primaire (Figure A - 2) comprend une cuve dans laquelle sont plongés les assemblages combustibles. La chaleur générée par ceux-ci est récupérée par un fluide circulant sous une pression de 150 bars grâce à des pompes et à un pressuriseur. En fonctionnement, le circuit primaire est soumis à des températures variant de 280°C pour la branche froide (entrée de cuve) à 320°C pour la branche chaude (sortie de cuve). Cette chaleur est alors transmise au circuit secondaire par l'intermédiaire d'un générateur de vapeur. La vapeur actionne une turbine qui génère à son tour de l'électricité.

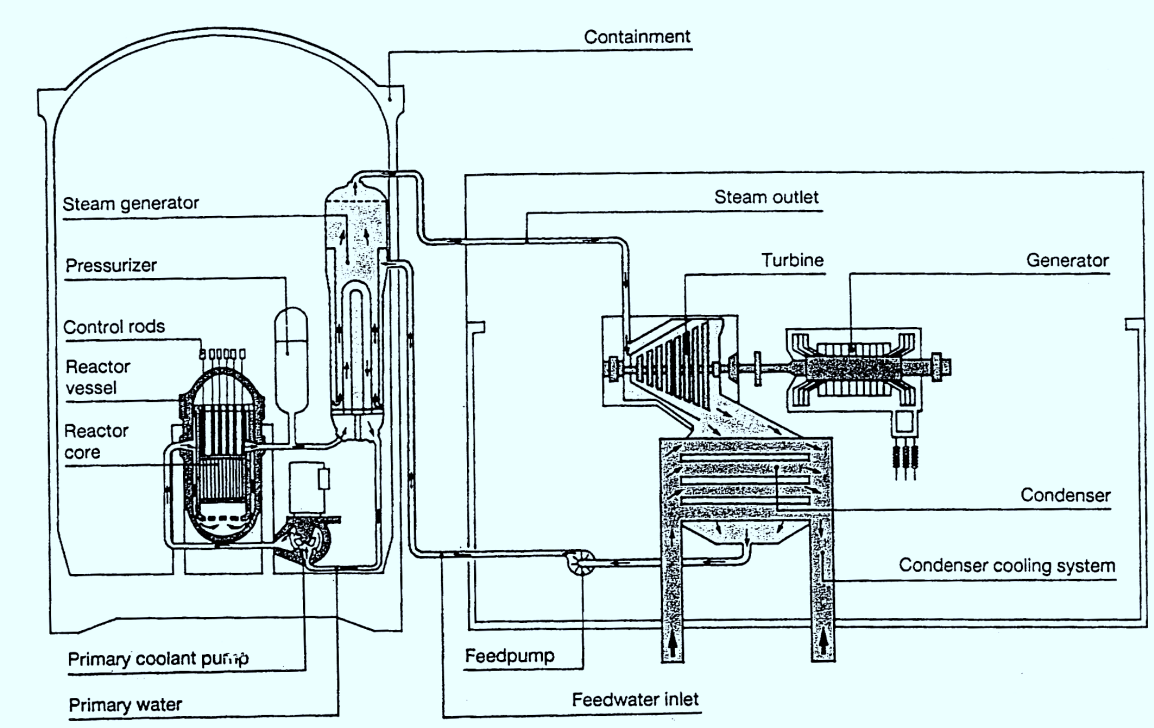


Figure A - 1 : Schéma de principe d'un réacteur nucléaire à eau sous pression [EDF, 1996].

D'après les articles 9 et 10 de l'arrêté du 26 Février 1974 portant sur la réglementation des chaudières nucléaires à eau sous pression [Arrêté Nucléaire, 1974], l'exploitant est tenu de garantir l'absence de tout risque de rupture brutale des composants et d'estimer la résistance de l'appareil à l'apparition des dommages suivants : déformation excessive, instabilité plastique, déformation et fissuration progressive.

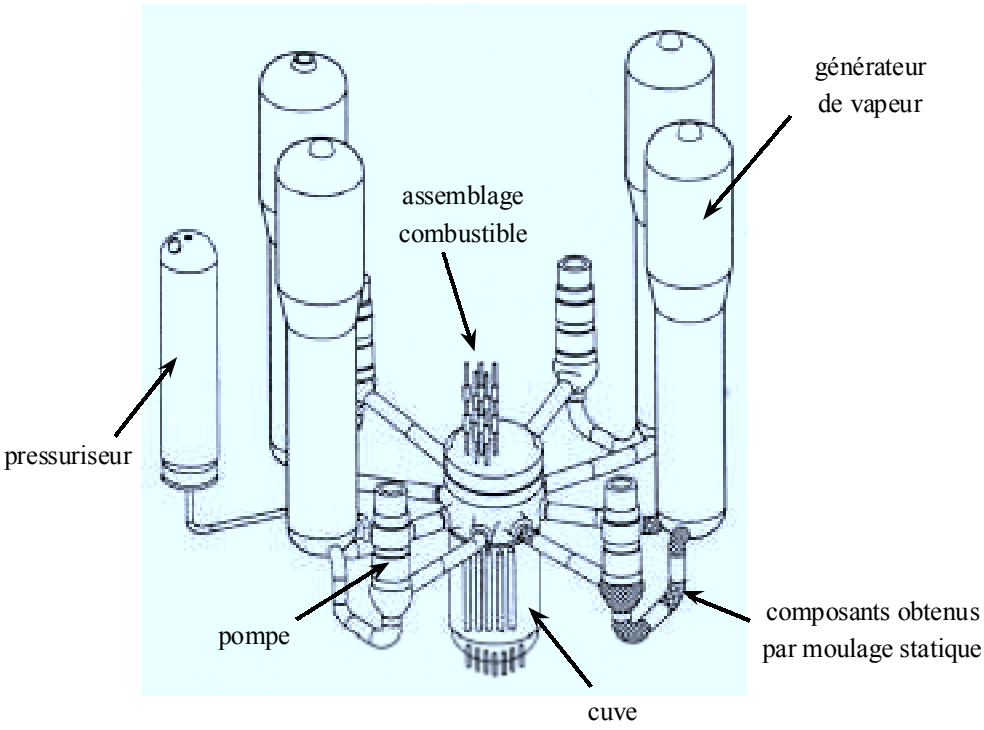


Figure A - 2 : Schéma du circuit primaire d'un REP [Masson et al., 1997].

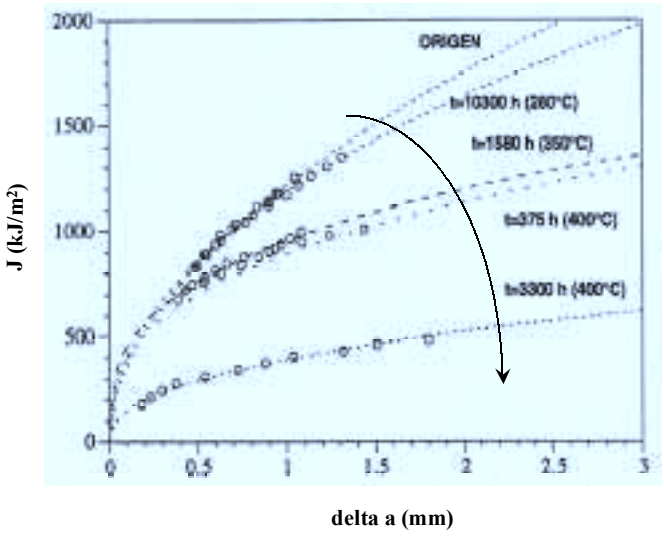


Figure A - 3 : Influence du vieillissement thermique sur les courbes J/Δa des aciers austéno-ferritiques [Sanchez, 1996].

Or la température de service (280°C à 320°C) provoque le vieillissement de certains composants du circuit primaire en acier inoxydable austéno-ferritique (nuances Z 3 CND 19-10 M et Z 3 CN 20-09 M). Les composants concernés sont les coudes et piquages inclinés des tuyauteries, les corps de clapets, les robinets et les volutes de pompes primaires [Masson et al., 1997]. Le principal phénomène à l'origine du vieillissement thermique est la formation de précipités α' suite à la démixtion du chrome présent dans la phase ferritique de ces aciers. La ferrite, devenue dure et fragile, rompt alors par clivage dès le début de la déformation plastique ce qui provoque la chute de la ductilité, de la résilience et de la ténacité du matériau (Figure A - 3).
Dans les années 60, le vieillissement thermique de la ferrite était déjà connu grâce notamment aux travaux de Fischer [1953]. L'énergie d'activation de la démixtion α/α' avait alors été mesurée sur des échantillons vieillis de manière accélérée à des températures supérieures à celles de service. Or, des études ultérieures comme celle de Bonnet et al. [1990] ont mis en évidence que cette énergie d'activation diminue lorsque la température augmente. De plus, la sensibilité du matériau au vieillissement dépend fortement de sa composition chimique. L'extrapolation de résultats de vieillissements accélérés à des températures plus basses se révèle donc non seulement hasardeuse mais également optimiste. La durée de vie des composants, initialement estimée à 40 ans, a par conséquent été revue à la baisse.

La première solution envisagée a été d'utiliser des nuances moins sensibles au vieillissement et de concevoir des tuyauteries forgées (REP 1 400 MW) [Bezdikian et al., 1997]. En effet, la présence de la ferrite dans de telles proportions permet principalement d'éviter la fissuration à chaud au cours du processus de moulage des composants. Il reste cependant nécessaire de garantir la tenue mécanique des tuyauteries mises en service antérieurement. C'est pourquoi, de nombreuses recherches ont été engagées aux Etats-Unis, en Grande-Bretagne, en Espagne et en France (par EDF, Framatome, le CEA et la Direction de Sûreté des Installations Nucléaires).

Les efforts ont tout d'abord été concentrés sur les mécanismes et les paramètres influents du vieillissement ainsi que sur les méthodes de prévision de durée de vie [Pumphrey et Akhurst, 1990], [Bonnet et al., 1990], [Soro, 1997] et [Jayet-Gendrot et al., 1998]. Parallèlement, des études ont été menées à propos de l'influence du vieillissement sur la résilience du matériau, paramètre important du dimensionnement des composants. Les mécanismes de déformation, d'endommagement et de rupture des deux phases ont été étudiés en détail sous sollicitation de traction [Joly, 1992], [Duval, 1992], [Verhaeghe, 1995] et [Devillers-Guerville, 1998]. Ces auteurs ont mis en évidence l'hétérogénéité de l'endommagement ainsi que la dépendance des mécanismes de rupture de la ferrite en fonction de la température d'essai et du niveau de vieillissement. Cette description des mécanismes a apporté une aide précieuse au calcul et à la prévision du comportement des structures. Les premières modélisations ne tenaient pas compte du caractère biphasé du matériau mais intègraient les cinétiques de germination de l'endommagement [Duval, 1992], [Joly, 1992] et [Devillers-Guerville, 1998]. Plus tard, Bugat [2000] et Mcirdi [2000] ont utilisé une modélisation micromécanique. Le comportement du matériau a été simulé en tenant compte non seulement de ce qui se passe à l'échelle du bi-cristal (ensemble de lattes de ferrite et d'austénite d'orientations cristallographiques homogènes) mais aussi à l'échelle de la latte en elle-même.

Même si la résistance à la déchirure du matériau est primordiale, **le dimensionnement des composants du circuit primaire se fait également en fatigue** [Arrêté Nucléaire, 1974]. En effet, au cours des régimes transitoires (marche / arrêt de la centrale) ou des incidents de fonctionnement (déclenchement de pompes alimentaires, arrêt d'urgence…), le chargement appliqué évolue de façon cyclique, soumettant le matériau à des variations de déformation. D'autre part, des contrôles par ultrasons ont mis en évidence la présence de défauts de fonderie dans les pièces moulées du circuit primaire. L'étude de la propagation de fissure par fatigue permettrait alors d'estimer l'évolution de la taille de ces défauts entre deux contrôles et donc d'espacer les contrôles dans le temps [Bamford et Jones, 1981] et [Bezdikian et al., 1997].

Contrairement à la rupture sous chargement monotone, **la propagation de fissure par fatigue dans les aciers inoxydables austéno-ferritiques a fait l'objet de peu d'études, du moins sur des matériaux moulés** [Landerman et Bamford, 1978], [Slama et al., 1984], [Murakami et al., 1991], [Kwon et al., 1999] et [Le Roux, 2000]. Les matériaux laminés ont beaucoup plus été étudiés [Marrow et Kim, 1991], [Nyström et Karlsson, 1996], [Iturgoyen et Anglada, 1997] et [Mateo et al., 1998]. Cependant, les résultats obtenus sur des matériaux laminés ne sont pas facilement transférables à des matériaux moulés. En effet, d'une part les teneurs en ferrite des matériaux laminés (≈ 50%) sont bien supérieures à celles des moulés (≤ 30%) et d'autre part, la morphologie et la texture des lattes de ferrite et d'austénite sont très différentes. Il faut, de plus, noter qu'en fonction de la composition chimique et de la teneur en azote qui durcit l'austénite, le comportement cyclique du matériau diffère.

Le Roux [2000] a mesuré les vitesses de propagation de fissure par fatigue à l'ambiante dans un acier vieilli identique à ceux que nous avons étudiés. Les domaines de chargement étudiés correspondent au domaine de Paris et à la fatigue / déchirure. Le Roux a ensuite simulé l'avancée de la fissure dans un matériau homogène en supposant que le front de fissure est soumis à des sollicitations de fatigue oligocyclique. Pour cela, la mesure de durée de vie en fatigue et l'étude des mécanismes d'endommagement et de rupture ont été nécessaires. **Cependant, on s'attend à ce que les vitesses de propagation de fissure varient en fonction du niveau de fragilisation du matériau**, c'est-à-dire en fonction du vieillissement, **et de la température d'essai**. De plus, **la structure complexe du matériau** (deux phases ayant des comportements mécaniques différents et des relations cristallographiques particulières) **joue certainement un rôle non négligeable dans la propagation de fissure**.

OBJECTIFS DE LA THESE

La démarche adoptée au cours de ce travail de recherche est résumée à la Figure A - 6.

Le premier objectif de ce travail de thèse est d'**étudier, dans le domaine de Paris, l'influence du vieillissement du matériau et de la température d'essai (20°C / 320°C) sur les vitesses et les mécanismes de propagation de fissure par fatigue**. Pour cela il est nécessaire de bien connaître non seulement la microstructure du matériau mais également ce qui se passe en pointe de fissure.

Sous sollicitations cycliques de traction / traction, la pointe de fissure s'ouvre et se ferme [Elber, 1970]. Or, il arrive que celle-ci s'ouvre tardivement au chargement et se referme prématurément lors du déchargement. C'est ce qu'on appelle la **fermeture de fissure**. Ce phénomène,

qui a été mesuré au cours des essais de propagation, peut avoir plusieurs origines : **la rugosité, la plasticité**, l'oxydation ou les transformations de phases [Suresh, 1991]. Les deux premiers mécanismes, plus importants que les autres, **seront étudiés en détail** afin d'expliquer les différences de niveaux de fermeture relevées en fonction des paramètres expérimentaux.

En ce qui concerne la plasticité, on considère que la zone située à l'avant de la pointe de fissure subit des sollicitations de traction / compression tout comme une éprouvette de fatigue oligocyclique. En effet, au cours de la montée en charge, lorsque celle-ci atteint la limite d'élasticité en traction, une zone plastique dite « monotone » se forme en pointe de fissure (Figure A - 4.a). Puis, au cours du déchargement jusqu'à $P_{min} > 0$, une nouvelle zone plastique appelée « cyclique » se forme une fois la limite d'élasticité cyclique en compression atteinte (Figure A - 4.b). A l'extérieur de ces zones plastiques, le matériau reste élastique. Il en résulte un champ de contraintes de traction / compression (Figure A - 5). Les déformations cycliques restent élastiques dans la zone plastique monotone mais sont plastiques, comme en fatigue oligocyclique, dans la zone plastique cyclique.

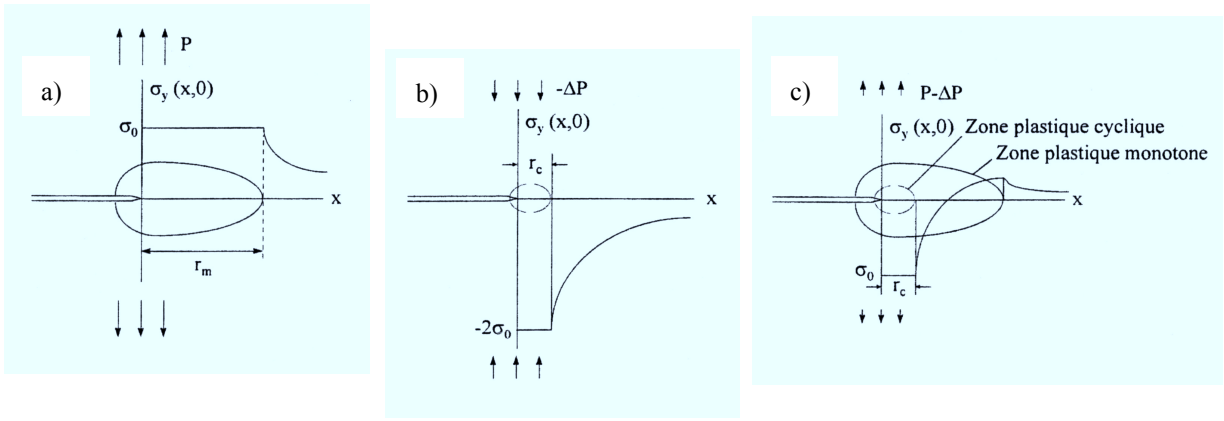


Figure A - 4 : Formation des zones plastiques monotone au cours du chargement (a) et cyclique au cours du déchargement (b). Comparaison des tailles de zones plastiques (c). Schématisation pour un matériau plastique parfait [Suresh, 1991].

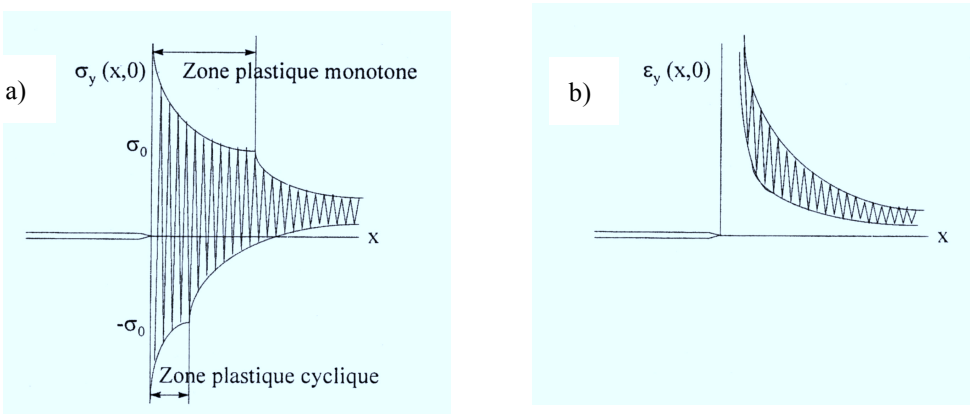


Figure A - 5 : Variations des composantes verticales des contraintes (a) et des déformations (b) en pointe de fissure. Schématisation pour un matériau à écrouissage non linéaire. Tiré de [Le Roux, 2000].

Il apparaît donc indispensable **d'étudier le comportement cyclique** du matériau et plus particulièrement son écrouissage afin de mieux comprendre le comportement en fissuration et surtout la fermeture de fissure par plasticité.
Il serait également intéressant de savoir si la phase α' qui apparaît suite au vieillissement de la ferrite peut être cisaillée par sollicitations cycliques (**démodulation de la ferrite**). Ceci aurait pour conséquence d'avoir, à l'avant de la pointe de fissure, un matériau au comportement identique à celui d'un matériau non vieilli.

D'autre part, les **mécanismes d'endommagement et de rupture** ainsi que le **chemin de fissuration** peuvent influer sur les vitesses de propagation. Ceux-ci seront donc examinés en détail par microscopie électronique à balayage sur les surfaces de rupture et par microscopie optique sur des sections polies selon un plan perpendiculaire à la surface de rupture. De plus, on essaiera de déterminer le chemin cristallographique de la fissure par diffraction des électrons rétrodiffusés (Electron Back Scatter Diffraction ou EBSD). Afin de mieux comprendre les mécanismes d'endommagement et de rupture et surtout le rôle joué par l'orientation cristallographique des phases dans la propagation de fissure, la **microstructure du matériau** sera étudiée par EBSD et des éprouvettes seront prélevées de telle sorte que la **fissure se propage au travers de différentes structures de solidification** (propagation en zone équiaxe, parallèlement aux basaltes et perpendiculairement à ceux-ci).

Cette étude va donc tenter de **faire le lien entre microstructure, propriétés mécaniques en fatigue / fissuration et mécanismes d'endommagement et de rupture**.

PLAN DU MEMOIRE

Le manuscrit débutera par des rappels bibliographiques sur les aciers austéno-ferritiques, leur vieillissement thermique, leur comportement cyclique et la propagation de fissure par fatigue (***Partie B***).

Puis les matériaux de l'étude seront étudiés (***Partie C***). La présentation classique (composition chimique et inclusionnaire (*Chapitre 4*) ainsi que propriétés mécaniques (*Chapitre 6*)) sera enrichie par une étude plus originale concernant la structure cristallographique des matériaux et leurs étapes de solidification (*Chapitre 5*).

La ***Partie D*** sera consacrée aux propriétés mécaniques et aux mécanismes de propagation de fissure par fatigue. Le comportement et notamment l'écrouissage cyclique seront tout d'abord étudiés sur matériau vieilli et non vieilli, à l'ambiante et à 320°C (*Chapitre 7*). On s'intéressera également à une démodulation possible du matériau vieilli. Puis les vitesses et les niveaux de fermeture de fissure par fatigue seront mesurés (*Chapitre 8*). Pour ces essais, la fragilisation, la température d'essai, la structure de solidification et le rapport de charge P_{min} / P_{max} varieront. Enfin, dans le *Chapitre 9*, les mécanismes de propagation de fissure seront détaillés. Une fois les mécanismes d'endommagement et de rupture présentés, le chemin de fissuration sera étudié plus en détail afin de déterminer s'il existe un chemin préférentiel entre les deux phases et quels sont les plans cristallographiques empruntés.

La partie discussion (***Partie E***) reviendra sur trois points principaux : l'interaction entre la microstructure et les modes de déformation et de rupture, les facteurs de fermeture de fissure et l'influence du vieillissement sur les vitesses de propagation de fissure.

Les conclusions et les perspectives de cette étude seront enfin présentées dans la ***Partie F***.

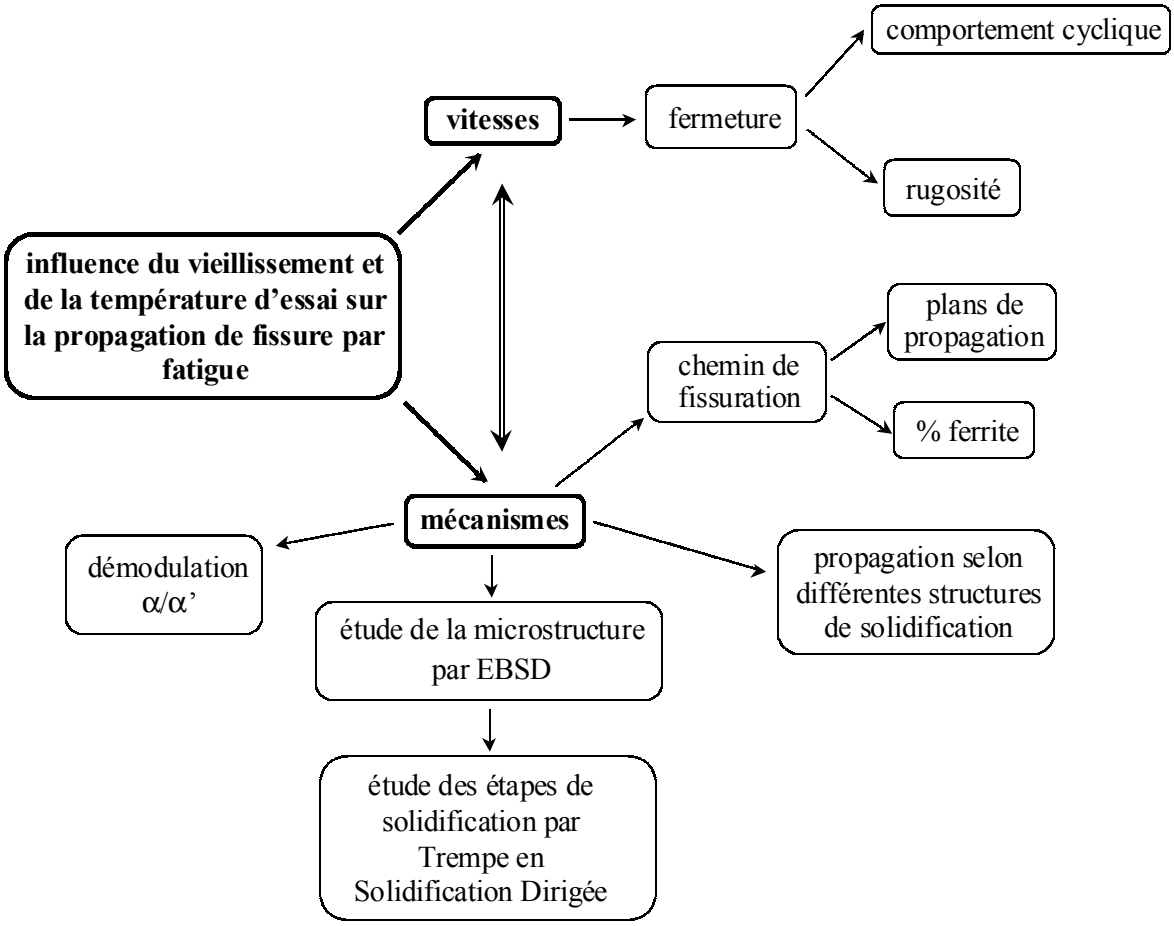


Figure A - 6 : Démarche adoptée au cours de ce travail de thèse.

Partie B :

RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES

Après avoir présenté les différents types d'aciers inoxydables et notamment les différences entre les aciers duplex moulés et laminés, de brefs rappels sur la fragilisation des aciers austéno-ferritiques seront faits. Le comportement cyclique et la propagation de fissure par fatigue de ces aciers seront ensuite abordés.

Les différents types d'aciers inoxydables……..…….13

Chapitre 1 : Fragilisation des aciers austéno-ferritiques……..….21

Chapitre 2 : Comportement cyclique……...……..……...…43

Chapitre 3 : Propagation de fissure par fatigue……...……..69

Dans cette partie «Rappels Bibliographiques », différents types d'aciers austéno-ferritiques sont présentés. Nous verrons que les résultats expérimentaux en termes de comportement cyclique ou de propagation de fissure par fatigue peuvent varier d'un matériau à l'autre. L'objectif de cette introduction à la partie bibliographique est donc de présenter les aciers inoxydables afin de mieux comprendre leurs différences.

On appelle « aciers inoxydables » les aciers dont l'élément d'alliage de base est le chrome à des teneurs supérieures à 10%. Ces alliages contiennent peu de carbone pour éviter la précipitation de carbures de chrome, mais beaucoup d'éléments agissant sur la résistance à la corrosion (Ni, Mo, Cu, Ti, Nb…). D'autre part, l'addition d'éléments alphagènes (Cr, Mo, Si, Nb, Ti, Al, W, V, Ta) ou gammagènes (Ni, C, N, Mn, Co, Cu) modifie leur état structural (Figure B - 1).

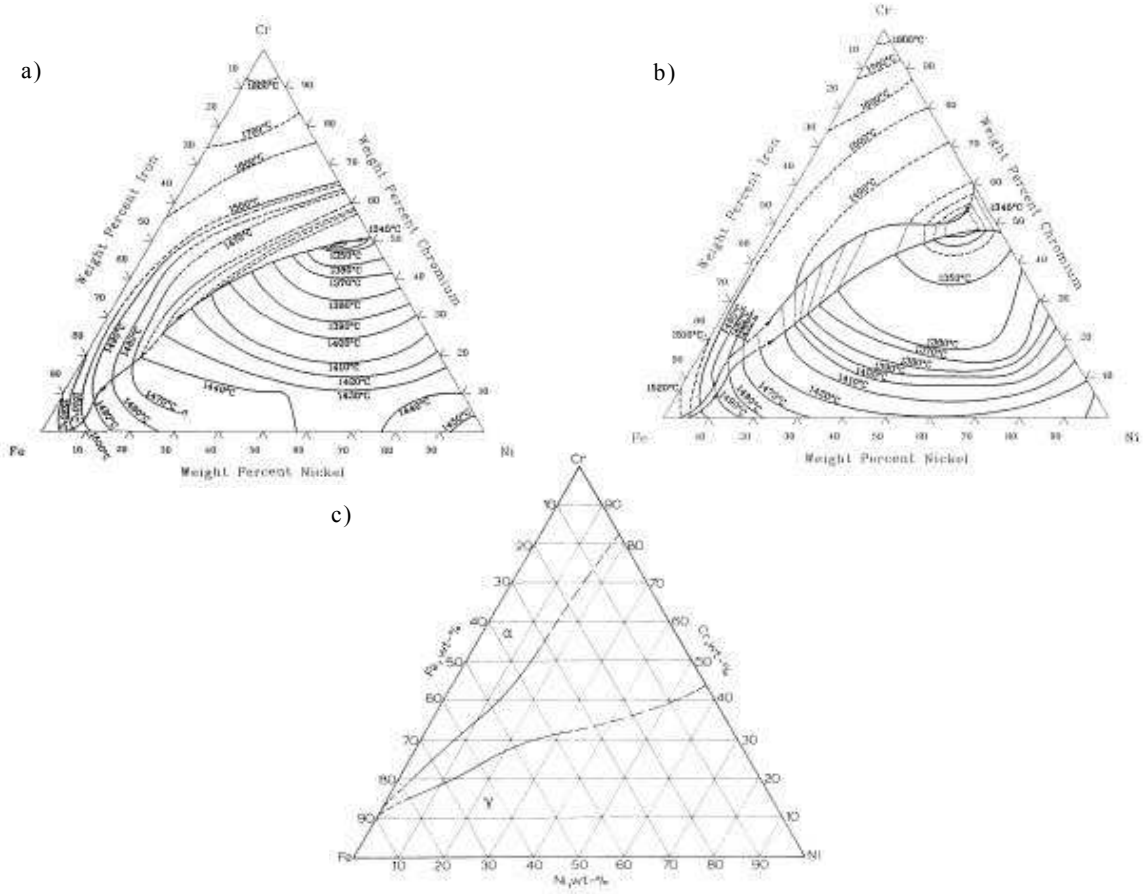


Figure B - 1 : Projections du liquidus (a) et du solidus (b) du diagramme Fe-Cr-Ni déterminé expérimentalement ainsi que coupe à 1 100°C (c) [Raynor et Rivlin, 1988].

On distingue alors quatre catégories d'aciers inoxydables :

- ***Les aciers martensitiques*** contiennent 12 à 18% de chrome et des teneurs en carbone parmi les plus élevées variant de 0.1 à 1% environ. Ils sont utilisés après trempe martensitique et revenu. Ces aciers présentent des performances mécaniques élevées mais, en raison de leur composition, ne résistent pas à l'agression de tous les milieux.

➢ ***Les aciers ferritiques*** contiennent 12 à 20% de chrome et les ***super ferritiques***, plus de 20% de chrome, d'où leur résistance à la corrosion élevée. Leur composition leur permet de rester ferritiques à toute température. Ils possèdent des propriétés mécaniques intéressantes et notamment une limite d'élasticité assez élevée.

➢ ***Les aciers austénitiques*** présentent des teneurs en chrome supérieures ou égales à 17% et des proportions en nickel et en manganèse suffisantes (en général, au moins de 8% de nickel) pour assurer la stabilité de l'état austénitique à toute température. Ils contiennent le plus souvent des éléments d'addition améliorant leur tenue à la corrosion tels que le molybdène, le cuivre, le titane et le niobium. Les aciers austénitiques de base possèdent de faibles caractéristiques mécaniques qui peuvent être sensiblement améliorées par écrouissage, addition d'azote (durcissement par effet de solution solide) ou par précipitation de composés intermétalliques, au cours d'un revenu.

➢ ***Les aciers austéno-ferritiques*** (ou duplex) ont une composition en chrome, nickel, molybdène et silicium équilibrée afin de conserver une structure mixte constituée d'austénite (cubique à faces centrées, paramètre de maille de 3.58 à 3.62 Å) et de ferrite (cubique centrée, paramètre de maille de 2.86 à 2.88 Å). La présence de la ferrite permet d'augmenter la résistance à la traction, la soudabilité et la résistance à la corrosion sous contrainte du matériau. Dans le cas des matériaux moulés ou laminés à haute température, la ferrite réduit également les risques de fissuration à chaud. La bonne résistance à la corrosion et les propriétés mécaniques respectables de ces aciers en font des produits de choix pour l'ingénierie chimique, le raffinage du pétrole, l'industrie agroalimentaire, la teinturerie, la tannerie et l'industrie du papier. Ils sont d'autant plus facilement utilisés qu'il est possible de les forger, mouler, usiner et souder.

Les caractéristiques mécaniques en traction des différents types d'aciers inoxydables sont comparées au Tableau B - 1.

	nuance		**caractéristiques mécaniques**		
	AFNOR	**AISI**	**$R_{p0.2}$ (MPa)**	**R_m (MPa)**	**A (%)**
martensitique	Z 12 C 13		440	640-830	16
	Z 5CNDA 13.08		1410	1550	10
ferritique	Z 6 C 13	403	225	420-620	20
	Z 10 C24	446	290	≥ 490	10
austénitique	Z 6CN 18.09	304	195	490-690	45
	Z 6CND 17.11	316	205	500-700	45
austéno-ferritique	Z 2CND 22.05		450	650	20

Tableau B - 1 : Limite d'élasticité à 0.2% ($R_{p0.2}$), résistance maximale à la traction (R_m) et allongement à rupture (A) de quelques aciers inoxydables martensitiques, ferritiques, austénitiques et austéno-ferritiques. [Rouby et Blanchard, 1990]

Les aciers austéno-ferritiques sont apparus en 1933 et n'ont pas cessé d'évoluer depuis [Charles, 1991]. L'ajout d'azote, par exemple, augmente leur limite d'élasticité ($R_{p0.2}$ = 530 MPa), leur résistance à la corrosion et leur stabilité à haute température. Sa solubilité élevée dans l'austénite et faible dans la ferrite conduit à un durcissement par solution solide important de l'austénite. 0.15% d'azote entraîne une différence de microdureté de 100 HV entre ferrite (250 HV_{100}) et austénite (350 HV_{100}) alors que dans les aciers à basse teneur en azote, les microduretés des deux phases sont proches.

Dans la bibliographie, nous nous sommes intéressés aux matériaux moulés et laminés. Nous en faisons ici une brève présentation car leurs structures sont différentes, ce qui peut influer sur les résultats expérimentaux obtenus.

- ***Les aciers moulés :***

Les aciers austéno-ferritiques moulés sont, en général, classés selon la dénomination américaine « CFx », x représentant la teneur en carbone maximale multipliée par 100. Les nuances contenant du molybdène se présentent sous la forme « CFxM ». Dans ces aciers, **la proportion de ferrite est minoritaire : elle excède rarement 30%**. Les intervalles de composition de quatre grandes classes d'aciers sont reportées dans le Tableau B - 2. Nous y retrouvons la classe CF8M (Z3 CND 19 10 M par exemple, selon la norme européenne), classe à laquelle les aciers que nous étudions appartiennent (Tableau B - 3). Après moulage, ces aciers subissent un traitement thermique d'homogénéisation aux environs de 1 100°C pendant plusieurs heures, puis une trempe à l'eau.

	Cr	Ni	Mo	Mn (max)	C (max)	Si (max)
CF3	17.0-21.0	8.0-12.0	-	1.5	0.03	2.0
CF3M	17.0-21.0	9.0-13.0	2.0-3.0	1.5	0.03	1.5
CF8	18.0-21.0	8.0-11.0	-	1.5	0.08	2.0
CF8M	18.0-21.0	9.0-12.0	2.0-3.0	1.5	0.08	2.0

Tableau B - 2 : Spécifications de la norme ASME pour différentes familles d'aciers austéno-ferritiques moulés (% pds).

	C	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	S	P	N
coude n°1	0.033	21.68	9.61	2.64	0.82	0.94	0.0005	0.023	0.057
coude EK	0.032	21.25	9.7	2.51	0.89	1.07	0.004	0.019	0.051

	Co	Nb	Al	V	Cu	Ti	Sn	B	PREN
coude n°1	0.036	0.05	0.008	0.03	0.099	0.006	0.008	0.0005	31.31
coude EK	0.05	0.1	-	-	0.16	0.01	-	-	30.35

Tableau B - 3 : Composition chimique (% massique) des coudes n°1 et EK que nous avons étudiés (données EDF et Framatome). Ces coudes sont obtenus par moulage statique.
PREN = Cr + 3.3 Mo + 16N (Pitting Resistance Equivalent Number).

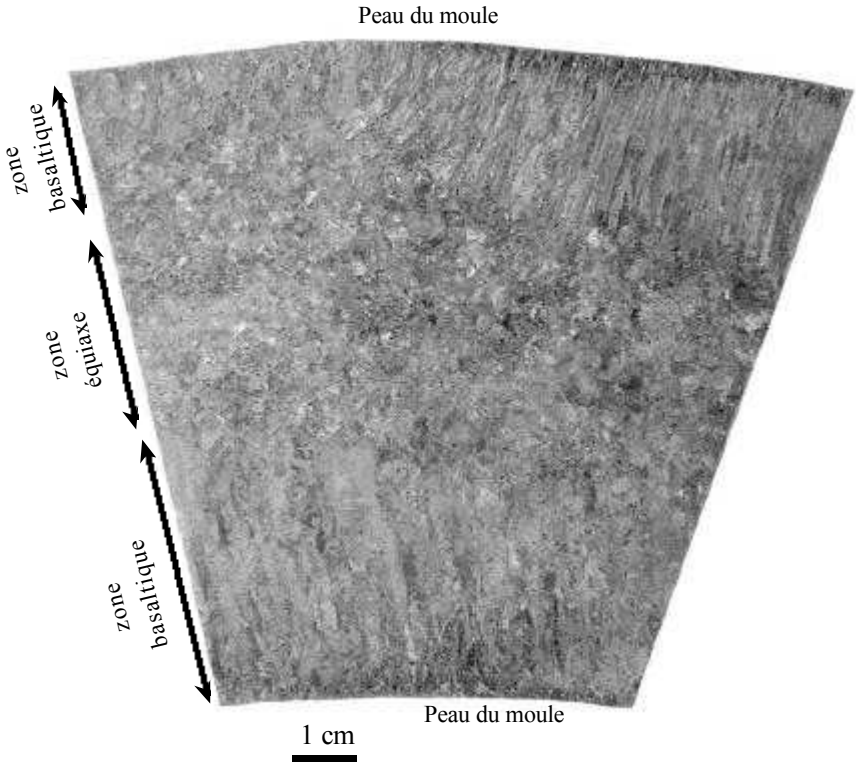


Figure B - 2 : Structure de solidification d'un acier obtenu par moulage statique.

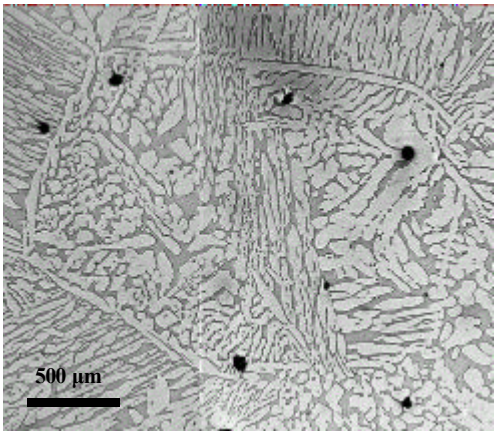


Figure B - 3 : Microstructure d'un acier austéno-ferritique moulé CF8M (30% de ferrite). Observation en microscopie optique (ferrite en sombre, austénite en clair).

Les aciers moulés présentent une structure particulière qui sera étudiée plus en détail au chapitre 5 « Structure du matériau » de la partie C « Matériaux de l'étude ».
Les aciers obtenus par moulage statique ont une structure de solidification grossière constituée de grains basaltiques en peau de moule et de grains équiaxes à cœur. Les aciers obtenus par centrifugation ne présentent que des grains basaltiques. Ces grains, visibles à la Figure B - 2, correspondent à une orientation cristallographique homogène de la phase ferritique. A l'intérieur du grain ferritique, les lattes d'austénite s'arrangent également en grains ayant une orientation cristallographique homogène. Une micrographie d'acier moulé est présentée à la Figure B - 3. **Les deux phases, ferrite et austénite, sont bipercolées** ce qui signifie, en termes imagés, que la ferrite est une éponge dont les cavités sont remplies d'austénite et réciproquement. De plus, il existe des correspondances entre certains systèmes cristallographiques denses de la ferrite et de l'austénite qui permettent au glissement de se transmettre d'une phase à l'autre. Ces relations cristallographiques sont proches de celles de Kurdjumov-Sachs ou de Nishiyama-Wassermann. Elles seront décrites plus précisément par la suite.

- ***Les aciers laminés :***

Les aciers laminés sont obtenus par moulage, écrouissage à chaud suivi d'une remise en solution et d'une trempe à l'eau. Les différentes étapes de mise en œuvre sont présentées à la Figure B - 4. Le matériau est parfois de nouveau laminé à froid.

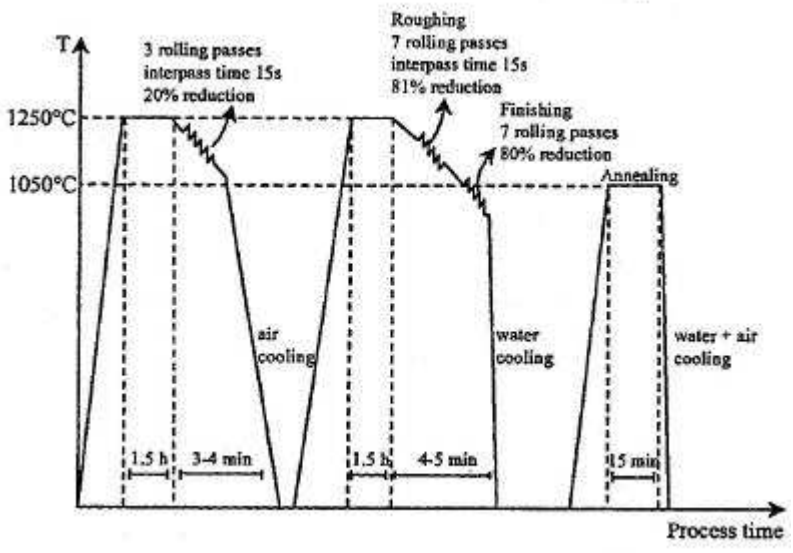


Figure B - 4 : Etapes de fabrication d'un acier duplex laminé à chaud de type SAF 2205 [Duprez et al., 2000].

Il existe actuellement trois grandes nuances d'aciers laminés [Charles, 1991] :
• Les aciers laminés à faible teneur en molybdène de type UNS S 32304 (ou Z3 CN 2304 AZ) qui peuvent être utilisés pour remplacer les aciers austénitiques 304 ou 316.

• Les aciers laminés standard de type UNS S 31803 (ou Z3 CND 2205 AZ) largement étudiés dans la littérature. Il sont également appelés par leur nom commercial SAF 2205.
• Les aciers laminés fortement alliés conçus spécialement pour les applications maritimes, chimiques ou pétrolières. Ce sont des aciers de type UNS S 32760 (ou Z3 CNDU 2506) plus connus sous leur nom commercial Zéron 100. Ils présentent des résistances mécanique et à la corrosion très élevées. Leur résistance à la corrosion estimée par le PREN (Pitting Resistance Index = Cr + 3.3 Mo + 16 N) est supérieure à 40, ce qui leur vaut la dénomination de « super duplex ».

Ces trois nuances, ainsi que leurs compositions chimiques types sont présentées au Tableau B - 4. **Les aciers laminés ont, en général, des teneurs en ferrite et en austénite équivalentes**. Leur microstructure est également très différente de celle des aciers moulés : **les deux phases se présentent sous forme de lattes allongées dans la direction de laminage** (Figure B - 5). En raison de cette structure, le matériau possède une forte anisotropie qui se répercute sur les propriétés mécaniques.

Duprez et al. [2000] ainsi que ul-Haq et al. [1994] ont étudié la texture d'un acier duplex laminé à chaud. Après trois passes d'ébauche, la microstructure de solidification du matériau est toujours visible et les deux phases obéissent aux relations de Kurdjumov-Sachs (KS). Cependant, après laminage à chaud, les lattes de ferrite et d'austénite s'allongent dans la direction de laminage. Les deux phases deviennent fortement texturées : la ferrite présente des fibres α et γ, et l'austénite, une fibre β. La structure de moulage disparaît au fur et à mesure du laminage. La recristallisation du matériau, que ce soit au cours du laminage ou du traitement thermique d'homogénéisation, n'est que partielle. Au final, les deux phases ne sont plus bipercolées et n'obéissent pratiquement plus aux relations KS : **les relations cristallographiques ont été gommées**. Ces observations sont confirmées par [Inal et al., 2000] et [Iza-Mendia et al., 1998]. On ne parle plus de grains ferritiques et austénitiques mais de lattes de ferrite et d'austénite.

En revanche, en ce qui concerne les matériaux laminés à froid après laminage à chaud, les deux phases obéissent aux relations d'orientation de type Kurdjumov-Sachs [Ratuszek et al., 1999]. En effet, au cours de ce dernier laminage, l'austénite métastable se transforme en ferrite sous l'effet de la déformation plastique. La transformation de phase a également pour conséquence de diminuer l'intensité de la texture de l'austénite.

			composition chimique					
norme européenne	**norme américaine**	**nom commercial**	**Cr**	**Ni**	**Mo**	**N**	**autre**	**PREN**
Z3 CN 2304 AZ	UNS S 32304	SAF 2304 UR 35 N	23	4	0.2	0.1	-	25
Z3 CND 2205 AZ	UNS S 31803	SAF 2205 UR 45N	22	5.3	3	0.16	-	35
Z3 CNDU 2506	UNS S 32760	Zéron 100 UR 52N+	25	7	3.6	0.25	0.7 Cu 0.7 W	41

Tableau B - 4 : Compositions chimiques types pour différentes familles d'aciers austéno-ferritiques laminés (% pds).

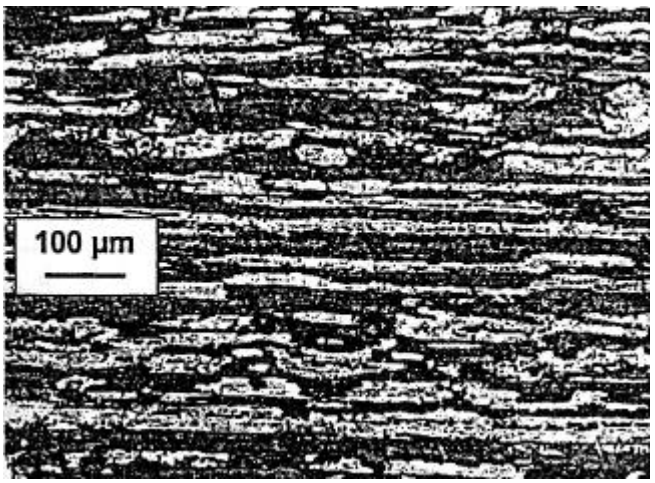


Figure B - 5 : Microstructure type d'un acier duplex laminé. Observation en microscopie optique (Ferrite en sombre, austénite en clair). [Inal et al., 2000]

Résumé :

Au cours de ces rappels bibliographiques, des études sur aciers moulés et laminés seront présentées. Etant données les différences de structure entre ces matériaux, il sera nécessaire de remettre les résultats expérimentaux dans leur contexte. En effet, les aciers moulés présentent des teneurs en ferrite faibles, une structure complexe et des relations cristallographiques particulières entre phases. Au contraire, les aciers laminés contiennent des teneurs en ferrite et en austénite quasiment équivalentes. Ces deux phases sont fortement texturées. Pour les matériaux laminés à chaud, ferrite et austénite ne présentent pas de correspondances cristallographiques. En revanche, si le matériau est laminé à froid après laminage à chaud, la transformation sous déformation plastique de l'austénite métastable en ferrite implique l'apparition de relations cristallographiques entre phases.

1. FRAGILISATION DES ACIERS AUSTENO-FERRITIQUES

1.1. TRANSFORMATIONS MICROSTRUCTURALES DANS LA FERRITE……...24

1.1.1. Démixtion de la solution Fe - Cr

1.1.2. Précipitation de la phase G

1.1.3. Phénomènes de fragilisation secondaires

1.1.4. Interaction entre les différents phénomènes

1.2. DURCISSEMENT DE LA PHASE FERRITIQUE……...……29

1.3. MESURE DU VIEILLISSEMENT……..31

1.4. CINETIQUE DE VIEILLISSEMENT…….....33

1.5. INFLUENCE DES PARAMETRES METALLURGIQUES……35

1.6. INFLUENCE DES PARAMETRES DE FABRICATION…….....37

1.7. CONSEQUENCES DU VIEILLISSEMENT SUR LES PROPRIETES MECANIQUES….39

Dans ce chapitre, **seul le vieillissement thermique sera abordé**. En effet, le vieillissement sous irradiation n'affecte que les aciers austénitiques et en particulier les aciers 304 et 316L. Sous l'effet de l'irradiation et à des températures comprises entre 300 et 400°C, les aciers austénitiques durcissent et se fragilisent suite à la formation d'un réseau de boucles de dislocations (boucles de Frank) de quelques dizaines de nanomètres de diamètre [Scott et al., 1997].

Le vieillissement thermique des aciers austéno-ferritiques se caractérise par des **transformations microstructurales principalement dans la phase ferritique**. Ces transformations provoquent une augmentation de dureté de la ferrite et, par conséquent, la **chute de la résilience du matériau**. Quelques transformations microstructurales peuvent intervenir dans la phase austénitique mais elles sont sans conséquence sur les propriétés mécaniques.

La solution solide fer-chrome (α) présente des lacunes de miscibilité en chrome aux températures inférieures à 900°C [Williams, 1958]. Pour les températures supérieures à 516°C, une phase σ précipite alors qu'aux températures inférieures et pour des teneurs en chrome variant de 12 à 92%, c'est une phase α' qui précipite (Figure 1 - 1). La phase σ, dure et très fragile, germe au niveau des interfaces entre la ferrite et l'austénite. Son pouvoir fragilisant est supérieur à celui de la démixtion α/α' [Shek et al., 1994]. Cependant, la température de service des tuyauteries du circuit primaire étant comprise entre 280°C et 350°C**, on ne s'intéressera qu'au phénomène de démixtion de α en α et α'**.

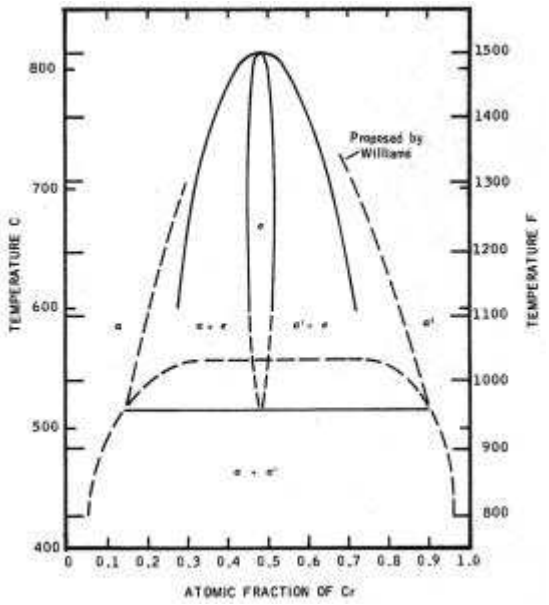


Figure 1 - 1 : Diagramme de phase du système fer-chrome [Williams, 1958].

Ce chapitre va s'articuler de la manière suivante. Tout d'abord, les transformations micro structurales dans la ferrite (§ 1.1) ainsi que les mécanismes responsables du durcissement de la ferrite (§ 1.2) seront présentés. Puis, on s'intéressera aux méthodes de mesure du vieillissement (§ 1.3) et à la manière dont sont établies les cinétiques de fragilisation (§ 1.4). Les paramètres métallurgiques (§ 1.5) et de fabrication (§ 1.6) susceptibles de modifier le niveau et la cinétique de fragilisation seront abordés. Enfin, les conséquences du vieillissement sur les propriétés mécaniques et sur les mécanismes de rupture sous sollicitation monotone seront expliquées (§ 1.7).

1.1. TRANSFORMATIONS MICROSTRUCTURALES DANS LA FERRITE

Les transformations microstructurales dans la ferrite ne sont visibles ni en microscopie optique, ni en microscopie électronique à balayage, ni même aux rayons X. Les phases résultantes étant de taille nanométrique et de cristallographies très proches, elles ne peuvent être étudiées que par des techniques plus fines comme la microscopie électronique en transmission, la microsonde atomique, la microscopie Mössbauer ou la technique de la Diffusion des Neutrons aux Petits Angles (DNPA).

Dans les aciers duplex, ces transformations sont principalement la démixtion α/α' et la précipitation d'une phase intermétallique, la phase G. Des phénomènes de fragilisation secondaires comme la précipitation de carbures $M_{23}C_6$ et la précipitation d'austénite de réversion au sein de la ferrite peuvent également apparaître.

1.1.1. Démixtion de la solution Fe - Cr

Aux températures comprises entre 250°C et 516°C, la ferrite, solution fer–chrome instable, se décompose en une phase riche en fer, α, et une autre riche en chrome, α', selon **deux mécanismes variant en fonction de la température de vieillissement et de la composition de la ferrite** (Figure 1 - 2).

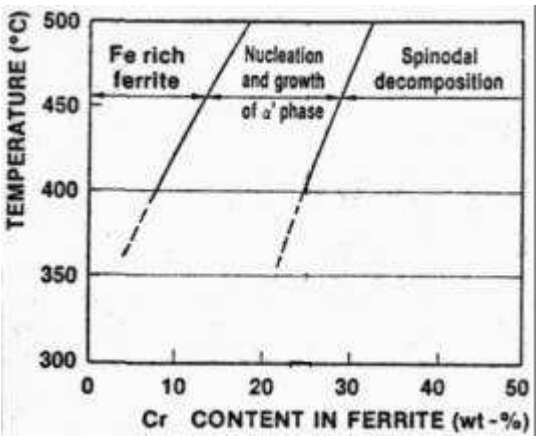


Figure 1 - 2 : Limites entre la décomposition spinodale et la germination/croissance en fonction de la température et de la teneur en chrome de la ferrite [Auger et al., 1990].

Dans le cas de la **germination et croissance**, les précipités possèdent, dès leur apparition, la composition finale (Figure 1 - 3.a). Dans le cas de la **décomposition spinodale**, les phases ont une composition qui évolue avec le temps vers une composition d'équilibre (Figure 1 - 3.b). La différenciation entre les phases apparues par décomposition spinodale et celles apparues par germination et croissance se fait en observant leur formation. Il est possible par exemple de suivre, grâce à la spectroscopie Mössbauer, le spectre d'un pic correspondant à α' et de comparer son apparition avec la simultanéité ou non de la formation d'une nouvelle phase [De Nys et Gielen, 1971]. S'il y a simultanéité, il s'agit de germination, sinon, il s'agit de décomposition spinodale. Aux

températures étudiées (température de service et vieillissements accélérés à 400°C) et pour les compositions de nos aciers (% Cr de la ferrite pour les coudes n°1 et EK ≈ 26% en masse), la démixtion α/α' se fait à la fois par décomposition spinodale et par germination et croissance. Dans la littérature, **la décomposition spinodale est cependant la plus fréquemment citée**. **Nous supposerons donc par la suite que c'est ce mécanisme qui est responsable de la démixtion**. Un réseau continûment interconnecté de α' de pas variant de 5 à 10 nm et pouvant contenir **jusqu'à 80% de chrome** se forme. **α' est de structure cubique centrée** avec un paramètre de maille compris entre celui du fer et celui du chrome.

a)

b)

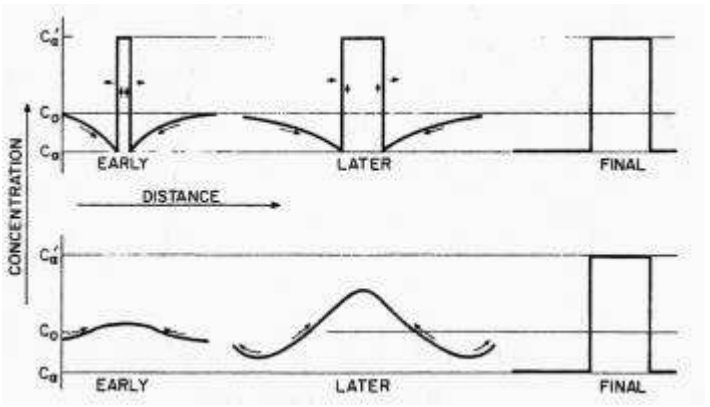


Figure 1 - 3 : Représentation schématique de l'évolution des concentrations en chrome dans les zones α' apparues par germination et croissance (a) ou par décomposition spinodale (b) [Cahn, 1968].

La cinétique de décomposition spinodale est caractérisée, au moyen de la microsonde atomique, par l'évolution de paramètres microstructuraux comme l'amplitude et la longueur d'onde des fluctuations de concentration en chrome [Auger et al., 1997]. Ces deux paramètres augmentent avec la durée et la température du vieillissement. Le meilleur critère de caractérisation des cinétiques de démixtion reste cependant la distance statistique ou variation V, paramètre qui mesure l'écart entre l'histogramme de distribution des fréquences de concentrations d'un matériau vieilli avec celui d'un matériau non vieilli. V varie de 0 pour un matériau non vieilli à 2 pour un matériau vieilli au maximum (Figure 1 - 4).

1.1.2. Précipitation de la phase G

Alors que dans les aciers purement ferritiques, la phase G ne précipite pas au cours du vieillissement, elle apparaît dans la ferrite des aciers duplex. Cette phase, **de structure cubique à faces centrées, a pour formule $Ni_{16}Ti_6Si_7$**, Ni et Ti pouvant être substitués par Cr, Fe, Mo, Mn, V, Nb, Ta, Hf ou Zr. Les plus grosses particules se développent sur les dislocations, les autres se forment aux interfaces α/α' car le nickel et le silicium sont rejetés des zones riches en chrome et en fer. **La précipitation de la phase G est donc pilotée par la décomposition spinodale**. Sa cinétique de

précipitation en fonction du vieillissement est caractérisée par la taille des particules, leur densité et leur fraction volumique [Massoud et al., 1992].

La participation de la phase G à la fragilisation de la ferrite est très controversée. Cependant, il semble difficile d'admettre qu'une précipitation aussi intense de petites particules soit sans effet. Afin de mettre en évidence plus facilement le rôle propre de la phase G dans le processus de fragilisation des aciers duplex, un traitement thermique de restauration partielle a été effectué par Danoix et al. [1993]. Ce traitement thermique de 30 minutes à 600°C permet de supprimer la décomposition spinodale mais pas la phase G dans des matériaux préalablement vieillis 30 000 h à 350°C et 400°C. Les mesures de résilience et de dureté ont permis de montrer que la restauration des propriétés mécaniques est intégrale pour les matériaux préalablement vieillis à 350°C. En revanche, pour les matériaux vieillis à 400°C, il subsiste une dureté résiduelle dans la ferrite. Les auteurs n'expliquent cependant pas cette différence. Elle vient peut-être de la variation du mécanisme d'apparition de la phase α'.

a) b)

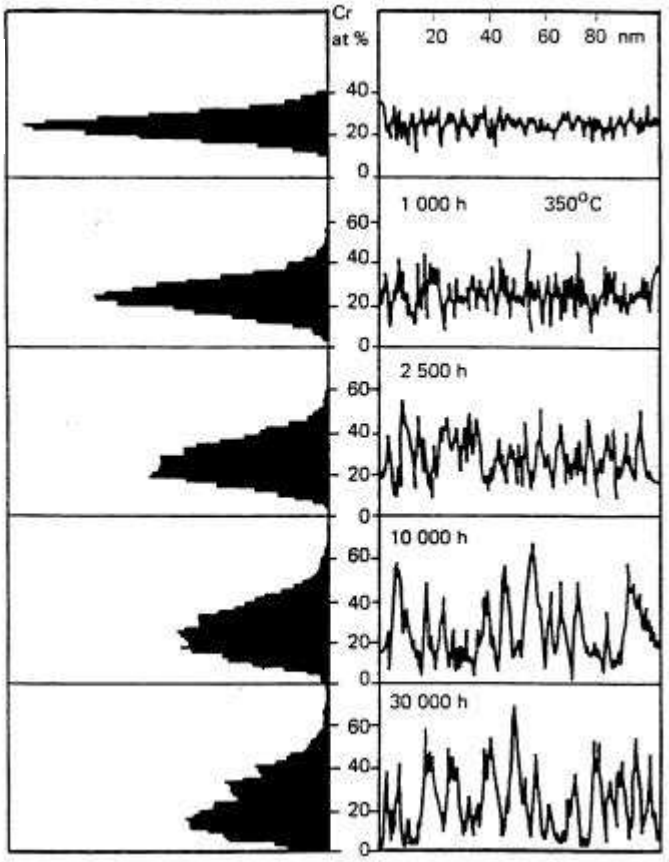


Figure 1 - 4 : Profils de concentration obtenus à la microsonde atomique d'un matériau vieilli jusqu'à 30 000 h à 350°C. Distribution de fréquences de concentration (a) associées aux profils de concentration du chrome (b) [Auger et al., 1997].

1.1.3. Phénomènes de fragilisation secondaires

Les phénomènes de fragilisation secondaires dépendent de la composition du matériau, de la durée et de la température du vieillissement. Les deux types de précipitation les plus fréquemment cités sont les carbures $M_{23}C_6$ et l'austénite de réversion γ_2. Il existe d'autres phénomènes plus anecdotiques comme la formation de nitrures Cr_2N, de carbures de niobium ou la décomposition spinodale dans l'austénite. Ce paragraphe fait une synthèse des observations rapportées par Chung et Leax [1990].

- Carbures $M_{23}C_6$

Les carbures $M_{23}C_6$, d'une taille d'environ quelques micromètres, **se forment aux interfaces ferrite/austénite dans les aciers contenant plus de 0,05% de carbone**. Dans ce cas, ils risquent de provoquer la fragilisation des interfaces. Ils peuvent également se former dans la ferrite si la teneur en carbone est élevée. Les aciers inoxydables de type CF8M sont moins sensibles à leur formation car ces matériaux contiennent du molybdène qui piège le carbone et l'empêche de diffuser aux interfaces ferrite/austénite. Les carbures $M_{23}C_6$ **précipitent lors de la trempe à l'eau si le refroidissement est trop lent ou lors de maintiens à des températures suffisamment élevées**.

- Austénite de réversion γ_2

De l'austénite peut précipiter au sein de la ferrite soit sous forme de fines lattes **non visibles en microscopie optique pour des vieillissements à des températures inférieures à 400°C**, soit sous forme d'ellipses ou de lentilles de 2 à 10 µm pour des vieillissements à des températures supérieures à 500°C.

- Nitrures Cr_2N

Des nitrures de chrome se forment aux interfaces ferrite/austénite des aciers de type CF8M contenant au minimum 0.1% d'azote. Ces précipités peuvent provoquer des décohésions d'interfaces. Cependant, **nos matériaux contenant moins de 1% d'azote** (0.054% pour le coude EK et 0.057% pour le coude n°1), **aucun nitrure de chrome ne se forme**.

- Carbures de niobium

Les carbures de niobium provoquent une fragilisation rapide des aciers CF8M contenant plus de 0.2% de niobium. Ils se trouvent soit dans la ferrite, soit aux interfaces ferrite/austénite. Dans le premier cas, ils ont une taille de 200 à 300 nm, dans le second cas, une taille d'environ 1µm. La teneur en niobium du coude EK étant de 0.1% et celle du coude n°1, de 0.05%, **ce type de carbures ne précipite pas dans nos matériaux**.

- Décomposition spinodale dans l'austénite

Dans des aciers de type CF8 ou CF8M et pour de grandes durées de vieillissement (> 10 000 h à 400°C), une décomposition spinodale concernant le fer et le nickel peut apparaître dans l'austénite. Contrairement à la décomposition spinodale dans la ferrite qui est très fine (2 à 5 nm), la décomposition spinodale dans l'austénite est plus grossière (plusieurs centaines de nanomètres).

Cependant cette transformation microstructurale de **l'austénite n'a pas d'influence sur la fragilisation globale du matériau** car sa cinétique est beaucoup plus lente que celle qui opère dans la ferrite.

1.1.4. Interaction entre les différents phénomènes

Dans la littérature, les auteurs sont unanimes pour dire qu'il existe une **interaction entre la précipitation de la phase G et la démixtion α/α'**. Cependant le **sens de l'interaction reste controversé** : la phase G agit-elle sur la démixtion ou est-ce la démixtion qui agit sur la précipitation de la phase G ?

Selon Danoix et al. [1991a], la décomposition spinodale peut être observée dans les aciers austéno-ferritiques sans qu'il y ait pour autant précipitation de phase G. En revanche, la phase G n'apparaît que si il y a déjà une démixtion α/α' dans la phase ferritique. En effet, la phase G précipite à partir du nickel et du silicium qui sont rejetés des zones riches en chrome et en fer. La précipitation de la phase G serait donc pilotée par la décomposition spinodale.

Selon Chung et Leax [1990], la cinétique de démixtion de la ferrite résulte de deux facteurs : de la présence d'éléments d'alliage ou d'impuretés contenus dans la ferrite qui sont susceptibles de modifier cette cinétique, mais aussi de la formation simultanée de la phase G. Certains éléments comme le nickel, le molybdène et le carbone accélèrent le durcissement par formation de α'. Or la phase G est riche en carbone, silicium, manganèse, molybdène et nickel. Donc la précipitation de phase G provoque une diminution du nombre d'atomes libres de ces éléments dans la matrice ferritique. Par conséquent, la cinétique de décomposition spinodale serait ralentie par la formation de phase G.

Résumé :

Le vieillissement thermique des aciers austéno-ferritiques provoque le durcissement de la ferrite et la chute de la résilience du matériau. Etant données les températures auxquelles les vieillissements sont réalisés et la teneur en chrome des matériaux étudiés, le vieillissement se caractérise principalement par la démixtion de la ferrite en α, riche en fer, et en α', phase cubique centrée riche en chrome. Le mécanisme mis en jeu est celui de la décomposition spinodale.

La démixtion α/α' est accompagnée de la précipitation d'une phase G, cubique à faces centrées de formule $Ni_{16}Ti_6Si_7$, dont le rôle dans le durcissement du matériau reste controversé. La décomposition spinodale et la précipitation de phase G interagissent. Cependant, le sens d'interaction n'est pas clairement défini.

A ces deux principales transformations microstructurales s'ajoutent des phénomènes de fragilisation secondaires qui, pour les compositions de nos aciers, sont la précipitation de $M_{23}C_6$, d'austénite de réversion γ2 et la décomposition spinodale de l'austénite.

1.2. DURCISSEMENT DE LA PHASE FERRITIQUE

Malgré la synergie de la formation des phases α' et G**, le durcissement de la phase ferritique est principalement attribué à la phase α'**. Marcinkowski et al. [1964] ont montré qu'un mécanisme de contournement des précipités de type Orowan ne pouvait pas être envisagé comme mécanisme de durcissement de la ferrite car il nécessiterait des contraintes supérieures à celles mesurées. Il a donc été admis que les précipités α' étaient cisaillés. Cependant, plusieurs phénomènes contribuent au durcissement.

Il y a tout d'abord la **forte friction du réseau dans les zones riches en chrome** qui crée sur les dislocations une force de rappel connue sous le nom de Peierls-Nabarro. De plus, **l'énergie totale du système est augmentée par la création d'interfaces précipité/matrice** suite au cisaillement des zones α'.

Cependant, Lagneborg [1967] considère ces deux premiers mécanismes comme mineurs par rapport aux deux autres mécanismes exposés par la suite.

La différence de paramètre de maille entre les zones α et α' provoque un **écart de cohérence entre les deux réseaux cristallins** , écart de cohérence qui induit des contraintes internes. Le passage d'une dislocation dans ce champ de contraintes sera donc plus ou moins difficile en fonction du signe du vecteur de Bürgers de la dislocation. Enfin, la **différence entre les modules d'élasticité de α et de α'** est le dernier phénomène durcissant. Etant donné que l'énergie élastique d'une dislocation dépend du module d'élasticité, l'énergie nécessaire pour faire bouger une dislocation dépend de sa position vis-à-vis des phases α' qui sont plus dures que la matrice. Les dislocations vont donc subir une force de rappel qui va provoquer le durcissement du matériau.

Résumé :

Le durcissement de la phase ferritique est principalement lié à la phase α'. Les écarts de cohérence entre les réseaux cristallins de α et de α' introduisent des contraintes internes qui réduisent la mobilité des dislocations. De plus, α et α' possèdent des modules d'élasticité différents ce qui modifie l'énergie nécessaire au mouvement d'une dislocation.

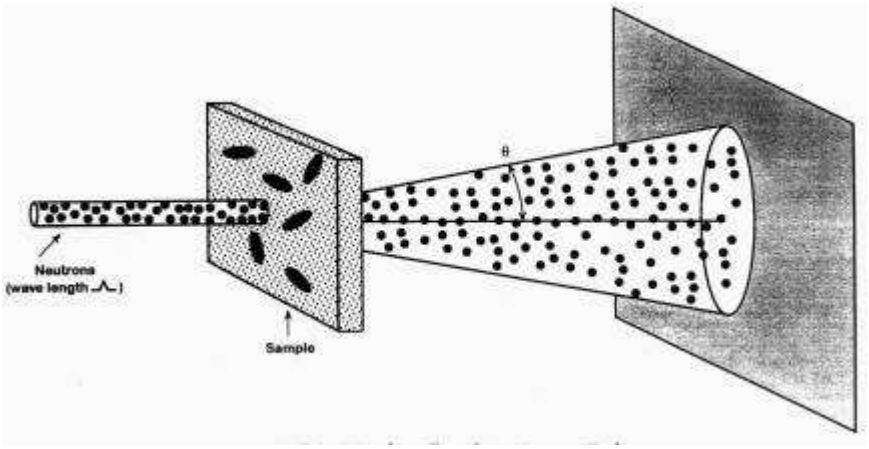


Figure 1 - 5 : Schéma de principe de la technique de Diffusion des Neutrons aux Petits Angles [Grisot et Massoud, 1997].

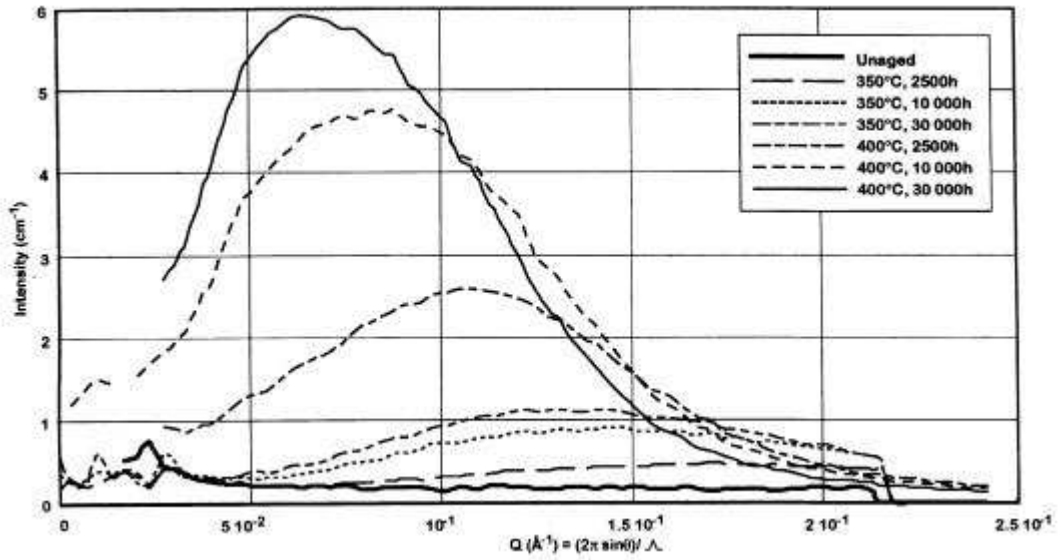


Figure 1 - 6 : Diagramme de diffusion donnant l'intensité en fonction de l'amplitude du vecteur de dispersion pour différents états de vieillissement [Grisot et Massoud, 1997].

1.3. MESURE DU VIEILLISSEMENT

Si les évolutions microstructurales liées au vieillissement ne peuvent être étudiées que par microscopie électronique en transmission, microsonde atomique ou microscopie Mössbauer, **le vieillissement peut, quant à lui, être directement mesuré de manière plus simple** par trois techniques suffisamment sensibles et reproductibles : la DNPA, le PTE ou la microdureté [Grisot et Massoud, 1997].

- DNPA : Diffusion des Neutrons aux Petits Angles

Cette technique consiste à **bombarder le matériau avec un faisceau monochromatique de neutrons** (Figure 1 - 5). Les hétérogénéités chimiques provoquent alors la déviation des neutrons et donc l'élargissement du faisceau. L'étude du spectre de dispersion donne des informations sur la taille et la distribution des hétérogénéités. Dans le cas des aciers austéno-ferritiques, ce spectre est caractérisé par l'apparition, après vieillissement uniquement, d'un **pic d'interférence qui augmente en intensité et se déplace lorsque le vieillissement augmente** (Figure 1 - 6). Il a été noté **que la phase G ne participait ni à la variation d'intensité du pic ni à son déplacement**.

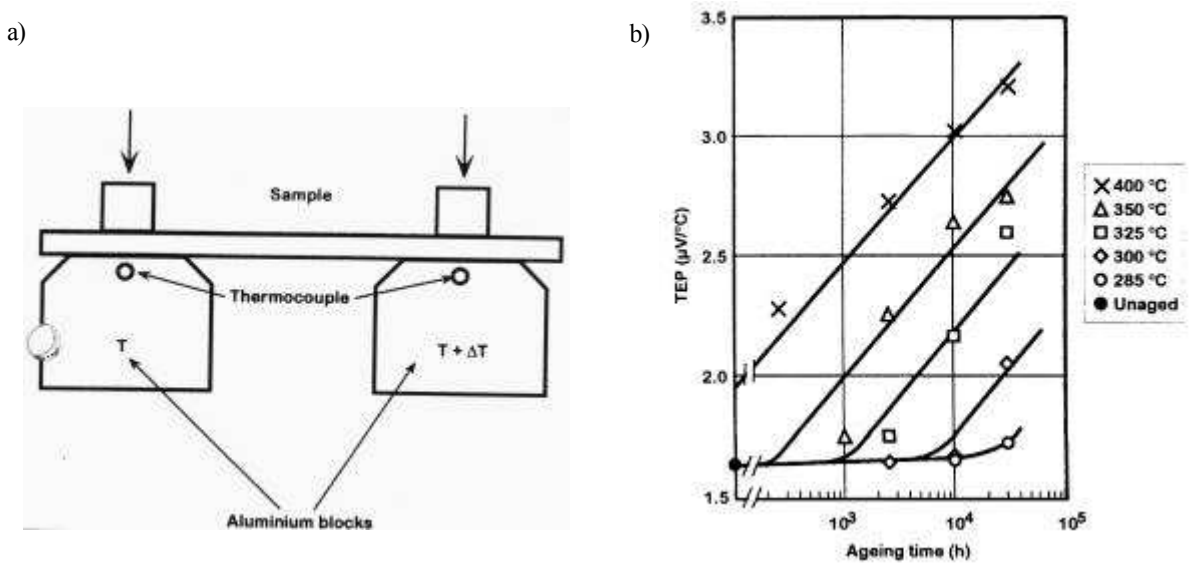


Figure 1 - 7 : Schéma de principe de la technique du pouvoir thermo-électrique (a) et évolution du PTE en fonction de la durée et de la température du vieillissement (b) [Grisot et Massoud, 1997].

- PTE : Pouvoir Thermo-Electrique

Le principe du PTE consiste à **déterminer la force électro-motrice induite par effet Seebeck d'un thermocouple différentiel constitué par l'échantillon et le matériau de référence** (Figure 1 - 7.a). En effet, le mouvement des électrons libres est perturbé par toute transformation microstructurale. En pratique, deux blocs d'aluminium sont maintenus respectivement aux températures T et T+ΔT. Un échantillon plat (longueur comprise entre 50 et 85 mm, largeur d'environ 5 mm et épaisseur variant de 0.2 à 1 mm) est appliqué sur ces blocs afin d'assurer un bon contact électrique et thermique. L'appareil donne directement le pouvoir thermo-électrique de l'échantillon. **Cette valeur augmente avec la durée et la température de vieillissement**, ce qui fait qu'elle est

bien adaptée au suivi du vieillissement (Figure 1 - 7.b). Cependant, elle est **fonction de la proportion en ferrite** du matériau ce qui explique la dispersion constatée sur ces mesures. De plus, selon Barbu et Lamagnère [1999], les **cinétiques d'évolution du PTE sont différentes à 300-325°C et à 350-400°C**. Il est à noter également que le PTE permet d'évaluer le vieillissement mais **ne peut pas être relié directement aux propriétés mécaniques**. En effet, pour certains vieillissements, alors que la résilience a atteint un plateau bas, le PTE, quant à lui, ne présente toujours pas de variation.

- Microdureté

La microdureté sous une charge de 50g augmente continûment dans la ferrite en fonction de la température et de la durée du vieillissement. Elle peut évoluer de 300 $Hv_{0.05}$ à l'état initial jusqu'à 1000 $Hv_{0.05}$, valeur plateau pour un vieillissement de 30 000 h à 400°C (Figure 1 - 8). Cette technique est sensible à la phase α' et à la phase G. La mesure est **souvent entachée de dispersion** en raison des perturbations liées à l'austénite environnante.

Afin de s'affranchir de la perturbation de l'austénite, la technique de la microdureté instrumentée sous une charge de 2g peut être utilisée [Rezakhanlou et Massoud, 1993]. La charge est dans ce cas suffisamment faible pour que la dureté soit représentative de chaque phase. La comparaison avec les résultats obtenus sous une charge 50g a montré une bonne corrélation. L'avantage supplémentaire de la microdureté instrumentée est que le résultat est alors indépendant de l'opérateur, autre source de dispersion non négligeable en microdureté.

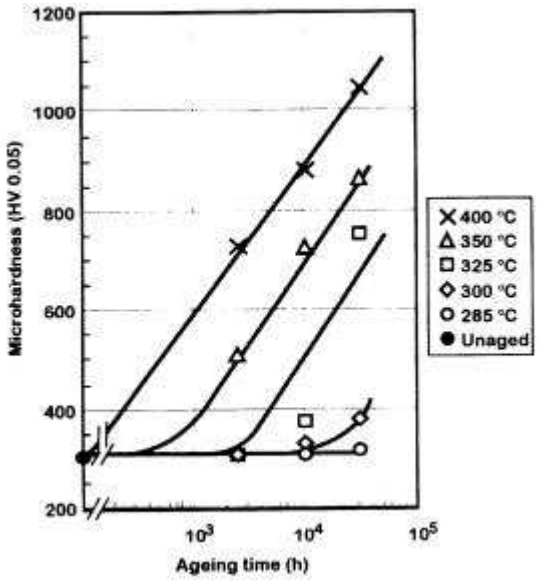


Figure 1 - 8 : Evolution de la dureté $Hv_{0.05}$ avec le vieillissement pour différentes températures [Grisot et Massoud, 1997].

Résumé :

- ***La Diffusion des Neutrons aux Petits Angles est sensible à la phase α' : lorsque le matériau est vieilli, un pic d'interférence se forme. Celui-ci croît en intensité et se déplace avec l'augmentation du niveau de vieillissement.***
- ***Le Pouvoir Thermo-Electrique est perturbé par la présence de la phase α'. C'est pourquoi, plus le matériau est vieilli, plus le PTE augmente.***
- ***La microdureté de la ferrite augmente également avec le vieillissement de celle-ci.***
- ***Ces trois méthodes sont bien adaptées à la mesure du vieillissement. Il faut juste noter que la méthode du PTE présente une dispersion assez forte et que la méthode de la DNPA est plus sensible que les autres aux évolutions microstructurales à 400°C.***

1.4. CINETIQUE DE VIEILLISSEMENT

La première cinétique de fragilisation dans les aciers austéno-ferritiques a été établie par Grobner [1973]. Etant donnée la teneur en chrome des aciers étudiés par cet auteur et la température de vieillissement, la démixtion α/α' se fait par germination et croissance. Le phénomène, thermiquement activé, obéit donc à une loi du type Arrhenius :

$$t = t_0 \exp\left(\frac{U}{RT}\right)$$

t = temps de maintien (heure) pour obtenir un niveau de fragilisation
t_0 = constante de la réaction (heure)
U = énergie d'activation (kJ/mol)
R = constante des gaz parfaits (J/mol)
T = température de maintien (K)

L'énergie d'activation déterminée par Grobner est celle de la diffusion du chrome dans le réseau ferritique, soit U = 230 kJ/mol.

Or des mesures réalisées plus tard mettent en évidence que l'énergie d'activation dans la gamme de température de 300 à 400°C est plus faible. Bonnet et al. [1990] ont d'ailleurs montré que **cette énergie augmente lorsque la température de vieillissement diminue** (Figure 1 - 9). C'est pourquoi, **les cinétiques de vieillissement des composants en aciers austéno-ferritiques ont été sous-estimées au moment de la conception des centrales nucléaires**.

L'énergie d'activation peut être mesurée à partir des variations d'amplitude de la spinodale mesurées par APFIM [Auger et al., 1990], de l'évolution de la dureté de la ferrite ou de la résilience du matériau [Pumphrey et Akhurst, 1990]. Chopra [1991] et Slama et al. [1984] ont également établi des relations empiriques à partir de la composition chimique du matériau.

Un paramètre de vieillissement p(t, T) donnant l'équivalence temps (t) - température (T) est ainsi déterminé : $p(t, T) = \log(t) + (0.43E_a)/RT$. Ce paramètre permet de corréler les vieillissements accélérés réalisés en laboratoire aux vieillissements in-situ.

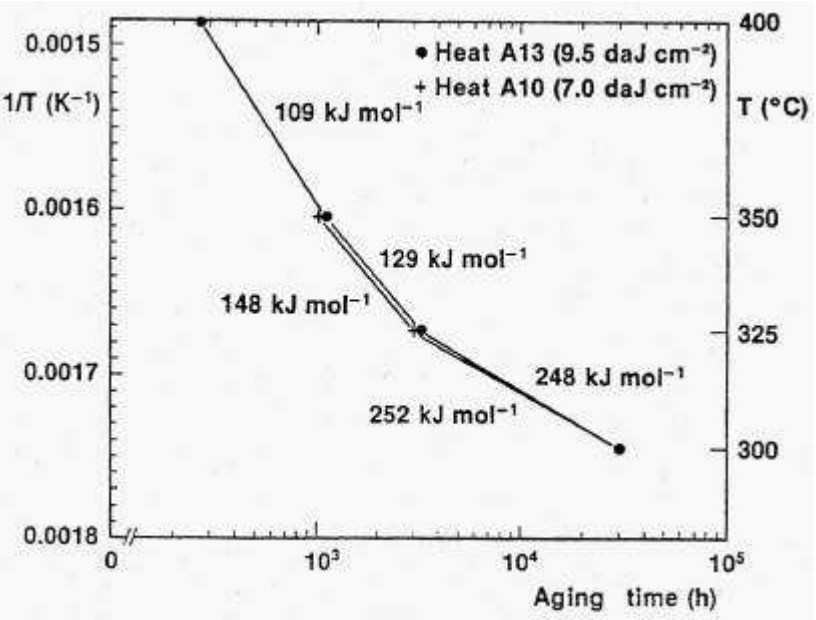


Figure 1 - 9 : Evolution de l'énergie d'activation en fonction de la température et de la durée de vieillissement de deux aciers de type CF8M [Bonnet et al., 1990].

Résumé :

La cinétique de vieillissement obéit à une loi du type Arrhenius dont l'énergie d'activation diminue lorsque la température de vieillissement augmente. Un paramètre de vieillissement donnant l'équivalence entre le temps et la température de vieillissement est alors déterminé.

L'intensité du vieillissement varie avec les conditions d'exposition (durée et température) mais aussi avec la composition chimique, la proportion et la morphologie de la ferrite ainsi qu'avec la structure de solidification (équiaxe ou basaltique). C'est pourquoi les paramètres métallurgiques et de fabrication jouent un rôle important, rendant le problème du vieillissement plus complexe encore.

1.5. INFLUENCE DES PARAMETRES METALLURGIQUES

Les principaux paramètres métallurgiques intervenant sur la sensibilité du matériau au vieillissement sont les concentrations en molybdène, en nickel, en silicium et en chrome.

- Le ***molybdène*** **agit à la fois sur la démixtion α/α' et sur la formation de la phase G**. Les atomes de molybdène se plaçant plutôt dans la phase α' que dans la phase α (Figure 1 - 10), ils créent des contraintes élastiques supplémentaires entre α et α' et donc un durcissement supplémentaire [Massoud et al., 1992]. En l'absence de molybdène, la phase G ne précipite pas. En revanche, l'augmentation de la teneur en molybdène dans la ferrite provoque une augmentation de la densité de phase G. En effet, la présence de molybdène provoque une diminution de solubilité du nickel dans la ferrite et donc une sursaturation en nickel et en silicium qui favorise la formation de phase G [Danoix et al., 1991a]. Le molybdène a donc un **effet durcissant** sur le matériau vieilli comme le montrent les courbes de résilience de la Figure 1 - 11.

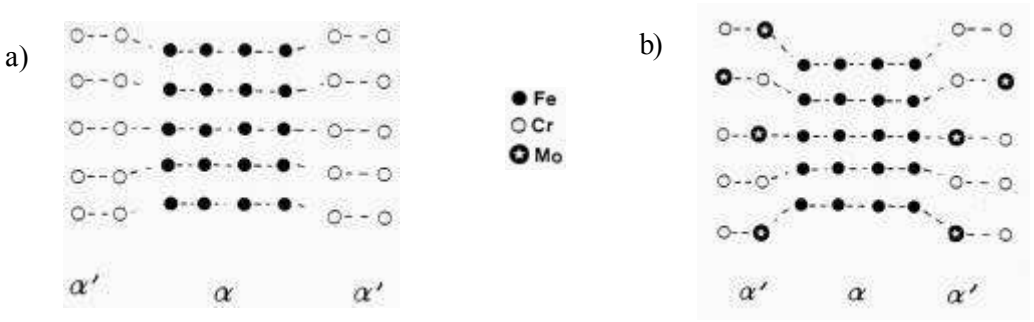


Figure 1 - 10 : Schématisation de l'effet du positionnement des atomes de molybdène au sein de α'. Matériau ne contenant pas de Mo (a) et matériau contenant du Mo (b)[Massoud et al., 1992].

- La présence de ***nickel*** provoque une **accélération de la cinétique de décomposition spinodale** quand une teneur seuil est atteinte et que la température de traitement thermique est supérieure à 300°C. Le nickel migre vers α et le ***silicium*** vers α'. Il y a donc sursaturation en nickel dans la phase α, ce qui facilite la germination et croissance de la phase G aux interfaces α/α'. Le nickel a donc également un **effet durcissant** [Danoix et al., 1991b].

- Le ***chrome*** a un **rôle évident dans le durcissement de la ferrite** par décomposition spinodale. En effet, lorsque la teneur en chrome du matériau augmente, la décomposition de la ferrite est amplifiée et donc la dureté de celle-ci augmente [Riedrich et Loib, 1941].

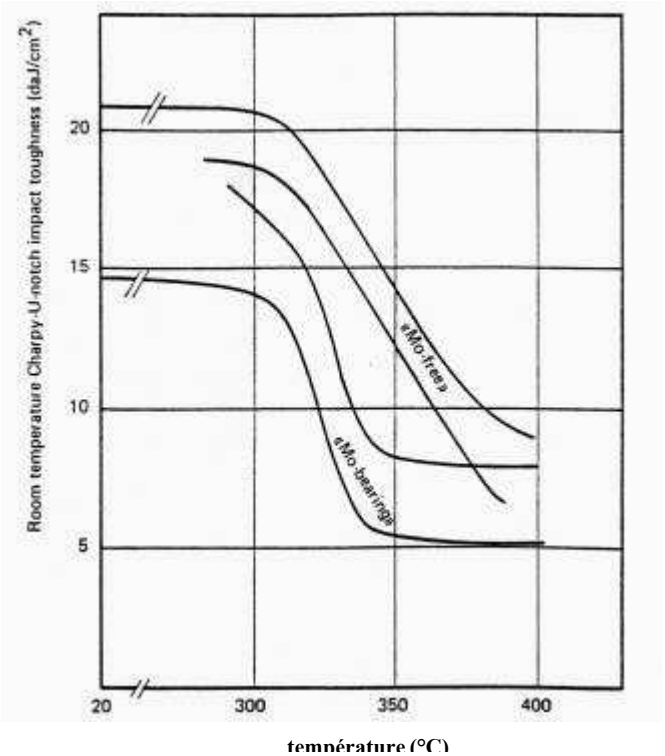


Figure 1 - 11 : Variation de la résilience en fonction de la température de vieillissement pour des durées de vieillissement de 30 000 h. Comparaison entre des aciers austéno-ferritiques contenant du molybdène et d'autres n'en contenant pas [Massoud et al., 1992].

➢ La fragilisation des aciers austéno-ferritiques peut être reliée au paramètre métallurgique Cr* (***Cr* = Cr+Mo+Si***) comme le montre la Figure 1 - 12 [Massoud et al., 1992]. En effet, Cr* est un **bon indicateur en ce qui concerne les teneurs en éléments métallurgiques** qui peuvent provoquer le durcissement de la ferrite. De plus, il **permet de tenir compte à la fois de la proportion de ferrite** présente dans le matériau **et de la morphologie des lattes d'austénite et de ferrite**. Ces deux derniers paramètres, qui dépendent des teneurs en chrome, molybdène et silicium du matériau, influent directement sur la résilience du matériau.

Résumé :

Le nickel, le silicium, le chrome et le molybdène sont les principaux éléments d'alliage intervenant dans la fragilisation des aciers austéno-ferritiques. C'est pour cette raison qu'un paramètre Cr* valant la somme des teneurs en silicium, chrome et molybdène a été établi. Le nickel et le chrome provoquent une accélération de la cinétique de décomposition spinodale. Le molybdène, quant à lui, se place préférentiellement dans la phase α' et est indispensable à la précipitation de la phase G.

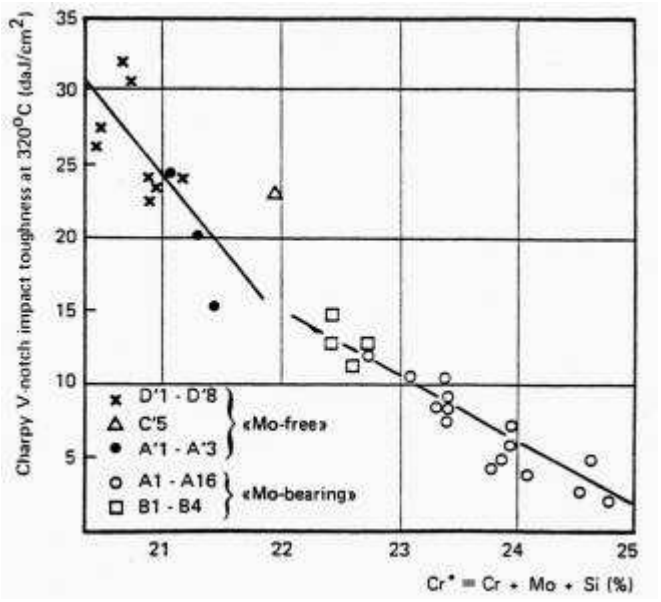


Figure 1 - 12 : Variation de la résilience de matériaux contenant du molybdène ou n'en contenant pas en fonction de Cr = Cr+Mo+Si [Massoud et al., 1992].*

1.6. INFLUENCE DES PARAMETRES DE FABRICATION

Les différentes étapes de fabrication des pièces moulées en acier austéno-ferritique sont les suivantes : élaboration à l'état liquide, puis solidification primaire en ferrite, puis transformation à l'état solide de la ferrite en austénite et enfin, traitement thermique d'homogénéisation (1 100°C pendant plusieurs heures) suivi d'une trempe à l'eau. Les paramètres de fabrication, pour chaque étape, peuvent influer sur la sensibilité du matériau au vieillissement [Massoud et al., 1998].

- Vitesse de solidification

La vitesse de solidification peut influer à la fois sur **la morphologie des grains et sur la précipitation des phases intermétalliques**. Lorsque la vitesse de solidification augmente, les grains ferritiques deviennent plus fins et plus allongés. L'espacement entre les lattes diminue. Les grains sont alors plus résistants et la résilience du matériau augmente. En revanche, si le refroidissement entre 900°C et 600°C est lent, la phase fragile σ et des carbures de $M_{23}C_6$ peuvent précipiter. Ces phases fragilisent le matériau et sa résilience chute. La vitesse de solidification influe donc sur la fragilisation du matériau mais elle n'a **aucune influence sur les cinétiques de vieillissement**.

- Température du traitement thermique d'homogénéisation

La température du traitement thermique d'homogénéisation permet de **dissoudre les phases fragilisantes** (comme σ) mais **influe également sur les proportions de ferrite et d'austénite** ainsi

que **sur la composition chimique de chaque phase**. La température de traitement thermique joue donc **un rôle sur la cinétique de vieillissement**, puisqu'elle modifie la composition chimique locale du matériau. Elle joue également **un rôle sur le niveau de fragilisation** car elle influe sur la proportion de ferrite par rapport à l'austénite.

- Durée du traitement d'homogénéisation et vitesse de trempe

Ces deux paramètres **influent sur l'homogénéisation chimique du matériau et sur la microstructure**. L'augmentation de la durée du traitement thermique permet de gommer les fluctuations en chrome dans la ferrite, de dissoudre les phases fragilisantes et de modifier la microstructure de la ferrite. L'augmentation de la vitesse de trempe, quant à elle, diminue la taille des grains ferritiques. Ces deux paramètres **jouent donc sur le début de la décomposition spinodale, sur la cinétique de vieillissement et sur le niveau de fragilisation**.

Globalement, du point de vue métallurgique, le mécanisme de vieillissement est sensible à l'état initial de la ferrite. Tout paramètre permettant de mieux homogénéiser la ferrite retarde le début de la décomposition spinodale et assure au matériau une meilleure résistance.

Résumé :

Les paramètres de fabrication interviennent à la fois sur la fragilisation et sur la cinétique de vieillissement. En effet, en fonction de la vitesse de solidification, de la température et de la durée du traitement thermique d'homogénéisation, la microstructure du matériau (morphologie et proportion de chaque phase) ainsi que la précipitation de phases intermétalliques seront différentes, ces deux paramètres caractérisant la fragilisation. La température et la durée du traitement thermique d'homogénéisation ont également un rôle sur la composition locale de la ferrite, ce qui peut modifier la cinétique de vieillissement.

1.7. CONSEQUENCES DU VIEILLISSEMENT SUR LES PROPRIETES MECANIQUES

➢ En ***traction***, le vieillissement provoque : **une faible variation de la limite d'élasticité, une augmentation de la résistance maximale** et de l'écrouissage ainsi que la **chute de la ductilité** (Tableau 1 - 1).

	caractéristiques de traction			
	$R_{p0.2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A (%)	Z (%)
non vieilli	371	682	36	66
vieilli 8 000 h à 350°C	399	780	6	8

Tableau 1 - 1 : Influence du vieillissement sur les caractéristiques de traction à l'ambiante d'un acier austéno-ferritique moulé [Duval, 1992].

➢ La ***résilience*** **chute** également avec le vieillissement (Figure 1 - 13).

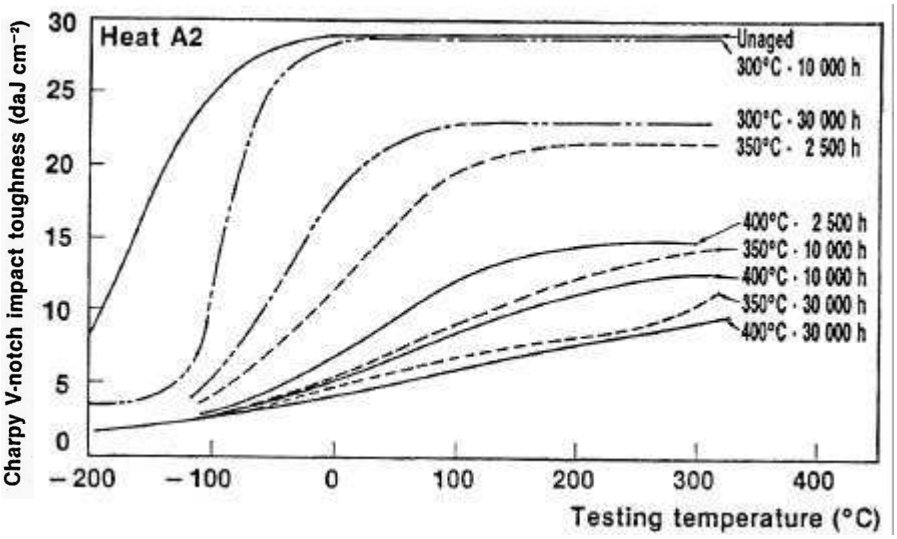


Figure 1 - 13 : Influence du vieillissement sur la résilience du matériau [Bonnet et al., 1990].

➢ Joly [1992], Duval [1992], Verhaeghe [1995], Devillers-Guerville [1998] et Bugat [2000] ont étudié en détail les ***mécanismes d'endommagement et de rupture***, sous sollicitation monotone, des aciers austéno-ferritiques. Alors que le mécanisme de rupture de l'austénite reste ductile, **la ferrite rompt selon trois modes différents suivant son niveau de vieillissement et la température d'essai** (Figure 1 - 14). Lorsque le matériau est très faiblement vieilli, la ferrite rompt de manière ductile et ce, quelle que soit la température d'essai. Cependant, avec le vieillissement, la ferrite rompt par clivage $\{100\}\alpha$ à température ambiante et par cisaillement $\{110\}\alpha$ à la température de service (≈ 320°C).

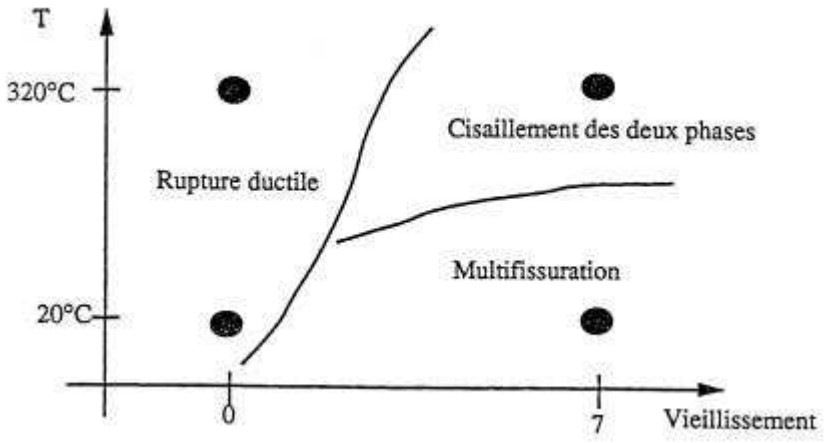


Figure 1 - 14 : Mécanismes d'endommagement et de rupture d'un acier austéno-ferritique en fonction de son degré de vieillissement variant de 0 à 7 et de la température d'essai [Duval, 1992].

A l'ambiante, la **rupture de l'acier vieilli a lieu en trois étapes** (Figure 1 - 15). Des microfissures de **clivage {100}α** apparaissent tout d'abord dans la ferrite. Puis **ces microfissures se propagent dans l'austénite** qui se déforme plastiquement. Les ligaments d'austénite finissent alors par rompre suite à la **coalescence des cavités**.

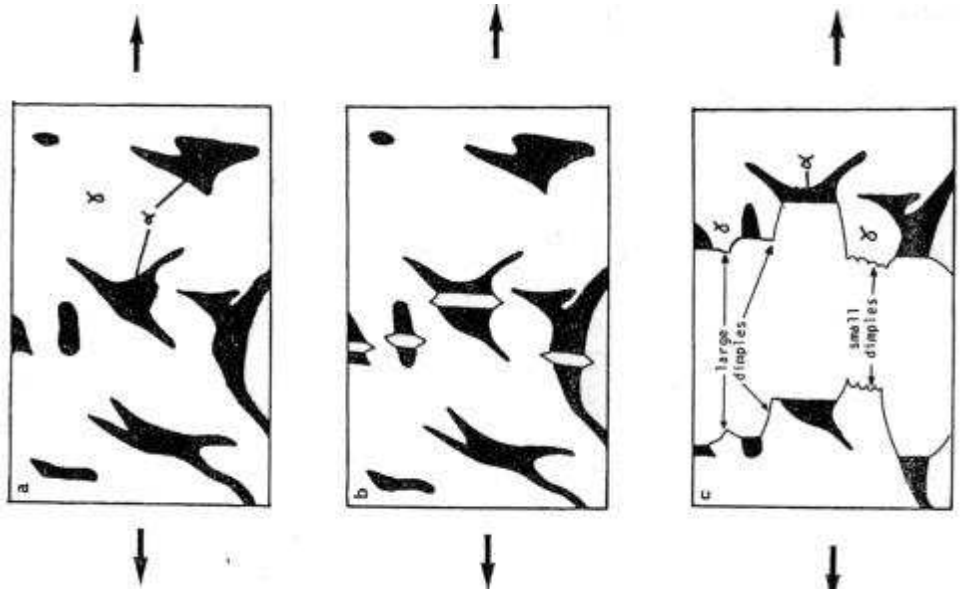


Figure 1 - 15 : Mécanisme d'endommagement et de rupture des aciers austéno-ferritiques vieillis testés en traction à l'ambiante [Slama et al., 1984].

Joly a observé que **l'endommagement par clivage apparaissait sous forme d'amas** et que **ces amas correspondaient bien souvent aux grains austénitiques**. Il a donc étudié **l'influence de la direction macroscopique de sollicitation vis-à-vis des orientations relatives de la ferrite et de l'austénite**. Deux situations peuvent être distinguées :

- Lorsque l'axe de traction est proche d'une direction <100>α, le clivage de la ferrite est facile. Ce sont ces grains ferritiques qui vont s'endommager fortement.

- Lorsque l'axe de traction n'est pas proche d'une direction <100>α, le clivage de la ferrite va dépendre de la compatibilité ou non de déformation des deux phases. Lorsque le système dense commun (au sens de Kurdjumov-Sachs) à la ferrite et à l'austénite présente un facteur de Schmid élevé (> 0.4), l'incompatibilité de déformation est faible ce qui réduit l'apparition du clivage. En revanche, si le facteur de Schmid est plus faible (< 0.3), le clivage peut apparaître suite à l'incompatibilité de déformation qui provoque une augmentation de contrainte ou de déformation dans la ferrite.

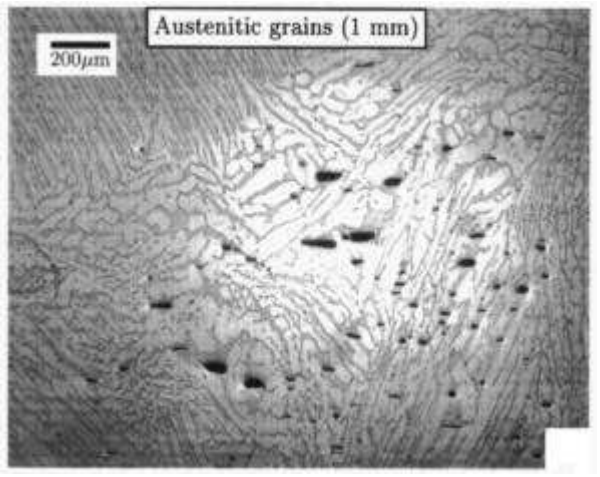


Figure 1 - 16 : Amas de fissures de clivage dans la section d'une éprouvette de traction polie et attaquée au réactif de Murakami [Bugat, 2000].

Résumé :

Le vieillissement de la ferrite provoque une diminution de la ductilité et de la résilience du matériau. Il n'a en revanche pas d'influence sur la limite d'élasticité.

Le mécanisme de rupture de l'austénite n'est pas affecté par le vieillissement. Celui de la ferrite dépend à la fois du niveau de vieillissement (ductile/fragile) et de la température d'essai (clivage/cisaillement).

A l'ambiante, dans le matériau vieilli, l'endommagement apparaît tout d'abord par clivage dans la ferrite, puis il y a coalescence dans l'austénite jusqu'à la rupture finale. L'orientation de la ferrite mais aussi celle de l'austénite par rapport à la direction macroscopique de traction vont conditionner l'apparition du clivage dans la ferrite. L'endommagement apparaît préférentiellement dans les zones où la ferrite est bien orientée pour cliver ou dans les zones où les incompatibilités de déformation entre les deux phases sont grandes.

2. COMPORTEMENT CYCLIQUE DES MATERIAUX

2.1. REMARQUES GENERALES SUR LES BOUCLES DE FATIGUE……...……...…47

2.2. MECANISMES DE DEFORMATION CYCLIQUE…..…….……...…51

2.3. EVOLUTION DE LA PHASE α' SOUS SOLLICITATIONS CYCLIQUES……...……..55

2.4. ENDURANCE……...…….59

2.4.1. Influence de l'amplitude de déformation sur l'évolution des amplitudes de contraintes en fonction du nombre de cycles

2.4.2. Influence du vieillissement et de la température d'essai sur la résistance à la fatigue

2.5. MECANISMES D'AMORCAGE ET DE PROPAGATION DE FISSURE……..……..61

2.6. EFFET D'ANISOTROPIE LIE A LA TEXTURE DU MATERIAU……...63

2.7. CONCLUSIONS……66

Dans ce chapitre, la **fatigue oligocyclique** (§ 2.1) et l'**endurance** (§ 2.4) sont abordées. Ces deux thématiques apportent des informations complémentaires sur ce qui se passe en pointe de fissure. En effet, la zone située à l'avant de la pointe de fissure subit des sollicitations de traction / compression tout comme une éprouvette de fatigue. La fatigue oligocyclique permet d'obtenir des renseignements sur le comportement cyclique du matériau (écrouissage, mécanismes de déformation…) alors que l'endurance permet d'estimer la durée de vie du matériau.
De plus, nous souhaitons étudier **l'influence des sollicitations cycliques sur la phase α'**. Nous nous sommes donc intéressés aux résultats de la littérature (§ 2.3). Or, pour bien comprendre la dissolution de la phase α' en fatigue, il est nécessaire de connaître les **structures de dislocations dans chaque phase** et surtout dans la ferrite (§ 2.2).
Enfin, étant donné que nous avons pour objectif de déterminer les **mécanismes d'endommagement et de rupture** ainsi que le chemin cristallographique d'une fissure longue, l'étude de ces mécanismes en fatigue oligocyclique suggère ce qui se passe en pointe de fissure (§ 2.5 et 2.6).

Contrairement au cas de la traction, la fatigue des aciers austéno-ferritiques a peu été étudiée. Dans ce domaine, **le principal axe de recherche concerne la réponse cyclique du matériau à l'ambiante et sous différentes amplitudes de déformation**. Celle-ci est exprimée en termes d'évolution de l'amplitude de contrainte soit en fonction de la déformation plastique, soit en fonction du nombre de cycles. Ces représentations, associées à des observations par microscopie électronique en transmission, permettent de déterminer les mécanismes de déformation de chaque phase. Les mécanismes d'amorçage et de propagation de fissure ainsi que les effets d'anisotropie liés à la texture du matériau ont fait, quant à eux, l'objet de recherches moins étendues.

Il est à noter que **l'étude du comportement cyclique à la température de service des composants (320°C) n'a été publiée que par un seul auteur** [Slama et al., 1984].

Les matériaux cités dans ce chapitre sont récapitulés au Tableau 2 - 1. **Seuls les aciers dont la teneur en azote est faible (< 0.07% en poids) ont été retenus** car ils correspondent aux aciers de notre étude. Cependant, dans la littérature, de nombreuses études ont été réalisées sur des matériaux à teneur en azote plus élevée (0.11% < N < 0.6%) [Degallaix et al., 1995], [Vogt et al. 1997], [Delafosse et Magnin, 1998] et [Akdut, 1999]. L'azote, reconnu pour améliorer les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion de l'acier inoxydable, provoque le durcissement de la phase austénitique. Contrairement aux aciers à bas azote, la déformation plastique cyclique devient donc plus facile dans la ferrite que dans l'austénite, ce qui a pour effet de modifier le comportement cyclique du matériau.
Parmi les matériaux cités, certains sont obtenus par laminage, d'autres par moulage. Il ne semble cependant **pas y avoir de différence de comportement importante selon le mode de fabrication**.

référence	matériau	% α	TT vieillissement		résilience ou σ_y	Remarques
			durée (h)	température (°C)		
[Baffie et al., 1999]	UNS S31803	55	0			azote 0.13%
			200	475		
[Bugat , 2000]	CF8M (coude EK)	28	3000	350	2.5 daJ/cm^2	
			2400	400	?	
			10000	400	1.5 daJ/cm^2	
[Le Roux et al., 1997]	CF8M (coude EK)	28	3500	400	1.6 daJ/cm^2	
[Le Roux, 2000]	CF8M (coude EK)	28	3500	400	1.6 daJ/cm^2	
[Llanes et al., 1996]	AISI-329	62	0		494 MPa	
			25	475	752 MPa	
			200	475	833 MPa	
[Llanes et al., 1997]	UNS S31803	55	0		468 MPa	
			200	475	780 MPa	
[Llanes et al., 1999]	UNS S31803	50	0		598 MPa	plaque
		45	0		468 MPa	barre
[Magnin et Lardon, 1988]		50	0			
[Mateo et al., 1996]	UNS S31803	55	0		468 MPa	
			200	475	780 MPa	
[Slama et al., 1984]	CF8M	17.5	0		20 daJ	essais à 320°C
			7500	400	3 daJ	
[Calonne, 2001]	CF8M (coude EK)	28	0		20 daJ/cm^2	
			10000	400	1.5 daJ/cm^2	
[Calonne, 2001]	CF8M (coude n°1)	32	0		23 daJ/cm^2	
			2400	400	2 daJ/cm^2	

résilience (daJ ou daJ/cm^2) ; σ_y (MPa)

Tableau 2 - 1 : Récapitulatif des caractéristiques, traitements thermiques de vieillissement et niveaux de fragilisation des matériaux citées dans le chapitre 2.

2.1. REMARQUES GENERALES SUR LES BOUCLES DE FATIGUE

➢ Le Roux et al. [1997] ont réalisé des essais de fatigue plastique oligocyclique sur un acier austéno-ferritique contenant 28% de ferrite et vieilli 3500 h à 400°C. Les essais étaient pilotés en déformation totale, l'amplitude de celle-ci variant de ±0.15% à ±0.5% (Figure 2 - 1.a).

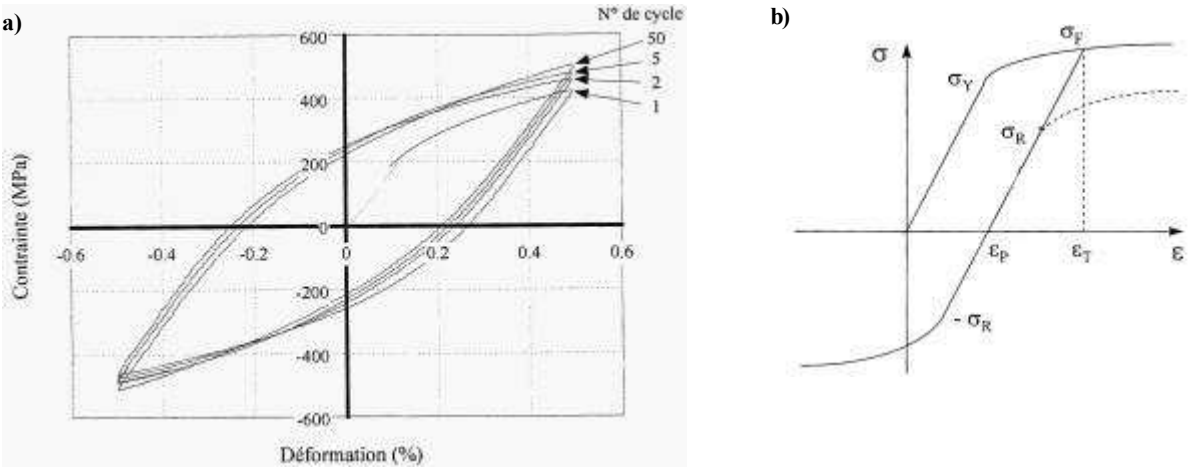


Figure 2 - 1 : Boucles de fatigue n°1, 2, 5 et 50 d'un essai effectué à ±0.5% de déformation totale (a) et représentation graphique des grandeurs σ_R et σ_F (b)[Le Roux et al., 1997].

➢ Le Roux et al. ont mis en évidence la **consolidation cyclique** du matériau. Celle-ci reste cependant faible : la loi d'écrouissage cyclique en régime stabilisé s'écrit $R_p = 614\ \varepsilon_p^{0.24}$, ce qui est proche de la loi d'écrouissage monotone exprimée par $R_p = 560\ \varepsilon_p^{0.264}$; R_p étant la contrainte d'écoulement en MPa et ε_p, la déformation plastique en %.

Slama et al. [1984] ont comparé les courbes d'écrouissage cyclique à l'ambiante et à 320°C d'un acier duplex contenant 17.5% de ferrite, non vieilli et vieilli 7 500 h à 400°C (Figure 2 - 2). **L'écrouissage cyclique du matériau augmente avec son vieillissement mais ne varie pas avec la température d'essai**.

➢ La contrainte moyenne à chaque cycle, calculée par Le Roux [2000], vaut environ –20 MPa ce qui indique une **dissymétrie entre les contraintes de traction et de compression**. L'auteur attribue cette asymétrie à la présence de fissures de clivage dans la ferrite qui s'ouvrent en traction et se ferment en compression. Le matériau est alors plus résistant sous chargement négatif que sous chargement positif. Cette explication est étayée par l'observation d'une augmentation de durée de vie pour les éprouvettes ayant la contrainte moyenne la plus forte en compression. Selon l'auteur, une augmentation relative du nombre de cavités aurait pour conséquence d'accentuer la tendance à la compression et donc d'augmenter l'endurance du matériau puisque celui-ci est moins sollicité en traction.

Il est certain que l'endommagement par clivage participe à la dissymétrie entre les contraintes. Cependant, il faut rappeler que la différence de limites d'élasticité entre traction et compression est

une caractéristique des matériaux cubiques centrés comme la ferrite [François et al., 1995]. En effet, dans les cubiques centrés, le cœur des dislocations vis est dissocié sur plusieurs plans. Ces dislocations ont donc, contrairement aux dislocations coin, une force de Peierls très élevée responsable de leur déplacement difficile. En compression, la dissociation du cœur de la dislocation augmente, rendant le glissement plus difficile, d'où une contrainte d'écoulement supérieure.

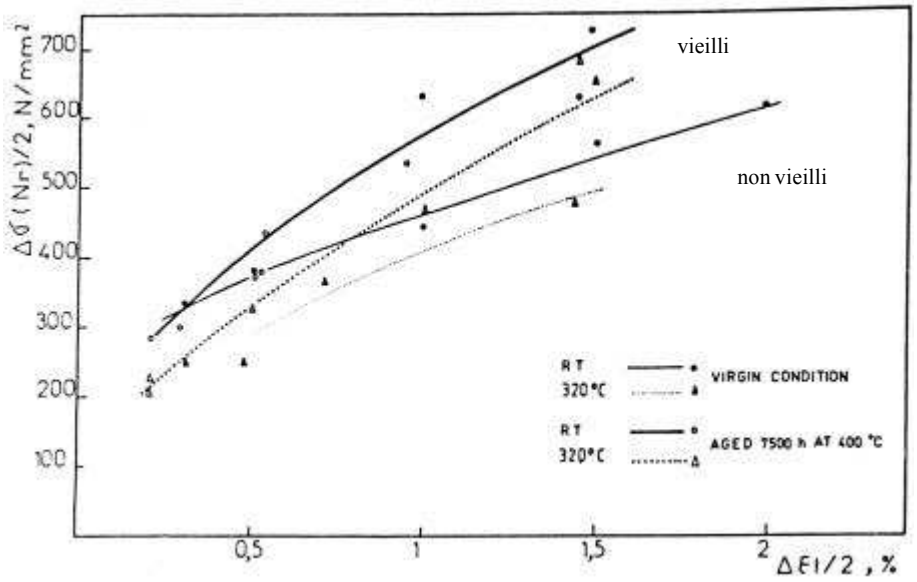


Figure 2 - 2 : Courbes d'écrouissage cyclique à l'ambiante et à 320°C d'un acier duplex non vieilli et vieilli 7 500 h à 400°C. [Slama et al. 1984].

➢ Le Roux et al. ont également mis en évidence un **fort effet Bauschinger** caractéristique de l'écrouissage cinématique. Contrairement à l'écrouissage isotrope pour lequel les limites d'élasticité en traction et en compression sont symétriques, un matériau ayant un comportement cinématique déforme plastiquement plus rapidement au déchargement qu'au chargement.

L'effet Bauschinger, lié aux contraintes internes induites par les différences de contraintes d'écoulement entre la ferrite et l'austénite, est mesuré par le rapport $(\sigma_F - \sigma_R)/\sigma_F$ où σ_F est la contrainte maximale à chaque cycle et σ_R, la limite d'élasticité en retour (Figure 2 - 1.b**). Cet effet augmente à la fois en fonction du nombre de cycles et en fonction de l'amplitude de déformation appliquée**. La variation en fonction du nombre de cycles est d'autant moins marquée que le niveau de déformation est élevé. En effet, l'augmentation de l'effet Bauschinger est de 84% en 1 000 cycles pour une amplitude de déformation totale de ±0.15% alors qu'elle n'est que de 21% en 500 cycles pour une amplitude de déformation totale de ±0.5%.

L'**écrouissage isotrope reste quant à lui relativement constant**.

Nous verrons au chapitre 7 que Bugat [2000] a identifié les paramètres des lois d'écrouissage cinématique et isotrope de chaque phase pour un duplex contenant 28% de ferrite et ayant subi trois niveaux de vieillissements différents.

Résumé :

Les boucles de fatigue des aciers austéno-ferritiques se caractérisent principalement par :

- ***Une consolidation cyclique.***
- ***Un écrouissage cyclique qui augmente avec le vieillissement du matériau mais ne varie pas avec l'accroissement de la température d'essai.***
- ***Un écrouissage cinématique (ou effet Bauschinger) prédominant.***
- ***Un niveau de contrainte maximale de compression supérieur à celui de traction. La résistance plus faible du matériau en traction est liée à un endommagement par clivage et au fait que les dislocations vis dans les métaux cubiques centrés se déplacent plus facilement en traction qu'en compression.***

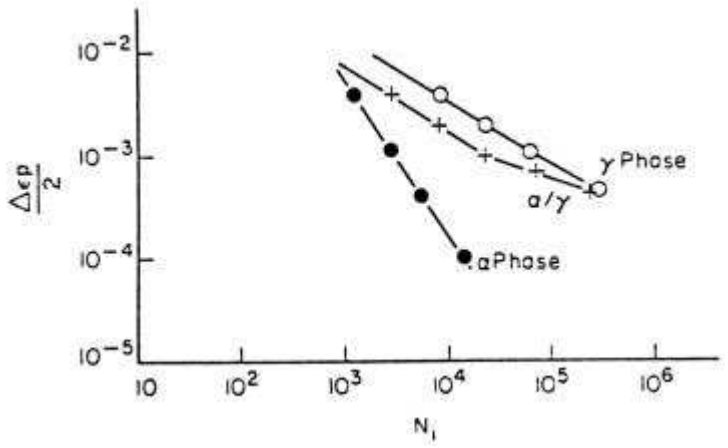


Figure 2 - 3 : Courbes de Manson-Coffin d'un acier austéno-ferritique, d'un acier ferritique et d'un acier austénitique. N_i correspond au nombre de cycles pour lequel la contrainte maximale diminue de 1%. [Magnin et Lardon, 1988].

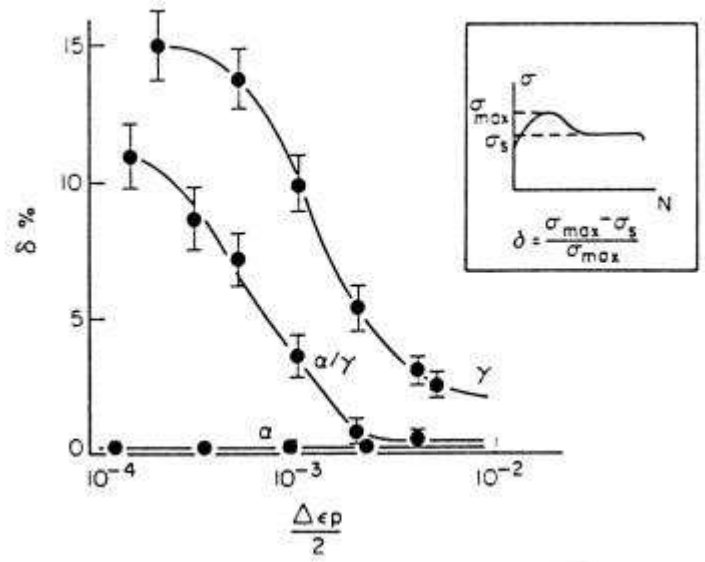


Figure 2 - 4 : Influence de l'amplitude de déformation plastique ($\Delta\varepsilon_p$ / 2) sur le taux d'adoucissement cyclique pour un acier austéno-ferritique, un acier ferritique et un acier austénitique. [Magnin et Lardon, 1988].

2.2. MECANISMES DE DEFORMATION CYCLIQUE

Selon l'amplitude de déformation, le comportement cyclique de l'acier austéno-ferritique est « austénitique », « ferritique » ou « mixte ». On entend par comportement « austénitique » ou « ferritique » un comportement dominé respectivement par la déformation de la phase austénitique ou par celle de la phase ferritique.

➢ Magnin et Lardon [1988] ont étudié sous sollicitations de traction / compression à amplitude de déformation plastique variant de $\pm 10^{-4}$ à $\pm 10^{-2}$ **un acier duplex non vieilli contenant 50% de ferrite, un acier austénitique et un acier ferritique** , tous deux de compositions chimiques proches de celle du duplex.

Ils ont constaté un changement de comportement cyclique du matériau duplex pour une amplitude de déformation plastique valant $\pm 10^{-3}$. La représentation de Manson-Coffin (Figure 2 - 3), la courbe d'adoucissement (Figure 2 - 4) ainsi que la courbe d'écrouissage cyclique (Figure 2 - 5) en témoignent.

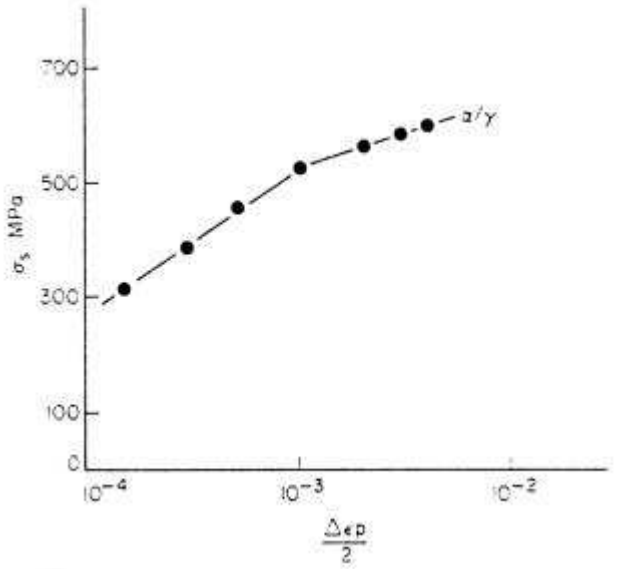


Figure 2 - 5 : Courbe d'écrouissage cyclique d'un acier austéno-ferritique. [Magnin et Lardon, 1988].

Aux faibles amplitudes de déformation plastique ($\Delta\varepsilon_p / 2 < 10^{-3}$), le nombre de cycles à rupture du duplex et son paramètre d'adoucissement δ ($\delta = (\sigma_{max} - \sigma_s) / \sigma_{max}$) sont proches de ceux de l'acier austénitique. En revanche, aux fortes amplitudes de déformation ($\Delta\varepsilon_p / 2 > 10^{-3}$), le nombre de cycles à rupture du duplex est proche de celui de l'acier ferritique. Le paramètre d'adoucissement devient également négligeable, comme celui de la ferrite. La courbe d'écrouissage cyclique présente, quant à elle, une faible rupture de pente au niveau de $\Delta\varepsilon_p / 2 = 10^{-3}$.

Ces conclusions faites à partir des essais mécaniques sont confirmées par les observations des sites d'amorçage de fissures. Aux amplitudes de déformation inférieures à $\pm 10^{-3}$, les fissures

n'apparaissent que dans la phase austénitique alors qu'aux amplitudes de déformation supérieures, elles apparaissent dans la ferrite, au niveau des joints de macles.

Le comportement cyclique du duplex est donc lié aux mécanismes de déformation plastique de chaque phase. Il semblerait qu'aux amplitudes de déformation plastique inférieures à $\pm 10^{-3}$, la déformation globale soit principalement accommodée par la phase austénitique. En effet, la déformation plastique de l'austénite se fait par glissement plan de dislocations coin plus facile que le déplacement de dislocations vis dans la ferrite. Des fissures transgranulaires apparaissent alors dans l'austénite. Aux amplitudes de déformation plastique supérieures à $\pm 10^{-3}$, la déformation globale du matériau est accommodée à la fois par la ferrite et l'austénite. Le maclage et le glissement sinueux, qui sont les deux modes de déformation de la ferrite, provoquent des amorces de fissures dans cette phase.

Les auteurs concluent donc que **le comportement cyclique de l'acier austéno-ferritique est « austénitique » aux amplitudes de déformations plastiques inférieures à $\pm 10^{-3}$ et « ferritique » aux amplitudes de déformations supérieures**.

➢ Llanes et al. [1996] ont étudié **le comportement cyclique d'un acier duplex contenant 62% de ferrite en fonction de la déformation plastique**. Ces auteurs ont de plus **fait varier le niveau de vieillissement** de non vieilli (UA) à vieilli 25 h (A25) et 200 h (A200) à 475°C. Ils ont également fait **une étude approfondie par microscopie électronique en transmission de l'activité des dislocations dans chaque phase**.

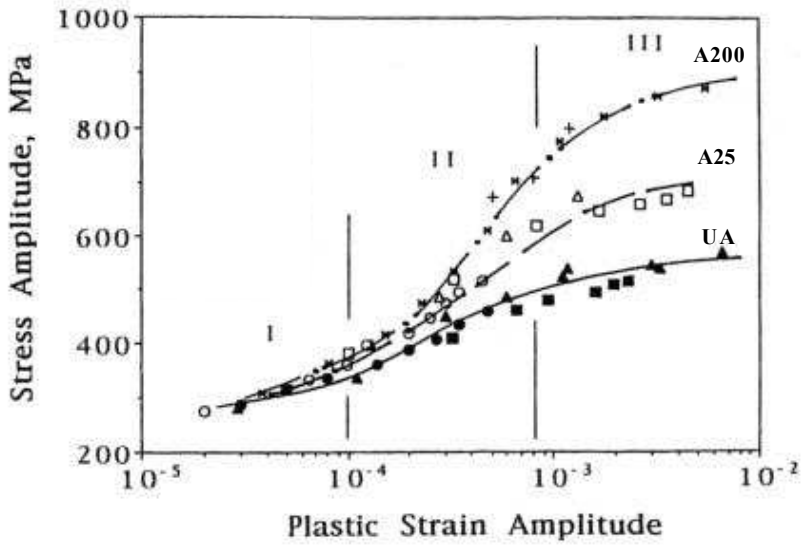


Figure 2 - 6 : Courbe d'écrouissage cyclique pour les matériaux non vieilli (UA) et vieilli (A25 et A200) [Llanes et al., 1996].

Sur la base d'observations du comportement mécanique et des structures de dislocations, le comportement cyclique a été découpé en **trois stades** (Figure 2 - 6). Le stade I correspond aux ε_p inférieures à 10^{-4}, le stade II, aux ε_p variant de 10^{-4} à 10^{-3} et le stade III, aux ε_p supérieures à 10^{-3}.

Chaque stade peut être défini par son taux d'écrouissage, sa contrainte à saturation et ses structures de dislocation associées. Les différences de taux d'écrouissage s'expliquent par des différences de structures de dislocations. En revanche, les variations du niveau de contrainte sont associées aux différences de limites d'élasticité.

Dans le **stade I**, le comportement cyclique du matériau est **indépendant du vieillissement**. Ceci est dû à un **mécanisme de déformation « austénitique »** pour les matériaux vieillis et non vieillis. Les dislocations de caractère plan sont en effet concentrées dans l'austénite. Seules quelques dislocations vis isolées ont été trouvées dans la ferrite.

Dans le **stade II**, en revanche, l'effet du vieillissement sur la déformation cyclique est très marqué. En effet, **l'écrouissage du matériau augmente fortement avec son vieillissement**.
Pour ces amplitudes de déformation plastique, **les deux phases du matériau non vieilli se déforment**. Son comportement est donc « mixte ». Dans l'austénite, de nouveaux systèmes de glissement sont activés. Les réseaux de dislocations sont plus denses et plus uniformément distribués. Dans la ferrite, les dislocations se regroupent et forment des échelles.
Pour les matériaux vieillis, en raison de la dureté de la phase ferritique, **seule l'austénite supporte la déformation** rendant le comportement cyclique « austénitique ». Dans la phase austénitique, comme pour le matériau non vieilli, de nouveaux systèmes de glissement sont activés, principalement aux interfaces α / γ en raison des incompatibilités de déformation. Cependant, la densité des dislocations planes et des systèmes activés est supérieure à celle des matériaux non vieillis. Le degré d'agglomération est également plus rapide. Suite au comportement élastique de la ferrite, le glissement dans l'austénite passe de plan à sinueux et avec l'augmentation de la déformation plastique, des micromacles peuvent même se former. Dans la ferrite, aucun changement de structure de dislocations n'intervient avec l'augmentation de l'amplitude de déformation. Les dislocations vis s'arrangent selon des plans de glissement. On remarque également que, **plus le matériau est vieilli, plus la contrainte d'écoulement augmente avec la déformation plastique**, ceci en raison de l'accroissement de la limite d'élasticité de la ferrite.

Dans le **stade III**, les mécanismes de déformation cyclique évoluent vers **des mécanismes de type « ferritique » suite à la déformation plastique de la ferrite**. La prédominance du mécanisme de déformation cyclique de type « austénitique » ou « ferritique » dans une gamme de déformation plastique dépend directement du niveau de déformation de la phase ferritique, donc de son degré de fragilisation. **Plus la fragilisation est faible, plus la transition du stade II au stade III se fera pour de faibles amplitudes de déformation**.
Dans l'austénite, le passage du glissement plan au glissement sinueux s'intensifie lorsque la déformation plastique augmente.
Cependant, les changements de structure de déformation ont surtout lieu dans la ferrite. De longues dislocations vis apparaissent et se structurent en veines au niveau des joints de grains. Dans la ferrite vieillie, des macles peuvent se former, provoquant des chutes de contrainte aux premiers cycles sous forte déformation plastique. **L'activation du glissement dans la ferrite vieillie** lui permet non seulement de se déformer plastiquement mais **provoque également le cisaillement des précipités α' et donc l'adoucissement local de la ferrite**. Cet adoucissement est mis en évidence sur l'acier biphasé à la Figure 2 - 7.

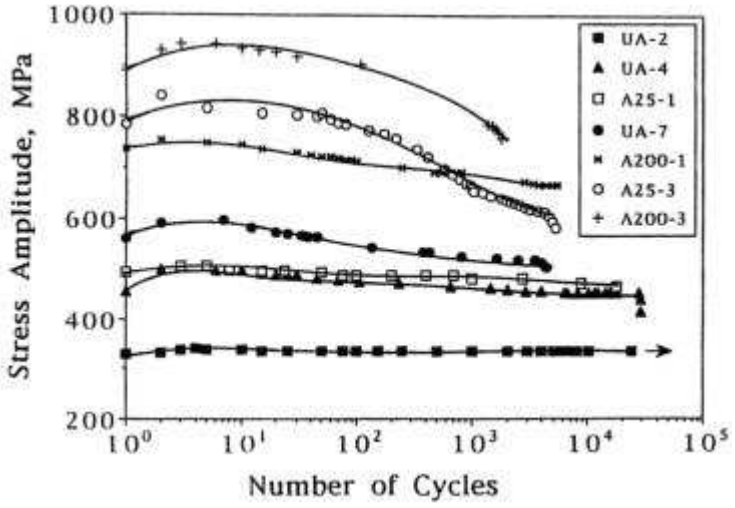


Figure 2 - 7 : Courbes de contraintes en fonction du nombre de cycles pour les matériaux non vieilli (UA) et vieilli (A25 et A200), testés sous amplitude de déformation constante [Llanes et al., 1996].

Quels que soient l'amplitude de déformation totale appliquée à l'éprouvette ou le niveau de vieillissement, les courbes contrainte en fonction du nombre de cycles présentent une phase de durcissement suivie d'un adoucissement cyclique. Pour les faibles et moyennes amplitudes de déformation plastique, l'adoucissement est graduel et une contrainte à saturation est atteinte. En revanche, pour les grandes amplitudes de déformation plastique, l'adoucissement, d'autant plus important que le matériau est vieilli, n'est pas suivi d'une saturation. Park et al. [1985] puis Anglada et al. [1989] se sont intéressés à cet adoucissement cyclique sur des aciers purement ferritiques. Ceci va être développé dans le paragraphe suivant.

Résumé :

Selon la déformation plastique appliquée à l'acier duplex, sa réponse cyclique peut se décomposer en trois stades :

- ***Stade I (faibles amplitudes de déformation plastique) : Que le matériau soit vieilli ou non, son comportement est « austénitique », c'est-à-dire que seule l'austénite se déforme. Les niveaux de contraintes des matériaux vieillis et non vieillis sont identiques.***
- ***Stade II (amplitudes de déformation plastique intermédiaires) : Le comportement cyclique dépend du vieillissement du matériau. Pour les matériaux non vieillis, les deux phases se déforment. On parle de comportement « mixte ». Pour les matériaux vieillis, la ferrite, trop dure, n'accommode pas la déformation. Le comportement reste « austénitique ». L'accroissement de la limite d'élasticité de la ferrite avec le vieillissement provoque une augmentation du niveau de contrainte dans le matériau.***

- ***Stade III (fortes amplitudes de déformation plastique) : La ferrite se déforme plastiquement dans le matériau vieilli ou non vieilli donnant au comportement un caractère «ferritique ». Les niveaux de contrainte dans le matériau vieilli sont supérieurs à ceux du matériau non vieilli.***

Les niveaux de déformation pour lesquels le comportement passe de « austénitique » ou « mixte » à « ferritique » dépend du matériau étudié, donc de sa teneur en ferrite et de son niveau de vieillissement.

2.3. EVOLUTION DE LA PHASE α' SOUS SOLLICITATIONS CYCLIQUES

Franson [1974] a réalisé des essais de fatigue à grand nombre de cycles sur des aciers ferritiques vieillis 120 h à 482°C. Il s'est aperçu que leur coefficient de résistance à la fatigue (rapport limite d'endurance / résistance à la traction) après 10^7 cycles était équivalent à celui du même matériau non vieilli. Ce résultat laisse supposer **un adoucissement cyclique et une diminution de la résistance à la fatigue des matériaux qui ont été vieillis par décomposition spinodale**. En revanche, **le même résultat ne peut être reproduit sur des aciers ferritiques durcis par germination et croissance de précipités**.

Ce phénomène, mal compris à l'époque, a alors été étudié plus en détail par Park et al. [1985] sur des aciers Fe-26Cr-1Mo vieillis par décomposition spinodale à 500°C. Les éprouvettes ont été testées à amplitude de déformation plastique constante égale à 10^{-3}. Leurs courbes contrainte en fonction du nombre de cycles sont présentées pour les différents vieillissements à la Figure 2 - 8.

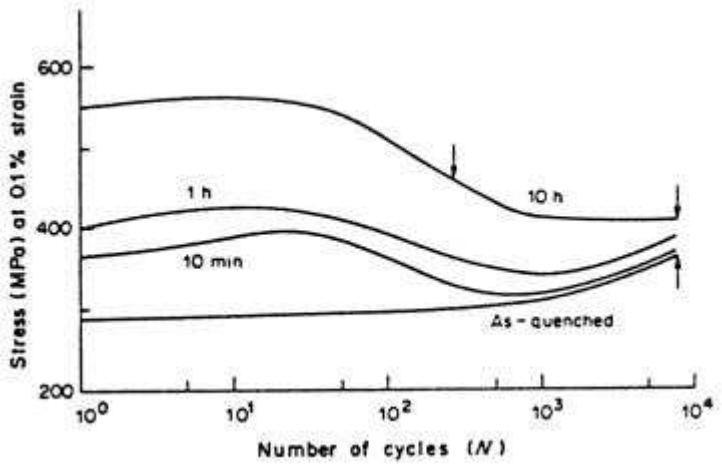


Figure 2 - 8 : Courbes de contraintes en fonction du nombre de cycles pour le matériau non vieilli (as quenched) et vieilli à 500°C pendant 10 minutes, 1 et 10 heures. Essais sous amplitude de déformation constante de 10^{-3} [Park et al., 1985].

Pour les matériaux non vieillis, le durcissement cyclique est continu jusqu'à 500 cycles. Il est dû à la formation de lignes de glissement fines et régulièrement espacées qui, au bout d'un grand nombre de cycles, conduisent à la formation de veines puis de cellules de dislocations.
Pour les matériaux vieillis, la phase de durcissement cyclique est suivie par une phase d'adoucissement continue qui finit par saturer pour le matériau le plus vieilli, mais par une phase d'adoucissement et de durcissement pour les plus faibles vieillissements. Le durcissement est lié à l'apparition de bandes de glissement larges. Celles-ci deviennent localisées et intenses, ce qui provoque l'adoucissement du matériau. Puis des veines et cellules de dislocations se forment. Le matériau se durcit alors à nouveau. Pour les matériaux les plus vieillis, le maclage et l'empilement de dislocations apparaissent au bout de cinq cycles.

Certains essais ont été interrompus aux différents stades de durcissement et d'adoucissement afin d'extraire des éprouvettes analysées par Diffusion des Neutrons aux Petits Angles (DNPA). La DNPA est une technique expérimentale décrite au Chapitre 1 qui permet de quantifier le vieillissement suite à la décomposition spinodale. En effet, le pic d'interférence augmente en intensité et se déplace vers les plus faibles amplitudes du vecteur de dispersion (Q) lorsque le vieillissement augmente (Figure 2 - 9. A). **Après sollicitation cyclique, le pic de DNPA du matériau non vieilli est inchangé**. **En revanche, celui du matériau vieilli 10 h à 500°C diminue en intensité lorsque le nombre de cycles augmente** (Figure 2 - 9. B). Ceci indique une distribution plus homogène du chrome, donc une **disparition des zones α' que l'on attribue à leur cisaillement**. Ce cisaillement entraînerait une redissolution du chrome.

Anglada et al. [1989], qui ont réalisé des essais de fatigue à amplitude de déformation plastique constante sur un acier ferritique vieilli jusqu'à 22 h à 475°C, ont constaté que **la diminution en intensité du pic de DNPA était davantage liée à l'amplitude de déformation plastique qu'à la déformation plastique cumulée**. En effet, après 450 cycles à $\varepsilon_p = 5.10^{-3}$, le pic de DNPA est inférieur à celui mesuré après 5 000 cycles à $\varepsilon_p = 10^{-3}$ même si, dans le dernier cas, la déformation plastique cumulée est supérieure.

Ces auteurs mentionnent de plus que la dissymétrie en traction / compression des métaux cubiques centrés joue un rôle important dans le cisaillement des précipités. Au cours de la compression, les dislocations ne se déplaçant pas sur les mêmes plans qu'en traction, le nombre de dislocations susceptibles de cisailler les zones α' est multiplié. De plus, cette dissymétrie est augmentée par la déformation plastique. C'est pourquoi la **démodulation** (démodulation = disparition des zones α' dans la ferrite) **est amplifiée aux grandes amplitudes de déformations plastiques**.

Le Roux [2000] a réalisé une étude similaire **sur un matériau identique à celui de notre étude (28% de ferrite)**. Il a sollicité deux éprouvettes de fatigue oligocyclique préalablement vieillies 3 500 h à 400°C aux amplitudes de déformation totale de ±0.15% pendant 120 025 cycles et de ±0.5% pendant 829 cycles. Ensuite, des échantillons de DNPA ont été prélevés et comparés à un échantillon non vieilli ainsi qu'à un échantillon vieilli, tous deux non sollicités cycliquement.
Le Roux a mis en évidence une dissolution partielle de la phase α' par sollicitation cyclique . Ce résultat reste cependant qualitatif car il n'est pas possible de chiffrer de manière précise la proportion de phase α' présente dans les échantillons. En effet, ces derniers ne contiennent pas exactement la même teneur en ferrite (26.5% et 30%) et selon les hypothèses prises sur la composition chimique de

la ferrite, le résultat du calcul de la proportion de phase α' diffère. La taille des échantillons de DNPA est peut-être responsable de ces dispersions de mesures.

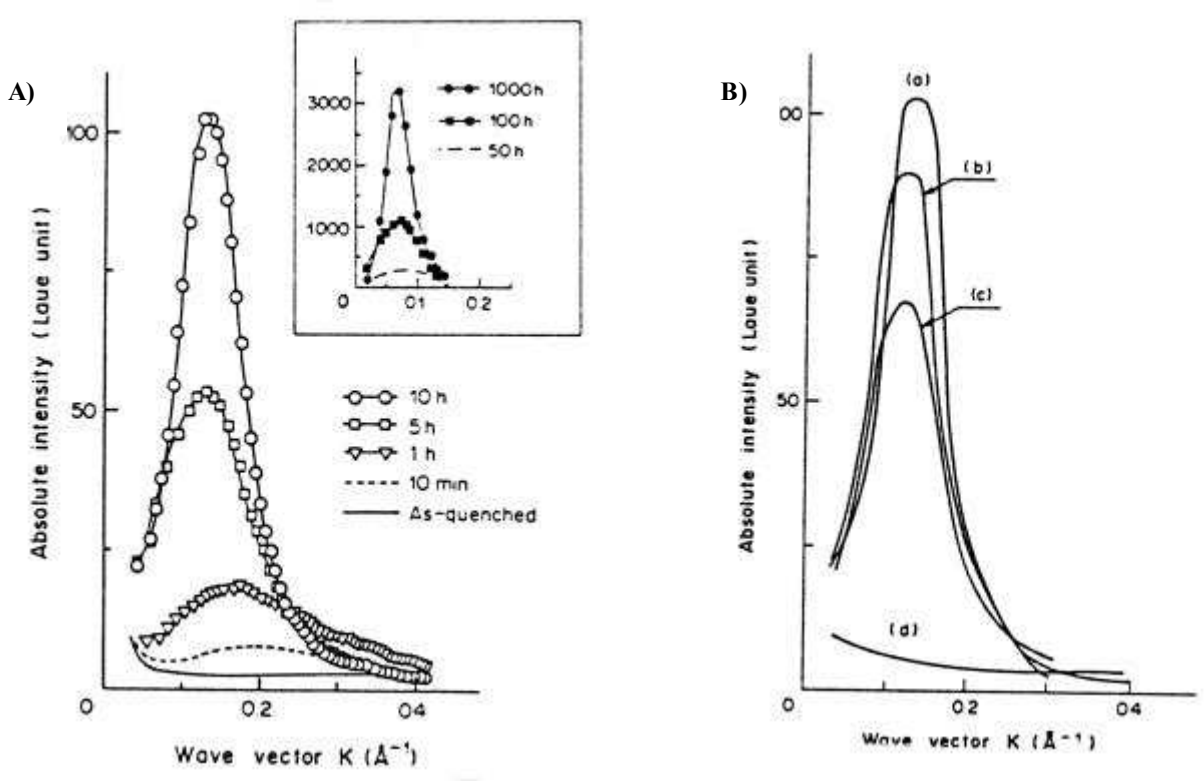


Figure 2 - 9 : A : Diffusion des Neutrons aux Petits Angles pour des matériaux vieillis à 500°C. B : Pic pour le matériau vieilli 10 h à 500°C (a), après 300 cycles (b) et après 8 000 cycles (c) pour le matériau vieilli ; après 8 000 cycles pour le matériau non vieilli (d) [Park et al., 1985].

Résumé :

Les courbes contrainte en fonction du nombre de cycles des matériaux vieillis montrent une phase de durcissement suivie d'un adoucissement. Cet adoucissement est lié au cisaillement de la phase α' suite au mouvement alterné des dislocations dans la ferrite. Ce cisaillement, mis en évidence par une diminution de l'intensité du pic de Diffraction des Neutrons aux Petits Angles, dépend plus de la déformation plastique que de la déformation plastique cumulée.

Le cisaillement de la phase α' ou «démodulation » de la phase α n'est possible que sur matériaux vieillis par décomposition spinodale et non sur matériaux vieillis par germination et croissance.

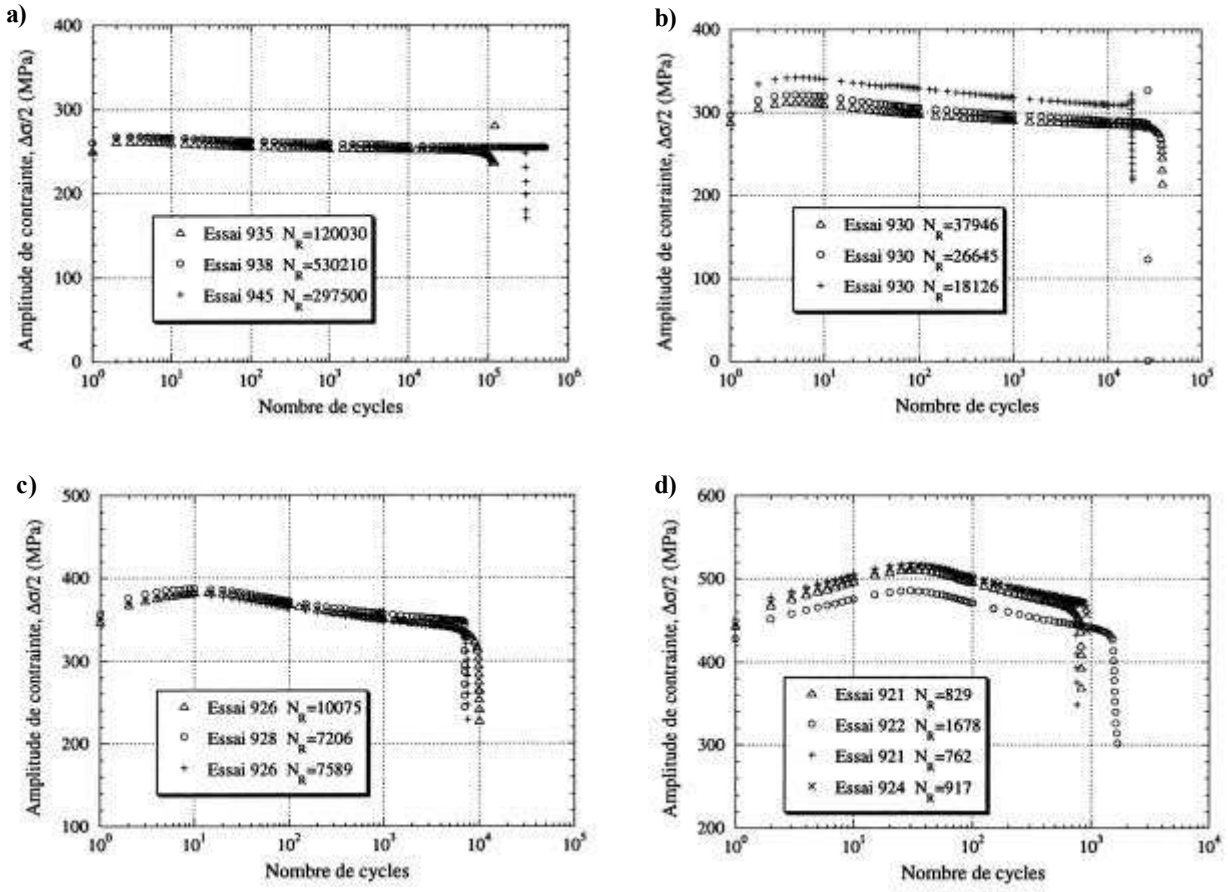


Figure 2 - 10 : Evolution des amplitudes de contrainte en fonction du nombre de cycles par niveau de déformation : ±0.15% (a), ±0.2% (b), ±0.3% (c), ±0.5% (d) [Le Roux, 2000].

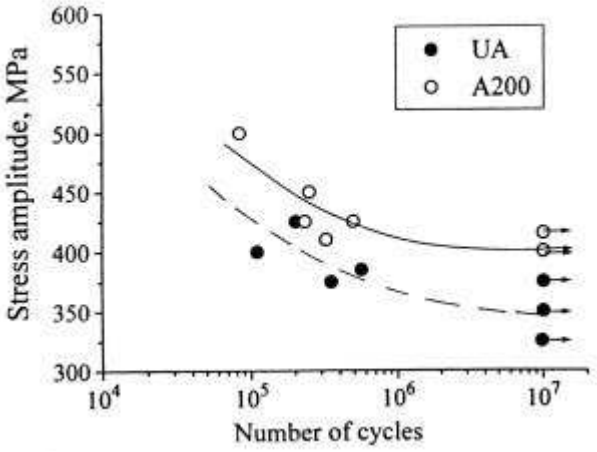


Figure 2 - 11 : Courbes de Wöhler des matériaux austéno-ferritiques non vieilli (UA) et vieilli 200 h à 475°C (A200) [Llanes et al., 1997].

2.4. ENDURANCE

On s'intéresse également à l'endurance du matériau, car pour une amplitude de facteur d'intensité de contraintes de 20 MPa.√m, la zone plastique cyclique en pointe de fissure vaut environ 40 à 60 µm (chapitre 9) alors que la vitesse de propagation est de 10^{-8} m/cycle. La zone plastique cyclique formée au cycle N est par conséquent traversée en un multiple de 10^{14} cycles, nombre de cycles supérieur à ceux habituellement appliqués au cours d'un essai de fatigue oligocyclique ou d'endurance.

L'endurance du matériau peut être modifiée par l'amplitude de déformation appliquée ainsi que par le niveau de vieillissement.

2.4.1. Influence de l'amplitude de déformation sur l'évolution des amplitudes de contrainte en fonction du nombre de cycles

Le Roux [2000] a réalisé des essais de fatigue continue sur un matériau vieilli 3 500 h à 400°C. Les amplitudes de déformation totale étaient de ±0.15%, ±0.2%, ±0.3% et ±0.5%. Comme mentionné précédemment, une phase de consolidation apparaît durant les premiers cycles, suivie par un adoucissement continu jusqu'à rupture. La rupture se fait d'ailleurs rapidement une fois que la contrainte maximale a diminué de 25%. Il a remarqué **que plus l'amplitude de déformation est élevée, moins la consolidation est rapide et plus elle est marquée** (Figure 2 - 10). Ceci est lié aux mécanismes de déformation cyclique mis en jeu.

2.4.2. Influence du vieillissement et de la température d'essai sur la résistance à la fatigue

- Mateo et al. [1996] et Llanes et al. [1997] ont étudié, à l'ambiante et sous sollicitations cycliques, **un acier duplex contenant 55% de ferrite** à l'état non vieilli et vieilli 200 h à 475°C.

Mateo et al. ont réalisé des essais de fatigue sous une amplitude de déformation plastique constante de 6.10^{-4} afin de se situer dans le stade II des mécanismes de déformation, stade dans lequel la différence entre matériaux vieillis et non vieillis est grande. D'une part, l'écrouissage augmente fortement avec le vieillissement du matériau. D'autre part, pour le matériau non vieilli, les deux phases se déforment plastiquement alors que pour le matériau vieilli, seule l'austénite accommode la déformation plastique.
Les niveaux de contrainte atteints dans le matériau vieilli sont supérieurs de 100 MPa aux niveaux de contrainte atteints dans le matériau non vieilli. En revanche, **la durée de vie du matériau vieilli (N_R = 32 000) est deux fois supérieure à celle du matériau non vieilli** (N_R = 18 000).

Llanes et al. ont de même constaté une durée de vie en fatigue et une limite d'endurance supérieures pour le matériau vieilli (Figure 2 - 11).

Ces auteurs expliquent la meilleure résistance du matériau vieilli à la fatigue par le fait que, **sous ces amplitudes de déformation, la déformation plastique se localise dans l'austénite provoquant l'apparition de fissures dans les bandes de glissement intense de cette phase**. Les fissures ont cependant du mal à se propager dans la ferrite en raison de branchements et d'arrêt aux interfaces α / γ. L'augmentation de durée de vie est donc liée à la résistance de la ferrite vieillie à l'amorçage et à la propagation de fissures.

L'augmentation de résistance à la fatigue avec le vieillissement du matériau est cependant inférieure à l'augmentation de résistance observée en traction. Les auteurs expliquent cette différence par le fait que la résistance à la fatigue dépend principalement de la phase d'amorçage dans l'austénite du matériau vieilli, alors que la résistance à la traction est liée à la déformation de l'ensemble de l'acier duplex.

- Slama et al. [1984] ont réalisé des essais de fatigue à amplitude de déformation totale constante sur des matériaux à **teneur en ferrite plus faible (17.5%)**. Ils ont constaté que **quels que soient le vieillissement du matériau ou la température d'essai (20°C ou 320°C), la durée de vie du matériau en fatigue est quasiment équivalente** (Figure 2 - 12).

Ces résultats contradictoires laissent supposer que la réponse du matériau à la sollicitation cyclique dépend de sa teneur en ferrite. En effet, si la ferrite vieillie constitue une barrière à l'amorçage et à la propagation de fissure, 55% de ferrite provoqueront une augmentation de durée de vie du matériau supérieure à l'augmentation liée à 17.5% de ferrite.

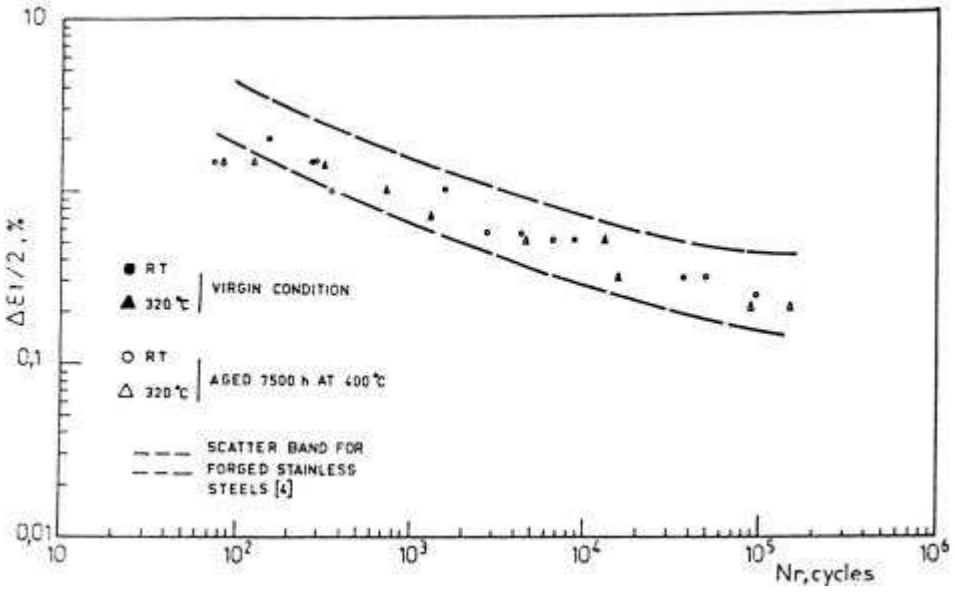


Figure 2 - 12 : Courbe déformation totale en fonction du nombre de cycles à rupture pour un matériau non vieilli et vieilli 7 500 h à 400°C, testé à l'ambiante et à 320°C [Slama et al., 1984].

Résumé :

L'amplitude de déformation et le vieillissement du matériau peuvent modifier les courbes d'endurance.

- ***Une augmentation de l'amplitude de déformation totale ralentit le durcissement du matériau mais accentue celui-ci.***
- ***Pour une teneur en ferrite élevée, la résistance à la fatigue et la limite d'endurance sont supérieures dans le matériau vieilli. En effet, lorsque le matériau est vieilli, la déformation et l'endommagement se localisent dans la phase austénitique, les fissures ayant beaucoup de difficultés à se transmettre à la ferrite qui reste élastique pour les amplitudes de déformation plastique comprises entre 10^{-4} et 10^{-3}.***

2.5. MECANISMES D'AMORCAGE ET DE PROPAGATION DE FISSURE

➢ Cette étude a principalement été réalisée par Le Roux [2000] sur un acier duplex contenant 28% de ferrite, vieilli 3 500 h à 400°C et pour des amplitudes de déformation totale situées entre ±0.15% et ±0.5%. Les mécanismes ont été observés en microscopie optique et en microscopie électronique à balayage.

La déformation se situe d'abord dans l'austénite où un ou plusieurs systèmes de glissement plan sont activés. Puis, la déformation plastique cumulée augmentant, **la déformation va se localiser dans la ferrite qui finit par rompre par clivage**. Plus le niveau de chargement est élevé, plus l'endommagement en surface, qui est plus important qu'à cœur, sera grand. L'état de surface de l'éprouvette est d'ailleurs très important. En effet, les rayures d'usinage sont des sites d'amorçage préférentiels. D'autre part, l'endommagement apparaît fréquemment aux interfaces α / γ en raison des concentrations de contraintes liées à l'incompatibilité de déformation entre les deux phases.

Le Roux constate l'apparition de plusieurs fissures de clivage sur le fût de l'éprouvette**. Par rapport à la traction, ces fissures sont cependant peu nombreuses en dehors de la fissure principale. Une des fissures de clivage va entraîner la rupture ductile de la latte d'austénite voisine**, qui elle-même provoque la rupture d'une latte de ferrite, et ainsi de suite jusqu'à la formation d'une fissure macroscopique. Cependant, la propagation dans l'austénite étant plus lente que dans la ferrite, il arrive que **des lattes de ferrite rompent à l'avant du front de fissure**. La phase austénitique retient donc la fissure. On dit que c'est elle qui pilote la propagation de fissure.

➢ Baffie et al. [1999] se sont interrogés sur le rôle des interfaces α / γ au cours de la propagation de fissures courtes dans des éprouvettes de fatigue oligocyclique. Dans les aciers duplex

de type UNS S31 803 contenant 55% de ferrite**, les interfaces jouent le double rôle de sites d'amorçage et de barrières à la propagation**. Il faut noter que d'une part ce matériau contient 0.13% d'azote, ce qui rend l'austénite plus dure que la ferrite et peut donc modifier les mécanismes. D'autre part, le matériau est laminé et ne présente donc pas forcément de relation d'orientation cristallographique particulière entre les deux phases. L'étude reste néanmoins intéressante car originale. Le matériau a été étudié à l'état non vieilli et vieilli 200 h à 475°C.

L'endommagement est localisé dans l'austénite où un glissement prononcé est observé. Les lattes de ferrite contiennent également de petites fissures qui s'amorcent aux interfaces α / γ. Les interfaces servent donc d'amorces de fissures. Ce sont cependant en même temps des barrières micro-structurales car un supplément d'énergie est nécessaire pour les traverser. En revanche, leur résistance diminue avec la longueur de la fissure car, en fait, une fois que la fissure traverse la première interface, elle se propage rapidement au travers des autres lattes.

- Le Roux a également étudié le rôle des retassures (défauts de fonderie) sur l'endommagement en fatigue. **Les retassures provoquent une rupture prématurée des éprouvettes** car les défauts de fonderie entraînent une concentration de contraintes autour d'eux. Leur rôle est plus important lors de la phase d'amorçage que lors de la phase de propagation.

Résumé :

La déformation du matériau apparaît tout d'abord dans l'austénite. La concentration de contraintes due à la compatibilité de déformation entre ferrite et austénite provoque ensuite l'apparition de fissures de clivage dans la ferrite vieillie au niveau des interfaces α/γ. Une fois la latte de ferrite rompue, la latte d'austénite voisine rompt et ainsi de suite jusqu'à formation d'une fissure macroscopique. Les interfaces servent à la fois d'amorces de fissure et de barrières à la propagation car un supplément d'énergie est nécessaire pour les traverser. La durée de vie va donc fortement dépendre de la taille des lattes.

Cette durée de vie peut cependant être abrégée par la présence d'un défaut de fonderie qui entraîne une concentration de contraintes et donc une réduction de la phase d'amorçage.

2.6. EFFET D'ANISOTROPIE LIE A LA TEXTURE DU MATERIAU

L'effet d'anisotropie lié à la texture du matériau sur son comportement cyclique a très peu été étudié. Or sachant que les caractéristiques mécaniques en traction du matériau dépendent fortement de sa texture cristallographique et de sa microstructure, il est possible de s'interroger sur l'influence de ces paramètres sur les propriétés en fatigue.

➢ Llanes et al. [1999] ont étudié deux **matériaux laminés** de type UNS S31 803. Ces matériaux se présentent sous forme de plaque d'épaisseur 5 mm et contenant 50% de ferrite ou sous forme de barre de diamètre 20 mm contenant 45% de ferrite. Les lattes de ferrite et d'austénite sont alignées dans la direction de laminage. Trois types d'éprouvettes de traction et de fatigue oligocyclique ont été prélevées dans la plaque : telles que la direction de sollicitation corresponde à la direction de laminage (L), perpendiculairement à celle-ci (T) et à 45° de L et T (D). Dans la barre, toutes les éprouvettes ont été prélevées dans la direction L.

Les essais de traction mettent en évidence une anisotropie marquée du comportement mécanique (Tableau 2 - 2). La résistance mécanique est maximale dans la direction T, les directions L et D étant quasiment équivalentes. Les propriétés mécaniques dans la barre sont en revanche inférieures.

		σ_y (MPa)	σ_{max} (MPa)	A (%)
Plaque	**T**	651	840	32
	L	598	773	40
	D	580	768	46
Barre		468	686	46

Tableau 2 - 2 : Propriétés de traction d'un acier duplex laminé tel que les éprouvettes sont prélevées dans la direction de laminage (L), perpendiculairement à la direction de laminage (T) et à 45° de cette direction (D) dans une plaque ainsi que dans la direction de laminage d'une barre [Llanes et al., 1999].

Les courbes d'écrouissage cyclique mettent en évidence la même tendance (Figure 2 - 13). On notera également un changement de pente pour $\Delta\varepsilon_p / 2 = 10^{-3}$, changement de pente qui est attribué à une modification des mécanismes de déformation.

Les différences de propriétés mécaniques ne peuvent être liées à un effet de fibrage car si tel était le cas, ce serait le sens L qui posséderait la plus grande résistance mécanique.
Le facteur de Taylor, qui est l'inverse du facteur de Schmid, a été calculé pour chaque phase et chaque orientation (Tableau 2 - 3). Celui-ci est constant dans l'austénite mais varie beaucoup dans la ferrite en fonction de la direction L, T ou D choisie. Il est de plus inférieur dans la barre. On constate que l'écrouissage cyclique du matériau augmente avec le facteur de Taylor de la ferrite. **Les différences de comportement mécanique sont donc attribuées à un effet de texture du matériau.**

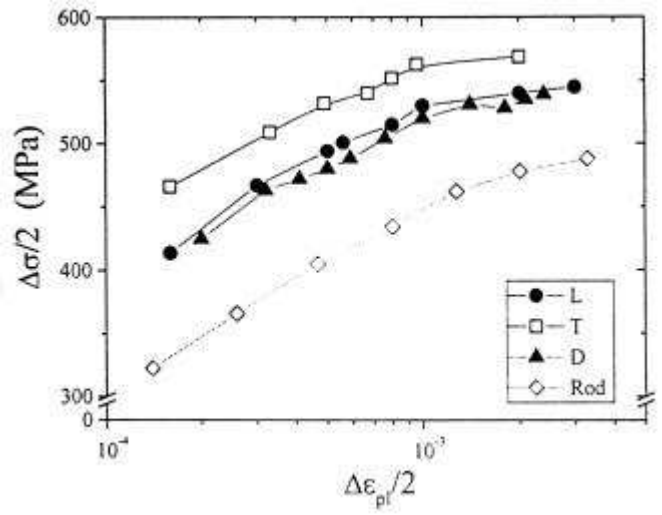


Figure 2 - 13 : Courbes d'écrouissage cyclique d'un acier duplex laminé tel que les éprouvettes sont prélevées dans la direction de laminage (L), perpendiculairement à la direction de laminage (T) et à 45° de cette direction (D) dans une plaque ainsi que dans la direction de laminage d'une barre (Rod) [Llanes et al., 1999].

		ferrite	austénite
Plaque	T	2.90	3.13
	L	2.72	3.01
	D	2.66	3.06
Barre		2.63	2.82

Tableau 2 - 3 : Facteur de Taylor de la ferrite et de l'austénite d'un acier duplex laminé tel que les éprouvettes sont prélevées dans la direction de laminage (L), perpendiculairement à la direction de laminage (T) et à 45° de cette direction (D) dans une plaque ainsi que dans la direction de laminage d'une barre [Llanes et al., 1999].

➢ Le Roux [2000] a sollicité des éprouvettes dites « monograin », c'est-à-dire ne contenant qu'un seul grain de ferrite dans leur section utile, afin de déterminer l'influence de l'orientation de la phase ferritique sur le comportement et l'endommagement en fatigue des aciers austéno-ferritiques.

En fatigue continue, les courbes d'endurance des éprouvettes monograin ont la même allure que celles des éprouvettes classiques : il y a durcissement puis adoucissement jusqu'à rupture. Cependant, les niveaux de contraintes atteints et les durées de vie peuvent varier du simple au double. Ceci indique bien une influence de l'orientation de la phase ferritique sur le comportement du matériau.

Grâce à la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD), Le Roux a mesuré deux paramètres :

- L'angle α que fait la normale au plan de clivage le mieux orienté avec l'axe de traction / compression de l'éprouvette.
- Le facteur de Schmid S correspondant au système de glissement {110}<111> le plus activé dans la ferrite.

Cet auteur a ensuite tenté de corréler les durées de vies à α et S. Aucune corrélation n'a pu être mise en évidence. En revanche, **les niveaux de contraintes semblent responsables des différences de durées de vie** : la contrainte macroscopique (σ_a), la cission résolue sur le plan de glissement ($\tau = \sigma_a \times S$) et la contrainte normale au plan de clivage ($\sigma_n = \sigma_a \times \cos^2(\alpha)$) (Figure 2 - 14). La meilleure corrélation avec le nombre de cycles à rupture est obtenue avec la cission résolue.

Les niveaux de contraintes dépendent de l'écrouissage du grain ferritique et donc indirectement de α et de S. En effet, plus α est élevé et plus S est petit, plus la déformation du grain ferritique sera difficile ce qui engendrera un écrouissage important et une faible durée de vie.

Le rôle de l'orientation du grain ferritique sur la durée de vie en fatigue est cependant moins important qu'en traction. En effet, en traction, l'endommagement de la ferrite est regroupé en amas de fissures de clivage dans les grains les mieux orientés pour cliver. Il faut cependant noter qu'en fatigue, étant donné que la déformation de l'austénite joue un grand rôle dans la déformation globale du matériau, il aurait été intéressant d'étudier également l'influence de l'orientation de l'austénite sur l'endommagement en fatigue.

Résumé :

Deux études, l'une sur un matériau laminé présentant une forte texture et l'autre sur un matériau moulé pour lequel l'orientation des grains de ferrite a été choisie, montrent que la texture cristallographique de la phase ferritique joue un rôle important sur l'écrouissage cyclique du matériau. En effet, plus la ferrite est mal orientée pour se déformer, plus l'écrouissage du matériau est important et plus la durée de vie en fatigue est faible. Il est à noter cependant que l'orientation cristallographique de la phase austénitique, même si elle n'est pas primordiale, doit également être importante pour l'écrouissage du matériau étant donné que celle-ci participe fortement à la déformation globale du matériau.

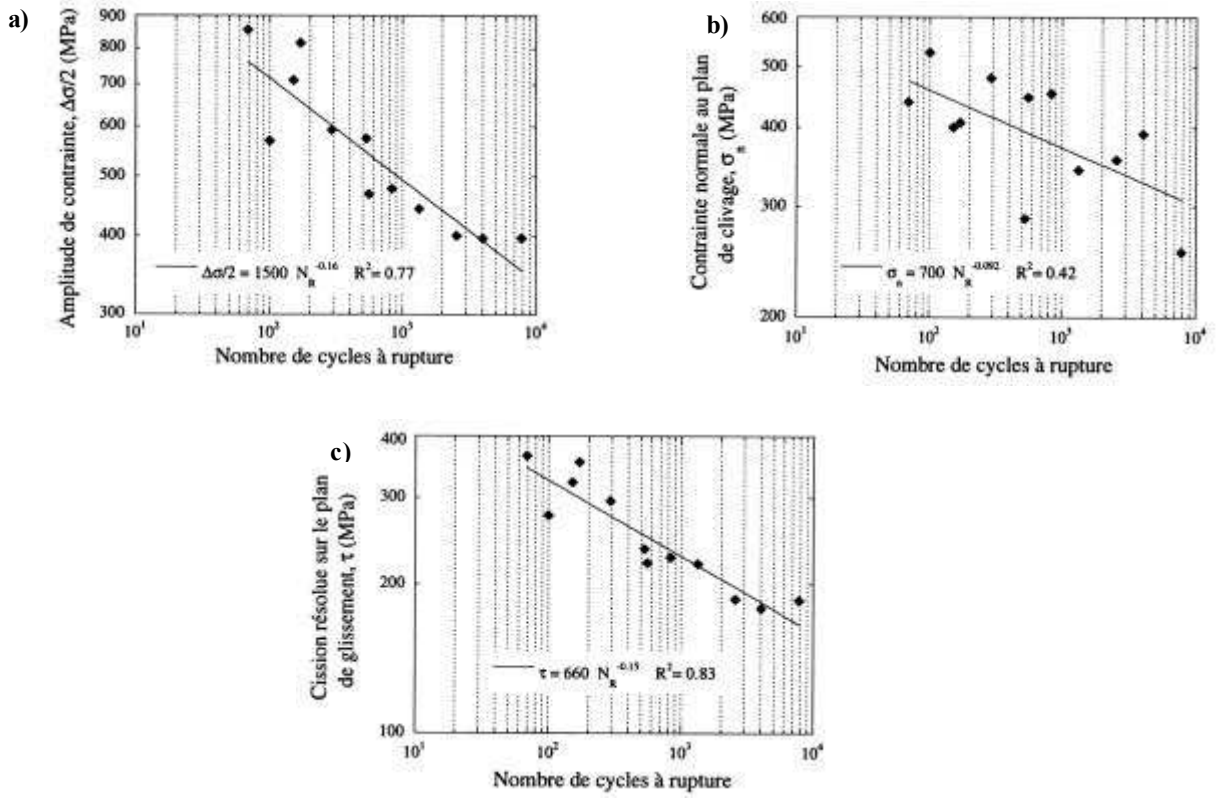


Figure 2 - 14 : Courbes de Wöhler reliant la contrainte macroscopique (a), la contrainte normale au plan de clivage (b) et la contrainte résolue sur le plan de glissement (c) au nombre de cycles à rupture [Le Roux, 2000].

2.7. CONCLUSIONS

➢ L'étude du comportement cyclique est primordiale afin de comprendre comment se comporte le matériau en pointe de fissure. Or ce qui nous intéresse particulièrement, c'est l'écrouissage du matériau et en particulier les parts d'écrouissages cinématique et isotrope. En effet, comme nous le verrons dans la Partie E, le niveau de fermeture de fissure dépend de ces deux types d'écrouissage. Cependant, les études traitant de l'écrouissage cyclique du matériau sont assez pauvres. Généralement, seul l'écrouissage « global » est pris en compte sous forme de loi $\sigma = \sigma_0 + k\,\varepsilon_p^{\,n}$. Le Roux a quantifié, sur un matériau vieilli, les écrouissages cinématique et isotrope en fonction du nombre de cycles et de l'amplitude de déformation. Il n'a en revanche pas étudié l'influence du vieillissement et de la température d'essai.

Nous aurons donc à mettre l'accent sur l'étude des écrouissages cinématique et isotrope ainsi que sur l'influence du vieillissement et de la température d'essai sur ceux-ci.

➢ L'observation des mécanismes de déformation en fonction de l'amplitude de déformation plastique et du vieillissement du matériau permet de mieux comprendre comment se répartit l'activité plastique entre les deux phases en pointe de fissure. De plus**, la description des structures de dislocations indique comment et dans quelle gamme de déformation plastique peut se faire la démodulation de la phase ferritique**. Nous avons également appris que **la démodulation dépendait plus de l'amplitude de déformation plastique appliquée que de la déformation plastique cumulée**.

➢ Dans une éprouvette élément de volume, **la fissure s'amorce dans la ferrite et se propage ensuite dans l'austénite**. De plus, les interfaces entre les lattes peuvent servir à la fois d'amorce et de barrière à la propagation. **Les retassures, quant à elles, sont des amorces privilégiées qui réduisent la durée de vie de l'éprouvette. Qu'en est-il en pointe de fissure ?** L'endommagement apparaît-il en premier dans la ferrite ? Quel est le rôle des interfaces ? Les retassures dévient-elles la fissure ? Il est en effet possible de **s'interroger sur la transposition des mécanismes observés sur l'éprouvette élément de volume à la zone située en pointe de fissure** dans la mesure où le volume sollicité dans ce dernier cas est bien plus faible.

➢ Etant donné que nous allons essayer de déterminer le chemin cristallographique d'une fissure se propageant dans une éprouvette CT, l'étude de l'effet d'anisotropie sur le comportement cyclique du matériau est très intéressante. En effet, cette étude met en évidence **que l'orientation de la ferrite est primordiale dans le comportement cyclique**. **Nous verrons s'il en est de même au cours de la propagation par fatigue d'une fissure longue.**

➢ **La durée de vie et la résistance à la fatigue du matériau augmentent avec son vieillissement** lorsque la proportion de ferrite est suffisamment grande et pour des amplitudes de déformation plastique intermédiaires ($10^{-4} < \varepsilon_p < 10^{-3}$). En effet, la ferrite vieillie ne se déforme pas et constitue un obstacle à la propagation de fissure. **En sera-t-il de même en propagation de fissure par fatigue ? Et si oui, dans quelle gamme de ΔK ?**

3. PROPAGATION DE FISSURE PAR FATIGUE

3.1. INTRODUCTION……...…..71

3.2. INFLUENCE DU VIEILLISSEMENT……...…....75

3.3. INFLUENCE DU PLAN DE PROPAGATION DE FISSURE……..…81

3.4. INFLUENCE DU RAPPORT DE CHARGE……..85

3.5. INFLUENCE DE LA TEMPERATURE D'ESSAI……..……..88

3.6. INFLUENCE DU MILIEU……...89

3.7. MECANISMES DE PROPAGATION DE FISSURE……90

3.7.1. Mécanismes de rupture

3.7.2. Chemin de fissuration

3.8. MECANISMES DE FERMETURE DE FISSURE……97

3.9. CONCLUSIONS……...…101

référence	matériau	traitement après laminage	% α	direction de sollicitation
[Nyström et Karlsson, 1996]	UNS S31803 (SAF 2205)	TT 1050°C 24h + TA	23 - 26	L-T
[Iacoviello at al., 1999]	22 Cr 5 Ni	TT 1050°C 1h	45	L-T et S-L
[Marrow et King, 1991]	Zéron 100	nc	45	L-T et S-L
[Marrow et King, 1994a]	Zéron 100	nc	45	L-T
[Marrow et King, 1994b]	Zéron 100	nc	45	T-S, L-T et S-L
[Mateo et al., 1998]	UNS S31803 (SAF 2205)	nc	50	L-T et S-L
[Rajanna et al., 1997]	A 790	TT 1050-1100°C + TE	50	S-L
[Kang et al., 1998]	25.5 Cr - 6 Ni - 3.5 Mo	TT 1100°C 10 min + TE	50	L-T
[Wasén et al., 1990]	SAF 2205	TE laminé à froid (50%)	60	L-T
[Iturgoyen et Anglada, 1997]	AISI 329	TT 1100°C 2h + TE	62	nc

TT = Traitement Thermique ; TA = Trempe à l'Air ; TE = Trempe à l'Eau ; nc = non connu .
T-S, L-T, S-L : voir Figure 3 - 2.

*Tableau 3 - 1 : Récapitulatif des caractéristiques des **matériaux laminés à chaud** étudiés dans la littérature : dénomination du matériau, traitement subi après élaboration, teneur en ferrite et direction de sollicitation au cours des essais.*

référence	matériau	type de moulage	traitement après moulage	% α	direction de sollicitation
[Landerman et Bamford, 1978]	CF8M	centrifugé	TT 1121°C 4h + TE	21 - 14	T-S
[Slama et al., 1984]	SA 351 (CF8M)	statique	nc	17.5	nc
[Le Roux, 1999]	CF8M	statique	TT 1100°C 5h + TE	24 - 28	équiaxe
[Kwon et al., 1999]	A 351 (CF8M)	statique	nc	5 ?	nc
[Murakami et al., 1991]	nc	statique	TT 1100°C 4h + TE	59	nc
[Calonne, 2001] – n°1	CF8M	statique	TT 1100°C 5h + TE	32	équiaxe, L-T, S-L
[Calonne, 2001] - EK	CF8M	statique	TT 1100°C 8h + TE	28	équiaxe

TT = Traitement Thermique ; TA = Trempe à l'Air ; TE = Trempe à l'Eau ; nc = non connu.
T-S, L-T, S-L : voir Figure 3 - 2.

*Tableau 3 - 2 : Récapitulatif des caractéristiques des **matériaux moulés** étudiés dans la littérature : dénomination du matériau, traitement subi après élaboration, teneur en ferrite et direction de sollicitation au cours des essais.*

3.1. INTRODUCTION

➢ L'objectif de la thèse est d'étudier l'influence du **vieillissement**, de la **température d'essai** et de la **structure de solidification** du matériau sur les **vitesses** et les **mécanismes** de propagation de fissure par fatigue. Au cours des essais, la **fermeture de fissure** a été mesurée. De plus, nous avons fait varier le **rapport de charge** R ($R = P_{min}/P_{max}$). Même si les matériaux étudiés dans la littérature ne sont pas identiques à ceux que nous avons testés, ces différents thèmes seront abordés dans la synthèse bibliographique afin de resituer notre étude par rapport aux autres.

➢ La propagation de fissure par fatigue a été étudiée, dans la littérature, sur des aciers duplex obtenus par laminage ou par moulage. Leurs caractéristiques sont regroupées dans les Tableau 3 - 1 et Tableau 3 - 2. On constatera que les teneurs en ferrite de ces matériaux sont différentes de celles des matériaux de la présente étude (≈ 30%). De plus, comme nous l'avons vu dans l'introduction, les matériaux laminés ou moulés centrifugés présentent une forte texture. On entend ici par texture, orientation morphologique et cristallographique des lattes de ferrite et d'austénite pour les matériaux laminés (Figure 3 - 1.a) ou des grains ferritiques pour les matériaux moulés (Figure 3 - 1.b et c). Trois types de plans de propagation de fissure sont donc possibles (Figure 3 - 2), ce qui peut influer sur le comportement en fissuration du matériau. De plus, on rappelle que les matériaux obtenus par moulage et par laminage à froid présentent des correspondances cristallographiques entre phases (relations proches de celles de Kurdjumov-Sachs ou de Nishiyama-Wassermann) alors que les matériaux laminés à chaud n'en présentent pas. **Il faudra donc rester prudent lors des comparaisons et tenir compte à la fois du mode d'obtention du matériau, de sa teneur en ferrite ainsi que du plan de propagation de la fissure.**

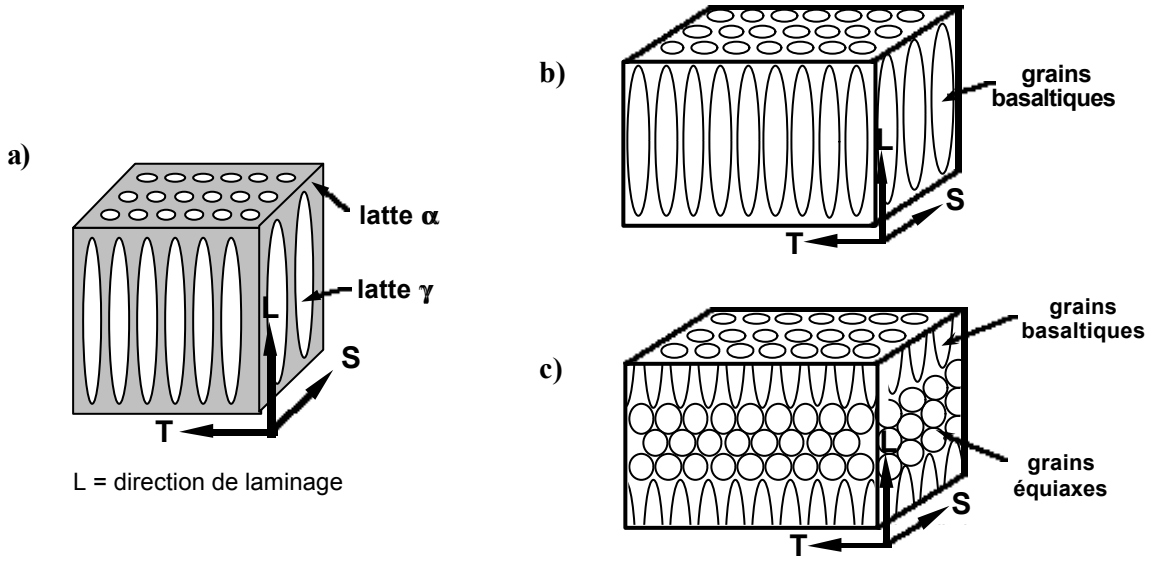


Figure 3 - 1 : Représentation schématique des matériaux laminé (a), moulé par centrifugation (b) et par moulage statique (c).

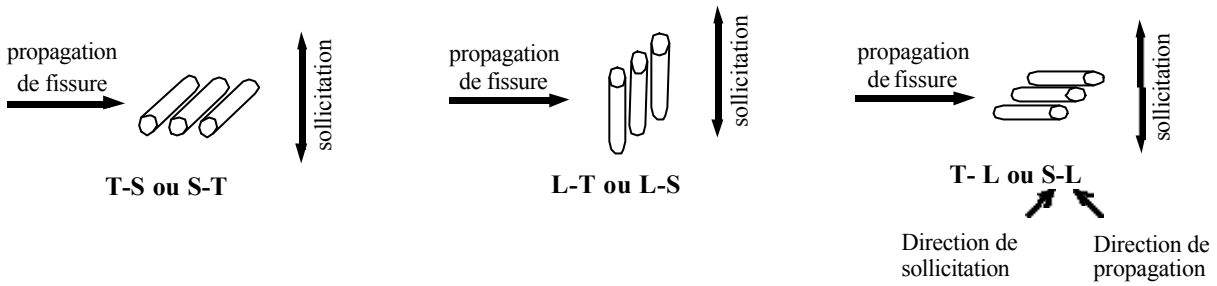


Figure 3 - 2 : Plans de propagation de fissure possibles en fonction du prélèvement des éprouvettes dans les matériaux laminé ou moulé à structure basaltique. Dans le cas des matériaux laminés, les cylindres représentent des lattes α ou γ, alors que dans le cas des matériaux moulés, ils représentent les grains ferritiques.

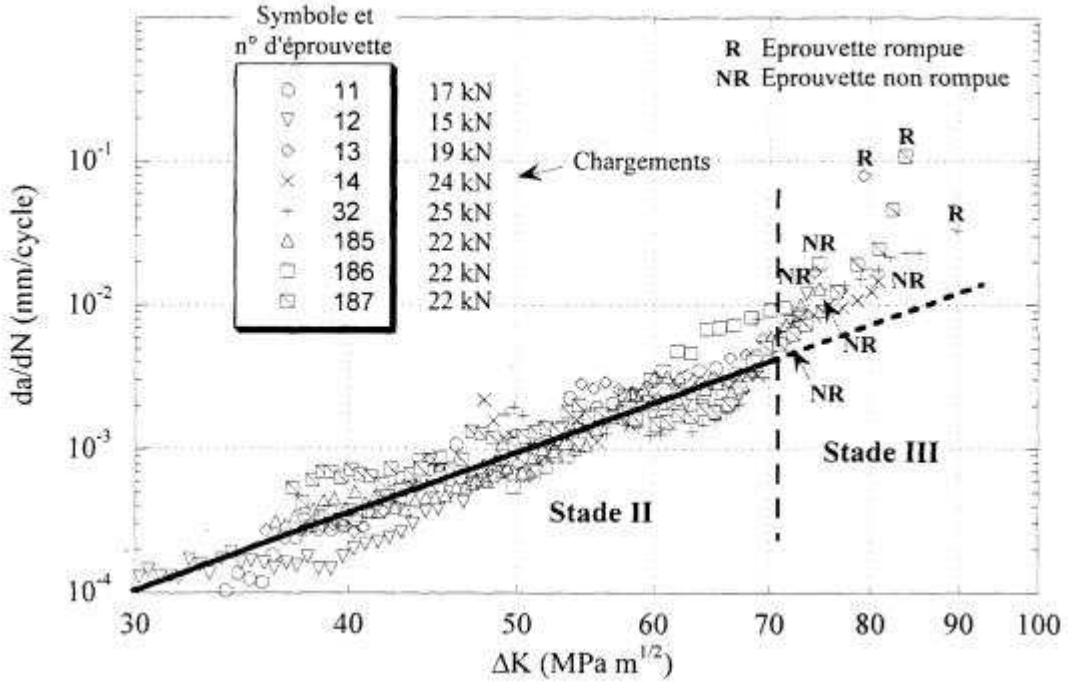


Figure 3 - 3 : Vitesses de propagation de fissure en fonction du facteur d'intensité de contraintes pour un matériau moulé vieilli 3500 h à 400°C [Le Roux, 2000].

➢ Au cours de ce chapitre, la notion de **fermeture de fissure** sera abordée. L'effet de fermeture se caractérise par la fermeture prématurée de la pointe de fissure au cours du déchargement de l'éprouvette ou par l'ouverture tardive de celle-ci au cours du chargement (Figure 3 - 4). Les charges à ouverture et fermeture sont supposées équivalentes. La fissure se propage donc effectivement pour l'amplitude de chargement ΔK_{eff} et non pas pour l'amplitude de chargement ΔK :

$\Delta K_{eff} = K_{max} - K_{ouv} = K_{max} (1 - K_{ouv}/K_{max})$

Les principaux facteurs à l'origine de cet effet sont la rugosité, la plasticité, l'oxydation et les transformations de phase.

On appellera résistance intrinsèque du matériau la résistance à la propagation de fissure après s'être affranchi de la fermeture.

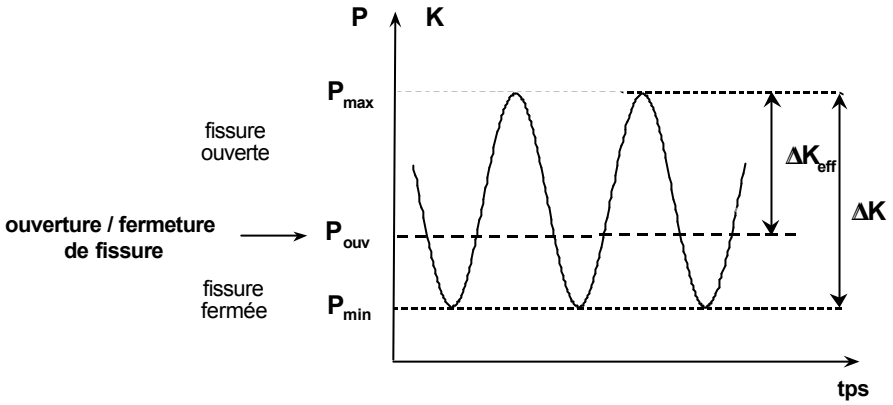


Figure 3 - 4 : Effet de fermeture de fissure sur un chargement à amplitude constante.

➢ Une attention particulière sera portée à l'étude de Le Roux [2000]. En effet, **Cet auteur a testé un matériau identique à l'un des matériaux de cette étude** (coude EK). Seuls les niveaux de vieillissement diffèrent. Le matériau étudié par Le Roux a été vieilli 3 500 h à 400°C et possède une résilience de 1.6 daJ/cm^2. Notre matériau a été vieilli 10 000 h à 400°C et possède une énergie de résistance à la propagation de fissure de 1.5 daJ/cm^2. Ces résultats expérimentaux sont donc très importants car ils pourront directement être comparés à ceux obtenus au cours de cette étude.

Le Roux [2000] a réalisé des essais de propagation de fissure à l'ambiante et avec un rapport de charge de 0.1 sur des éprouvettes de type CT 25/20 rainurées latéralement. **Les stades II et III de la propagation de fissure ont été explorés** (Figure 3 - 3). Le passage d'un stade à l'autre a lieu pour une amplitude de chargement proche de 70 MPa.√m. Une dispersion significative (facteur 3), qui est encore accentuée dans la zone de déchirure ou stade III, est observée. Elle est attribuée à la structure grossière du matériau suite au moulage.

Le Roux a mesuré par la méthode de la complaisance la fermeture de fissure. Lorsque l'effet de fermeture est pris en compte, les courbes sont décalées de 3 à 6.5 MPa.√m vers les ΔK plus faibles. L'auteur, jugeant ce décalage insignifiant vis-à-vis des fortes amplitudes de chargement explorées, **n'a pas étudié le mécanisme de fermeture** . Il faut cependant noter que le rapport K_{ouv}/K_{max} varie de 20 à 25%, ce qui n'est pas négligeable.

référence	matériau	% α	TT vieillissement		résilience ou σ_y	R	remarques
			durée (h)	température (°C)			
[Kwon et al., 1999]	A 351 (CF8M)	5	0		45 daJ	0.05	TE après TT vieillissement
			100-300-900-1 800-3 600	430	> 15 daJ		
[Landerman et Bamford, 1978]	CF8M	14	0		20 daJ	0.03	essai à 288°C
		21	3 000	427	3.5 daJ		
[Slama et al., 1984]	CF8M	17.5	0		20 daJ	nc	
			7 500	400	3 daJ		
[Nyström et Karlsson, 1996]	SAF 2205	25	0		27 daJ	< 0.05	
			100	475	12 daJ		
[Iacoviello at al., 1999]	22 Cr 5 Ni	45	0		nc	0.1	
			1 000	375 - 475			
[Marrow et King, 1994a]	Zéron 100	45	0		624 MPa	0.5	
			100-500-1 000-5 000	350 → 450	988 MPa		
[Mateo et al., 1998]	SAF 2205	50	0		650 MPa	0.1	
			200	475	900 MPa		
[Wasén et al., 1990]	SAF 2205	60	0		1 100 MPa	< 0.05	matériau laminé à froid (50%)
			120	475	1 750 MPa		
[Iturgoyen et Anglada, 1997]	AISI 329	62	0		480 MPa	0.1	
			< 2 000	275-325-375-425-475	nc		

TT = Traitement Thermique ; TA = Trempe à l'Air ; TE = Trempe à l'Eau
résilience (daJ) ; σ_y (MPa)
nc = non connu

Tableau 3 - 3 : Récapitulatif des caractéristiques, traitements thermiques de vieillissement et niveaux de fragilisation des matériaux cités dans le paragraphe 3.2. Les rapports de charge (R) des essais sont également mentionnés.

3.2. INFLUENCE DU VIEILLISSEMENT

L'influence du vieillissement sur les vitesses de propagation de fissure **varie en fonction de la teneur en ferrite du matériau, de son niveau de fragilisation et de l'amplitude du chargement appliqué**. Il n'a en revanche pas été constaté que cette influence pouvait être différente selon le mode d'élaboration du matériau.
La plupart des matériaux étudiés ont été vieillis à des températures inférieures à 500°C, donc par démixtion α/α' et par précipitation de phase G. Cependant, certains matériaux ont également été vieillis à des températures supérieures à 500°C, c'est-à-dire par précipitation d'une phase σ réputée plus fragilisante que la démixtion α/α'. Dans ce cas, la résistance à la propagation de fissure est fortement diminuée. Dans ce chapitre, **nous ne nous intéresserons qu'aux matériaux fragilisés par démixtion α/α'.**

Les traitements thermiques de vieillissement, les niveaux de fragilisation ainsi que les conditions d'essai pour chaque matériau sont regroupés dans le Tableau 3 - 3. **Les matériaux laminés ont été sollicités selon la direction L-T, donc parallèlement aux lattes de ferrite et d'austénite. Dans les matériaux moulés, la fissure se propage en zone équiaxe ou selon la direction S-T pour Landerman et Bamford** [1978].

- **Le vieillissement n'influe quasiment pas sur les vitesses de propagation (facteur < 2) dans les matériaux contenant des *teneurs en ferrite inférieures à 25%***. C'est ce qu'ont constaté Kwon et al. [1999], Slama et al. [1984] et Nyström et Karlsson [1996]. Kwon et al. et Nyström et Karlsson ont également observé une diminution non significative (facteur ≈ 0.9) du seuil de fissuration avec le vieillissement.

L'absence de différence de comportement entre le matériau vieilli et le matériau non vieilli s'explique par une **proportion de ferrite trop faible pour fragiliser le matériau**. En effet, la résilience des matériaux vieillis étudiés par Kwon et al. et Nyström et Karlsson reste élevée : environ 12 daJ après vieillissement alors qu'à l'état non vieilli, l'énergie à rupture vaut environ 30 daJ. En revanche, la résilience du matériau vieilli étudié par Slama et al. est plus faible (3 daJ contre 20 daJ à l'état non vieilli). Le rapport de charge auquel les essais de Slama et al. ont été réalisés n'est cependant pas mentionné. Il est possible que ce rapport de charge soit élevé et donc que les vitesses représentées soient les vitesses intrinsèques au matériau. L'influence du vieillissement sur les vitesses de propagation pourrait alors être biaisé par l'absence de fermeture de fissure. En effet, comme nous le verrons plus tard, la fermeture de fissure peut jouer un rôle non négligeable sur les valeurs des vitesses de propagation.

La similitude de comportement entre matériau vieilli et non vieilli est confirmée par l'observation des surfaces de rupture par Nyström et Karlsson. Ces auteurs ont mis en évidence que pour les ΔK les plus élevés, les proportions de ferrite clivée n'étaient que de quelques pourcents : 5% pour le matériau vieilli et 1% pour le matériau non vieilli.

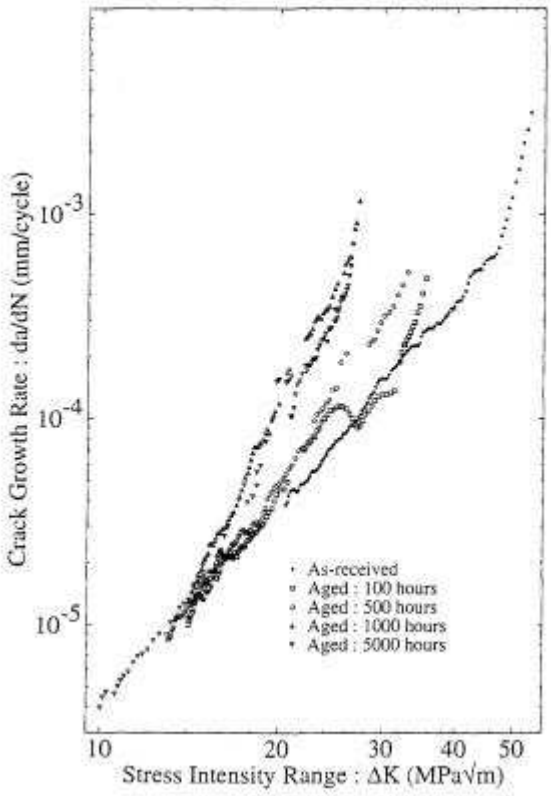


Figure 3 - 5 : Influence de la durée du vieillissement à 400°C sur les vitesses de propagation de fissure dans un acier contenant 45% de ferrite (d'après [Marrow et al, 1994a]).

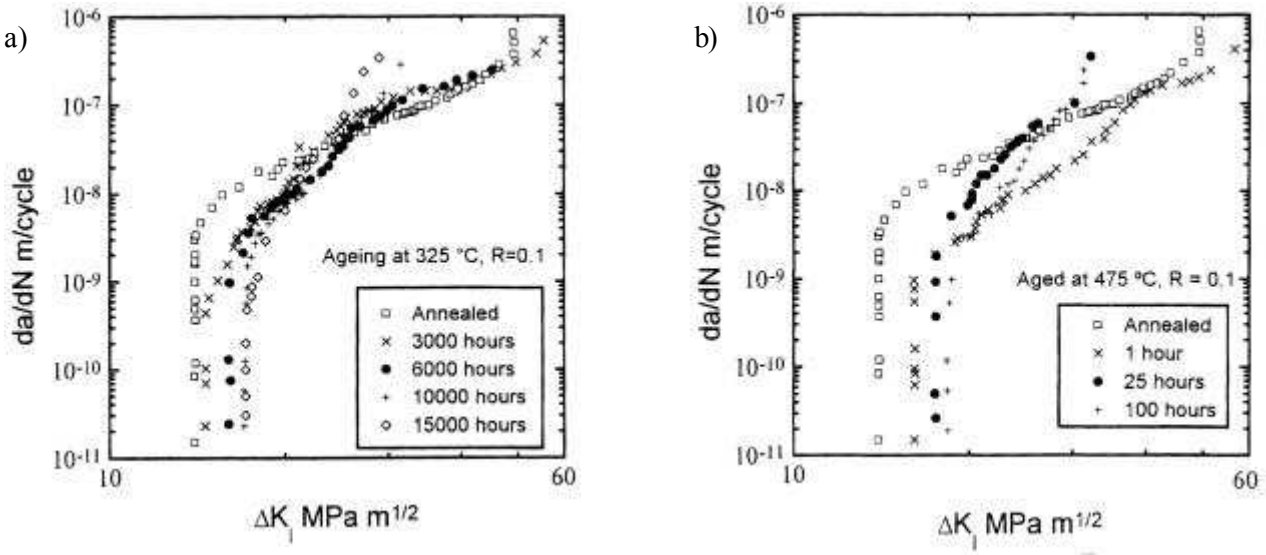


Figure 3 - 6 : Influence du vieillissement sur les vitesses de propagation de fissure dans un matériau contenant 62% de ferrite : a) vieillissements à 325°C et b) vieillissements à 475°C ; [Iturgoyen et Anglada, 1997].

Nyström et Karlsson ont également comparé la résistance à la propagation de fissure de l'acier duplex avec celui d'un acier austénitique. Ils constatent qu'aux faibles ΔK ($\Delta K < 7$ MPa.$m^{1/2}$), la vitesse de propagation de fissure dans l'acier duplex est proche de celle mesurée dans l'acier austénitique. En effet, aux faibles déformations, le comportement cyclique de l'acier duplex est quasiment identique à celui de l'austénite. Au contraire, aux plus forts ΔK ($\Delta K > 7$ MPa.$m^{1/2}$), l'acier duplex résiste moins bien à la propagation de fissure que l'acier austénitique car, aux fortes déformations, le comportement cyclique de l'acier duplex est plus proche de celui de la ferrite.

A 288°C, la propagation de fissure par fatigue dans un acier duplex contenant 14 à 21% de ferrite ne dépend pas non plus de son niveau de vieillissement [Landerman et Bamford, 1978]. Ce résultat n'est pas surprenant puisque la différence de comportement cyclique entre matériau vieilli et non vieilli diminue à 288°C en raison de l'augmentation de ductilité de la ferrite de 20°C à 288°C.

- Pour les aciers duplex contenant ***45% de ferrite***, **le vieillissement provoque une augmentation de la pente de la droite de Paris (m) mais n'a pas d'effet sur le seuil de fissuration**. L'effet du vieillissement est d'autant plus marqué que l'amplitude de chargement est élevée.

Alors que pour un ΔK de 10 MPa.$\sqrt{m}$, les vitesses de propagation mesurées par Iacoviello et al. [1999] dans les matériaux vieilli et non vieilli sont équivalentes, pour un ΔK de 30MPa.$\sqrt{m}$ et après un vieillissement de 1 000 h à 475°C, la résistance à la propagation de fissure est diminuée d'un facteur 3.

Pour Marrow et King [1994a], cette tendance est encore plus nette (Figure 3 - 5). En effet, pour un facteur d'intensité des contraintes de 30 MPa.$\sqrt{m}$, la résistance à la fissuration est diminuée d'un facteur 10 lorsque le matériau est vieilli 1 000 h à 400°C.

Bien qu'il s'agisse de deux matériaux laminés contenant 45% de ferrite et que les vitesses de propagation de fissure dans les matériaux non vieillis soient identiques, l'effet du vieillissement est plus visible sur le matériau étudié par Marrow et King que sur le matériau étudié par Iacoviello et al. Il faut cependant noter que Iacoviello et al. ont réalisé leurs essais avec un rapport de charge de 0.1 tandis que Marrow et King, avec un rapport de 0.5. L'effet de fermeture est donc peut-être responsable de la différence de vitesse de propagation.

Marrow et King ont expliqué par des observations fractographiques l'effet du vieillissement sur les vitesses de propagation. Selon ces auteurs, il existe une amplitude de facteur d'intensité de contraintes critique (ΔK_c) en-dessous de laquelle les vitesses de propagation de fissure dans les matériaux vieilli et non vieilli sont identiques et au-dessus de laquelle la vitesse de propagation augmente avec le vieillissement. Ce facteur d'intensité critique diminue lorsque le vieillissement du matériau augmente. Au delà de ΔK_c, l'augmentation de la vitesse de propagation avec le vieillissement est liée à un accroissement de la proportion de ferrite clivée.

- Pour les aciers duplex contenant ***plus de 50% de ferrite***, **le vieillissement induit une augmentation non seulement de la pente de la droite de Paris, mais également du seuil de fissuration**. Il en résulte que, **aux faibles ΔK ($\Delta K < 20$ MPa.$\sqrt{m}$), les vitesses de propagation dans le matériau vieilli sont plus faibles que dans le matériau non vieilli alors que, aux forts ΔK**

($\Delta K > 20\text{-}25$ MPa.$\sqrt{m}$), la tendance s'inverse. C'est ce qu'ont montré Mateo et al. [1998], Wasén et al. [1990] et Iturgoyen et Anglada [1997] (Figure 3 - 6).

L'augmentation de la température ou de la durée du vieillissement provoque un accroissement de la fragilisation du matériau. Par conséquent, à même durée de vieillissement, la pente de la droite de Paris d'un matériau vieilli à 475°C sera supérieure à celle d'un matériau vieilli à 325°C [Iturgoyen et Anglada, 1997].

Ces auteurs ont tenté d'expliquer les variations de résistance à la propagation de fissure suite au vieillissement du matériau.

Selon Mateo et al. et Iturgoyen et Anglada, la plasticité en pointe de fissure augmente avec ΔK. En effet, la zone plastique cyclique vaut $(1/12\pi)\times(\Delta K/\sigma_y)^2$.
Par conséquent, pour les faibles amplitudes de déformation (ou faibles ΔK), le matériau vieilli, qui a une plus grande résistance à la fatigue en termes de durée de vie que le matériau non vieilli, présentera des vitesses de propagation de fissure inférieures aux vitesses de propagation dans le matériau non vieilli. Au contraire, aux fortes amplitudes de déformation (donc aux forts ΔK), la résistance à la fatigue du matériau vieilli est moindre, expliquant que les vitesses de propagation dans le matériau vieilli soient supérieures à celles mesurées dans le matériau non vieilli. Il en découle une augmentation du seuil de fissuration (ΔK_{th}) et de la pente de la droite de Paris avec le vieillissement du matériau.

Wasèn et al. introduisent la notion de fermeture de fissure dans l'explication de la sensibilité du seuil de fissuration par fatigue au vieillissement. Selon ces auteurs, le seuil de fissuration par fatigue dépend de facteurs internes et externes. Ils signifient par facteurs internes, la résistance intrinsèque du matériau, c'est-à-dire ΔK_{theff} ; et par facteurs externes, la fermeture de fissure, donc ΔK_{ouv} ($\Delta K_{ouv} = K_{ouv} - K_{min}$).
Les mesures de rugosité montrent que celle-ci diminue avec le vieillissement du matériau, ce qui, selon les auteurs, induit une diminution de la fermeture de fissure ΔK_{ouv}. Etant donné que la mesure de ΔK_{th} augmente avec le vieillissement, les auteurs concluent que ΔK_{theff} augmente également. Ils mettent en parallèle cette augmentation du ΔK_{theff} avec l'augmentation de dureté de la ferrite sans pour autant l'expliquer. Ceci semble cependant raisonnable si on considère les résultats de Iturgoyen et Anglada qui montrent que la résistance à la fatigue du matériau vieilli, en termes de durée de vie, est supérieure à celle du matériau non vieilli pour les faibles amplitudes de déformation comme celles qui existent au niveau du seuil.

Résumé :

Le niveau de fragilisation du matériau influe sur les vitesses de propagation de fissure par fatigue. Or le niveau de fragilisation dépend non seulement de la durée et de la température du traitement thermique de vieillissement mais aussi de la teneur en ferrite du matériau.

Après un vieillissement à des températures inférieures à 500°C, c'est plus la teneur en ferrite du matériau que la durée du vieillissement qui influe sur la résistance à la propagation de fissure.
Pour des teneurs en ferrite inférieures à 25%, les niveaux de fragilisation des matériaux étudiés sont trop faibles pour que l'effet du vieillissement modifie de manière significative les vitesses de propagation de fissure.
Les essais réalisés sur des aciers contenant 45% de ferrite montrent que la fragilisation du matériau provoque une réduction de la résistance de propagation aux ΔK élevés mais n'a pas d'influence sur le seuil de fissuration.
Des teneurs en ferrite supérieures à 50% provoquent, après fragilisation, une augmentation du seuil de fissuration et de la pente de la droite de Paris. Ce comportement s'explique par une résistance du matériau vieilli meilleure que celle du matériau non vieilli sous faibles ΔK.

Selon le mode d'élaboration du matériau, aucune différence n'a été constatée en ce qui concerne l'influence du vieillissement sur le comportement à la fissuration. Il faut cependant noter que les matériaux moulés contiennent moins de 25% de ferrite et que par conséquent, le niveau de fragilisation du matériau est trop faible pour avoir des répercussions significatives sur les vitesses de propagation de fissure. Cela ne signifie pas pour autant que les mécanismes de propagation de fissure entre matériaux moulés et laminés ayant des structures très différentes soient identiques.

La comparaison des vitesses de propagation met en évidence que le rapport de charge et la fermeture de fissure ont un rôle important. Ces deux paramètres seront étudiés par la suite.

3.3. INFLUENCE DU PLAN DE PROPAGATION DE FISSURE

Les matériaux obtenus par laminage présentent une forte texture morphologique et cristallographique qui peut influer sur les vitesses de propagation en fonction du plan dans lequel la fissure va se propager. **Les trois types de plans de fissuration possibles ont été présentés à la Figure 3 - 2.** Dans ce paragraphe, **les matériaux étudiés contiennent tous 45 à 50% de ferrite et ont été obtenus par laminage.**

- Iacoviello et al. [1999] ont fait propager des fissures selon les plans S-L (parallèlement aux lattes d'austénite) et L-T (perpendiculairement aux lattes d'austénite) sous des rapports de charge de 0.1. **Que le matériau soit vieilli ou non, aucune différence n'a été observée ni sur les vitesses de propagation, ni sur les mécanismes ou sur la rugosité des surfaces de rupture**.

Selon ces auteurs, l'absence de différence est due au fait que les morphologies des lattes dans les directions L et S/T sont identiques. Il n'y a donc pas, selon eux, de variation en termes de nombres d'interfaces ou de proportions de ferrite et d'austénite rencontrées par la pointe de la fissure dans l'une ou l'autre des directions. Cette explication semble cependant peu probante au vu de la microstructure (Figure 3 - 7). En effet, les lattes sont allongées dans la direction de laminage, d'où une différence de teneur en ferrite et du nombre d'interfaces entre les sens L et S/T.

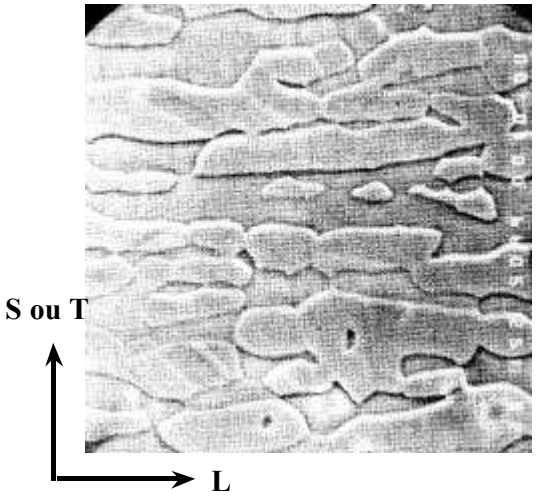


Figure 3 - 7 : Microstructure du matériau étudié par Iacoviello et al. [1999].

- Mateo et al. [1998] ont testé en traction et en fatigue (R = 0.1) un matériau non vieilli et un matériau vieilli 200 h à 475°C selon trois plans de fissuration distincts : les plans L-T et S-L et un plan à 45° entre L-T et S-L (plan D).

En traction, l'effet d'anisotropie est important : le matériau résiste moins bien dans le cas S-L que dans les cas L-T et D qui sont d'ailleurs identiques (Tableau 3 - 4). Ce résultat, contraire au résultat attendu, indique qu'il n'y a pas d'effet de fibrage ou d'interfaces.

En revanche, en fatigue, l'effet d'anisotropie est bien moindre (Figure 3 - 8). C'est surtout la zone du seuil qui est affectée, les variations de pente de la droite de Paris étant faibles. Mateo et al. ont

montré qu'il n'y avait pas de corrélation entre le nombre d'interfaces rencontrées par la pointe de fissure et la résistance à la propagation de fissure. Ils suggèrent plutôt d'étudier le chemin cristallographique de la fissure.

Dans la zone du seuil, les différences de valeurs de ΔK_{th} sont expliquées par la microstructure du matériau. En effet, la fissure s'amorce lorsque l'ouverture en pointe de fissure (COD) atteint une grandeur microstructurale critique comme la taille de latte « l » : $COD \approx (\Delta K)^2/(E\sigma_y) \approx l$, d'où $\Delta K_{th} \approx \sqrt{(\sigma_y El)}$. « l » équivaut à la largeur de latte dans le cas L-T alors que, dans le cas S-L, « l » correspond à la longueur de la latte. Ceci expliquerait que $\Delta K_{th}(L\text{-}T) < \Delta K_{th}(S\text{-}L)$. Cependant, le paramètre microstructural ne permet pas d'expliquer les valeurs de $\Delta K_{th}(D)$. Les auteurs concluent qu'il serait nécessaire d'introduire un autre facteur comme la fermeture de fissure par exemple.

	Etat initial			**Vieilli 200 h à 475°C**		
	σ_y (MPa)	**σ_{max} (MPa)**	**allongement (%)**	**σ_y (MPa)**	**σ_{max} (MPa)**	**allongement (%)**
L-T	651	840	32	900	1181	24
S-L	598	773	40	835	1076	30
D	580	768	46	744	1048	33

Tableau 3 - 4 : Caractéristiques de traction pour le matériau non vieilli et vieilli 200 h à 475°C en fonction du plan de fissuration (D est à 45° entre L-T et S-L) [Mateo et al., 1998].

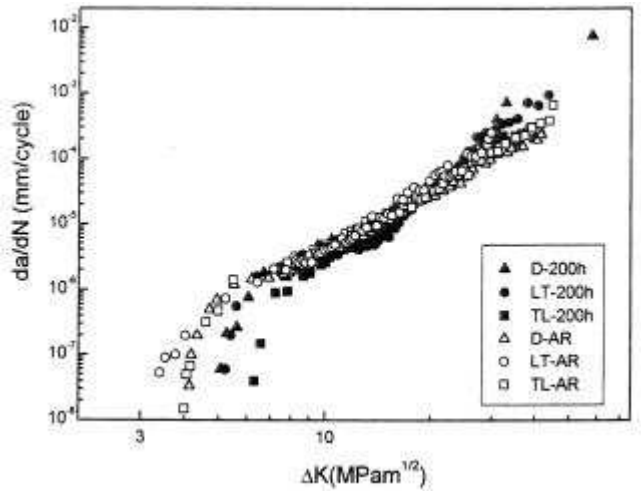


Figure 3 - 8 : Influence du plan de propagation de fissure sur les vitesses de propagation pour un matériau non vieilli (AR) et vieilli 200 h à 475°C (200 h) ; D est à 45° entre L-T et S-L, et TL = S-L [Mateo et al., 1998].

➢ Marrow et King [1994b] ont fait propager des fissures dans les plans T-S, L-T et S-L d'un matériau non vieilli et sous un rapport de charge de 0.5 (Figure 3 - 9). Les vitesses de propagation dans chaque plan diffèrent d'un facteur 2. Ces auteurs ont constaté que **la vitesse de propagation de fissure diminuait avec l'augmentation du nombre d'interfaces rencontrées par la fissure** .

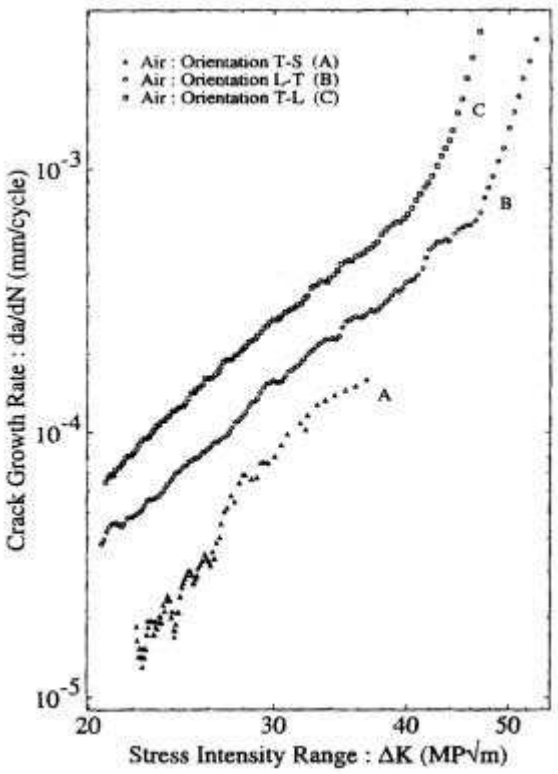


Figure 3 - 9 : Influence du plan de propagation de fissure sur les vitesses de propagation ; éprouvettes testées avec un rapport de charge de 0.5. A = T-S, B = L-T et C = S-L. [Marrow et King, 1994b].

Résumé :

Les différents auteurs ne s'accordent pas en ce qui concerne l'influence du plan macroscopique de propagation de fissure sur le comportement en fissuration de matériaux laminés contenant 45 à 50% de ferrite. Cette influence peut en effet être nulle, faible ou même forte. De plus, lorsqu'une influence est constatée, elle est attribuée soit à la texture cristallographique du matériau, soit à la fermeture de fissure, soit encore au nombre d'interfaces que la fissure rencontre au cours de sa propagation.

Il faut également noter que l'influence de la structure de solidification des matériaux moulés sur la propagation de fissure n'a pas été étudiée. Etant donné que la structure de ces matériaux est plus complexe et que leurs phases obéissent à des relations d'orientation cristallographique précises, il n'est pas évident que les résultats soient identiques.

auteur	matériau	% α	R	Sensibilité en fonction du vieillissement	Mesure de fermeture	Explication du décalage
[Iacoviello et al., 1999]	laminé	45	0.1 / 0.5 / 0.75	positive	non	fermeture par rugosité et plasticité
[Marrow etal., 1994a]	laminé	45	0.1 / 0.5	nulle	non	Augmentation du ΔCTOD avec R
[Iturgoyen et Anglada, 1997]	laminé	62	0.1 / 0.5	négative	complaisance	fermeture par rugosité (non vieilli) apparition du clivage (vieilli)
[Landerman et Bamford 1978]	moulé	21 14	0.03 / 0.2 / 0.7	-	non	-

Sensibilité négative en fonction du vieillissement : quand le vieillissement augmente, l'effet de R diminue.
Sensibilité positive en fonction du vieillissement : quand le vieillissement augmente, l'effet de R augmente.

Tableau 3 - 5 : Récapitulatif des essais réalisés à différents rapports de charge R.

3.4. INFLUENCE DU RAPPORT DE CHARGE R = P_{min}/P_{max}

Tous les auteurs ([Iacoviello et al., 1999], [Iturgoyen et Anglada, 1997], [Landerman et Bamford, 1978] et [Marrow et King, 1994a]) ont observé qu'**une augmentation du rapport de charge R provoquait un décalage des courbes da/dN = f(ΔK) vers les plus faibles ΔK**. Ceci signifie que ΔK_{th} diminue et que la valeur de da/dN, pour un même ΔK, augmente. **Cependant, selon les auteurs, la sensibilité au rapport de charge en fonction du vieillissement n'est pas la même. Les explications justifiant le décalage des courbes vers les plus faibles ΔK diffèrent également**. Il faut noter qu'**aucun des auteurs n'explique comment il fait varier le rapport de charge R**. Or il est possible, soit de garder P_{max} constant et de faire varier P_{min}, soit de faire varier à la fois P_{max} et P_{min}. Selon la méthode choisie, les conséquences mécaniques ne sont pas identiques : augmenter uniquement P_{min} permet de s'affranchir de la fermeture de fissure par exemple alors que faire varier P_{min} et P_{max} provoque en plus, pour un même ΔK, une variation de K_{max}.
Les types de matériaux étudiés, les rapports de charge des essais, la sensibilité au rapport de charge en fonction du vieillissement ainsi que l'explication du décalage des courbes sont résumés dans le Tableau 3 - 5.

Sur un matériau laminé contenant 45% de ferrite, Iacoviello et al. ont mis en évidence un décalage des courbes plus important près du seuil et particulièrement visible sur les matériaux les plus vieillis. En effet, lorsque R varie de 0.1 à 0.75, pour le matériau non vieilli, la valeur du seuil de fissuration passe de 9 à 6 MPa.√m et la vitesse de propagation est multipliée par un facteur 1.5. Le matériau vieilli, quant à lui, présente des vitesses de fissuration 10 fois supérieures sous un rapport de charge de 0.75 que sous un rapport de charge de 0.1 (décalage de 5 MPa.√m).
Iacoviello et al. expliquent le décalage des courbes avec la variation de R par la fermeture de fissure. Ce phénomène est induit, aux faibles ΔK, par la rugosité et, aux forts ΔK, par la plasticité.

Iturgoyen et Anglada ont constaté un effet plus prononcé du rapport de charge dans la zone du seuil sur un matériau laminé contenant 62% de ferrite. Cependant, selon ces auteurs, l'augmentation de la pente de la droite de Paris, bien visible sur le matériau non vieilli, semble moins évidente sur matériaux vieillis (Figure 3 - 10). Au cours des essais, le niveau de fermeture a été mesuré par la méthode de la complaisance. Pour le matériau non vieilli, cette grandeur n'est pas nulle et permet d'expliquer le décalage des courbes avec l'augmentation de R. Au vu des surfaces de rupture, la fermeture de fissure semble induite par rugosité. En revanche, pour les matériaux vieillis, au-delà de 100 h à 425°C ou de 10 000 h à 325°C ou 375°C, aucune fermeture de fissure n'a été détectée. Dans ce cas, la résistance intrinsèque à la propagation de fissure dans le matériau dépend de R. Les auteurs l'expliquent par le clivage ou non de la ferrite en fonction du rapport de charge. Ceci laisse supposer que K_{max} a alors été augmenté. On suppose que la variation de R s'est faite par variation à la fois de P_{max} et P_{min}.

Pour Marrow et King, l'effet de R sur matériau laminé contenant 45% de ferrite est identique, que celui-ci soit vieilli ou non (Figure 3 - 11). Les courbes sont décalées de 4 à 6 MPa.√m. Ces auteurs expliquent l'augmentation des vitesses de propagation avec R par un accroissement du ΔCTOD et donc par une avancée plus rapide de la pointe de fissure. En effet, $\Delta CTOD \propto K_{max}^2 - K_{min}^2$ d'où $\Delta CTOD \propto ((1+R) / (1-R)) \Delta K^2$.

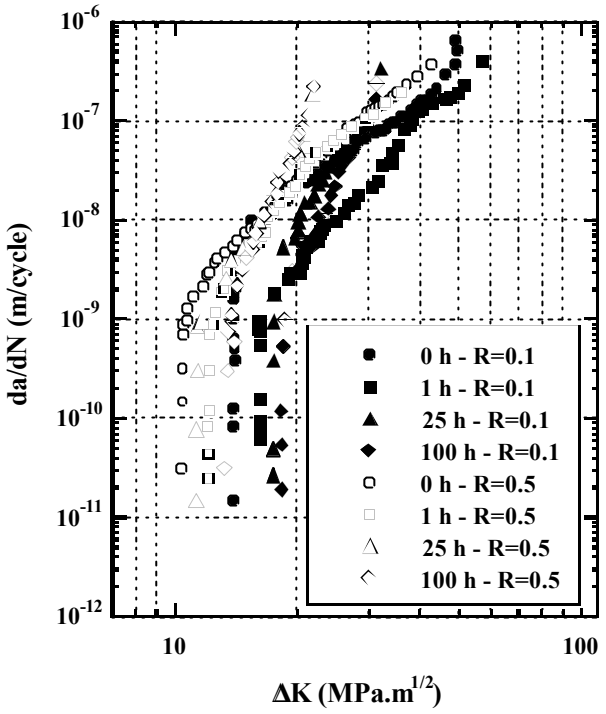


Figure 3 - 10 : Influence du rapport de charge sur les vitesses de propagation dans un matériau ayant subi un vieillissement à 475°C pendant différentes durées (d'après [Iturgoyen et Anglada, 1997]).

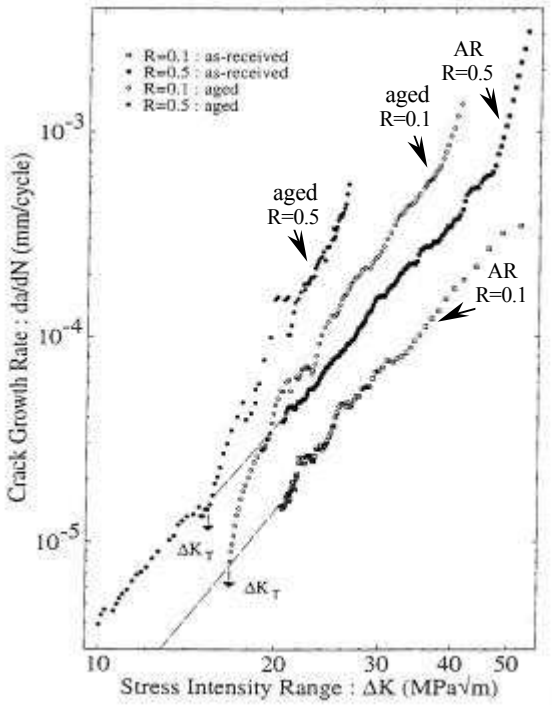


Figure 3 - 11 : Influence du rapport de charge sur les vitesses de propagation de fissure dans un matériau non vieilli (AR) et un matériau vieilli 5 000 h à 400°C (aged) [Marrow et King, 1994a].

Sur matériaux moulés contenant 14 à 21% de ferrite et à la température de 288°C, Landerman et Bamford [1978] ont observé également une légère augmentation de la vitesse de propagation suite à un accroissement significatif du rapport de charge. Les courbes sont décalées de 2MPa.√m lorsque R passe de 0.03 à 0.7. Cependant, aucune explication n'est avancée par les auteurs.

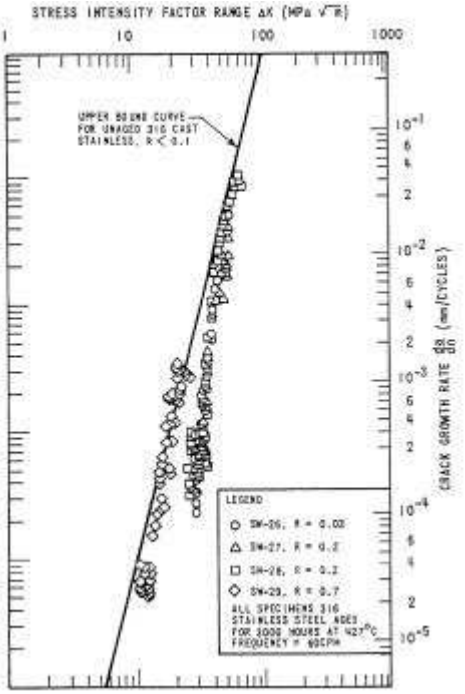


Figure 3 - 12 : Influence du rapport de charge sur les vitesses de propagation de fissure dans un matériau vieilli 3 000 h à 427°C [Landerman et Bamford, 1978].

Résumé :

De manière unanime, les auteurs constatent que le seuil de fissuration (ΔK_{th}) diminue et que la vitesse de propagation de fissure augmente avec l'augmentation du rapport de charge R. Cependant, alors que certains auteurs attribuent ce comportement à la fermeture de fissure, d'autres l'attribuent au fait que la contrainte de clivage peut être atteinte plus facilement. D'autres encore l'expliquent par une augmentation du ΔCTOD. Ces explications sont valables mais dépendent de la manière dont le rapport de charge a varié : variation uniquement de P_{min} en gardant P_{max} constant ou variation de P_{min} et P_{max} en même temps.

Il semble qu'il soit donc nécessaire de prendre en compte à la fois les mécanismes de propagation et la fermeture de fissure pour expliquer le décalage des courbes vers les plus faibles ΔK lorsque R augmente.

3.5. INFLUENCE DE LA TEMPERATURE D'ESSAI

L'accroissement de la température d'essai provoque **une augmentation de la vitesse de propagation de fissure.**

Slama et al. [1984] ont étudié un matériau moulé contenant 17.5% de ferrite, à l'état initial et à l'état vieilli 7500 h à 400°C. Avec l'augmentation de la température d'essai de 20°C à 320°C, la vitesse de propagation peut augmenter jusqu'à un facteur 4.

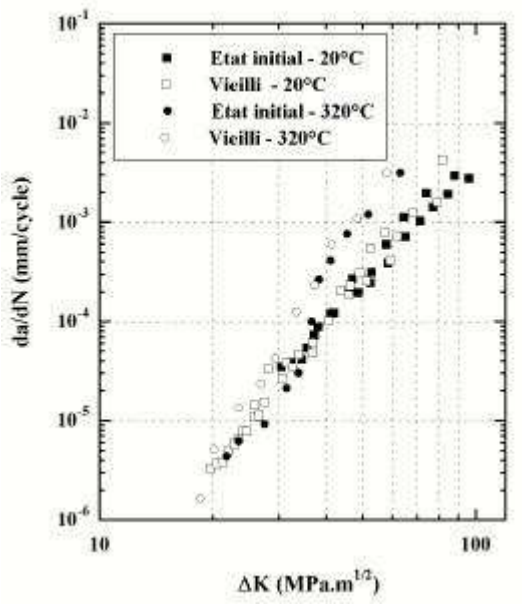


Figure 3 - 13 : Influence de la température d'essai sur les vitesses de propagation de fissure dans un matériau moulé non vieilli et vieilli 7 500 h à 400°C. D'après [Slama et al., 1984].

Marrow et King [1994a] ont testé à 22°C, 153°C et 305°C et avec un rapport de charge de 0.5 un matériau laminé contenant 45% de ferrite et vieilli 1 000 h à 400°C . De 20°C à 153°C, la vitesse de propagation de fissure augmente d'un facteur 5 à 6. De 20°C à 305°C, la vitesse de propagation de fissure augmente d'un facteur 10 à 12. Les augmentations de vitesse de propagation se font sans variation de la pente de la droite de Paris. Marrow et King expliquent cet accroissement avec la température d'essai par une rupture plus facile du matériau au niveau de la pointe de fissure suite à la diminution de la limite d'élasticité du matériau. Le mécanisme de rupture sera expliqué plus en détail au § 3.7.

Résumé :

L'augmentation de la température d'essai a pour conséquence d'accroître les vitesses de propagation de fissure. Cette tendance est beaucoup plus nette sur les matériaux laminés ayant une forte teneur en ferrite.

3.6. INFLUENCE DU MILIEU

Le liquide circulant dans les tuyauteries du circuit primaire, appelé milieu PWR, est composé d'eau déminéralisée contenant peu de O_2 (< 0.1 ppm), mais contenant de l'hydrogène en surpression, de l'acide borique et de l'hydroxyde de Lithium. Son pH est de 9 à 316°C. Etant donné que, pour des raisons de commodité, **la plupart des essais de laboratoire sont réalisés sous air, il est intéressant de savoir s'il sont représentatifs du comportement du matériau en milieu PWR**. C'est pourquoi, certains auteurs ont comparé, à la température de service du réacteur (288°C – 320°C), la résistance à la propagation du matériau sous air et en milieu PWR.

Slama et al. [1984] ont testé des matériaux moulés (17.5% de ferrite) non vieilli et vieilli 7 500 h à 400°C à la température de 320°C. Ces matériaux présentent une forte dispersion comme le montre la Figure 3 - 14. **L'effet du milieu sur les vitesses de propagation peut atteindre un facteur 10** pour les facteurs d'intensité de contraintes inférieurs à 40-50 MPa.√m mais devient négligeable aux plus forts ΔK. Les vitesses de propagation de fissure peuvent donc être sous-estimées d'un facteur 10 lorsque les essais sont réalisés sous air.

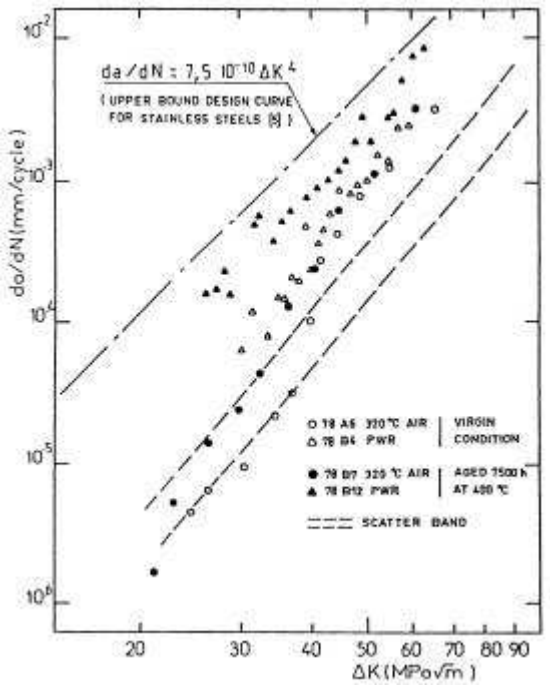


Figure 3 - 14 : Influence du milieu d'essai à 320°C sur la propagation de fissure par fatigue dans un matériau moulé non vieilli et vieilli 7 500 h à 400°C [Slama et al., 1984].

Landerman et Bamford [1978] ont également testé des matériaux moulés (14 à 21% de ferrite) non vieilli et vieilli 3 000 h à 427°C à la température de 288°C et sous des rapports de charge de 0.2 et 0.7. **Ils n'ont pas constaté de différence de comportement à la fissuration entre les éprouvettes testées sous air et sous milieu PWR**.

Résumé :

Les essais réalisés sous air ne sont pas forcément représentatifs du comportement à la fissuration « in-situ » du matériau. En effet, les vitesses de propagation de fissure peuvent être sous-estimées d'un facteur 10 par rapport aux vitesses qui seraient mesurées en milieu PWR, surtout dans le domaine des faibles amplitudes de chargement. Il faut cependant noter que les auteurs ne s'accordent pas tous sur l'équivalence entre les essais sous air et sous milieu PWR.

3.7. MECANISMES DE PROPAGATION DE FISSURE

Différents paramètres liés au matériau (structure, vieillissement, sens de prélèvement des éprouvettes) ou à l'essai (température, milieu, rapport de charge) peuvent modifier les mécanismes de rupture et le chemin de propagation.

3.7.1. Mécanismes de rupture

- ***Influence du vieillissement***

Nyström et Karlsson [1996] n'ont pas observé de différence majeure entre les mécanismes de rupture des matériaux à l'état de réception et à l'état vieilli. Ils ont juste remarqué davantage de facettes de clivage et de microfissures dans le matériau vieilli. En effet, bien que le matériau contienne 25% de ferrite, la proportion de ferrite clivée sur la surface de rupture passe de 1% pour le matériau à l'état de réception à 5% pour le matériau vieilli. Il faut cependant rappeler que la fragilisation de ce matériau reste faible même à l'état vieilli (résilience 12 daJ).

Mis à part Nyström et Karlsson, les auteurs qui ont observé les mécanismes de rupture ont constaté un changement avec le vieillissement du matériau.
Dans le matériau non vieilli, la ferrite et l'austénite rompent de manière ductile avec observation de zones striées [Iacoviello et al., 1999] et [Marrow et King, 1994a]. La distance entre les stries varie de 0.2 à 0.5 µm. **Dans le matériau vieilli, alors que la ferrite rompt par clivage, la rupture de l'austénite, non affectée par le vieillissement, se fait toujours de manière ductile**. Iturgoyen et Anglada [1997] et Le Roux [2000] précisent même que l'austénite rompt, aux faibles ΔK, par stries et aux forts ΔK, par arrachement suite au clivage plus massif de la phase ferritique. Le Roux a également observé, pour des ΔK de 70 MPa.$\sqrt{m}$, des ponts de matière restés à l'arrière du front de fissure ainsi que des îlots de ferrite rompus par clivage à l'avant du front de fissure ou parallèlement à la fissure. Il a donc observé un **endommagement du matériau par clivage de la ferrite dans une zone proche de la pointe de la fissure**.

- ***Influence des conditions d'essai***

Lorsque les conditions d'essai changent, comme la direction de sollicitation [Iacoviello et al., 1999], le milieu [Landerman et Bamford, 1978] ou la température d'essai [Marrow et King, 1991], les auteurs ne constatent **pas de modification des mécanismes de rupture** : clivage de la ferrite vieillie ainsi que rupture ductile de l'austénite et de la ferrite non vieillie. **Ceci est surprenant**, notamment en ce qui concerne la rupture par clivage de la ferrite vieillie à température élevée. En effet, le mécanisme attendu serait plutôt du cisaillement suite à l'augmentation de ductilité de cette phase avec la température d'essai [Duval, 1992].

- ***Mécanismes de rupture***

Pour Iturgoyen et Anglada [1997], le rapport de charge a une influence sur l'apparition du clivage dans la ferrite. En effet, selon ces auteurs, **le clivage est piloté par K_{max}** et non par ΔK. Donc pour un même ΔK, lorsque R est faible, la contrainte maximale est faible et peut être inférieure à la contrainte de clivage de la ferrite. Il n'y a alors pas de clivage dans la ferrite. Cependant, lorsque R est élevé, la contrainte maximale est plus élevée et peut atteindre la contrainte de clivage, d'où la rupture de la ferrite par clivage.

Selon Marrow et King, le clivage n'est pas piloté par le facteur d'intensité de contraintes maximal mais plutôt par l'amplitude du facteur d'intensité de contraintes. Marrow et King [1991] [1994a] et [1994b] sont d'ailleurs les seuls auteurs à avoir élaboré un modèle décrivant les mécanismes de rupture et expliquant les variations de vitesses de propagation. Leur modèle repose sur **l'existence d'un seuil critique d'apparition du clivage (ΔK_c) et de trois régimes (A, B et C)** au cours de la propagation de fissure (Figure 3 - 15).

Pour $\Delta K < \Delta K_c$, il s'agit du **régime A** pour lequel **la ferrite et l'austénite rompent**, selon les auteurs, **par stries ductiles** quels que soient le niveau de vieillissement, la température d'essai ou le rapport de charge.

Pour **$\Delta K > \Delta K_c$ (régime B)**, **alors que dans le matériau non vieilli aucun clivage de la ferrite n'est observé, dans le matériau vieilli, la ferrite clive dans toutes les conditions d'essai**. La proportion de ferrite clivée a été mesurée sur les surfaces de rupture par analyse d'image**. Cette proportion croît** jusqu'à atteindre la proportion de ferrite présente dans le matériau. Pour un même ΔK, la fraction de clivage augmente avec le vieillissement du matériau. Cependant, elle reste identique lorsque le rapport de charge varie ou lorsque la température d'essai passe de 25°C à 305°C. A 153°C, elle est inférieure à la fraction de ferrite clivée mesurée aux autres températures. L'austénite, quant à elle, rompt par stries ductiles ou par cisaillement. Les auteurs supposent qu'il en résulte l'apparition d'une zone semi-cohésive dans laquelle les ligaments austénitiques maintiennent localement les deux parties de l'éprouvette (Figure 3 - 15.c).

Dans le régime C, la propagation de fissure ne dépend plus que de la rupture des ligaments d'austénite.

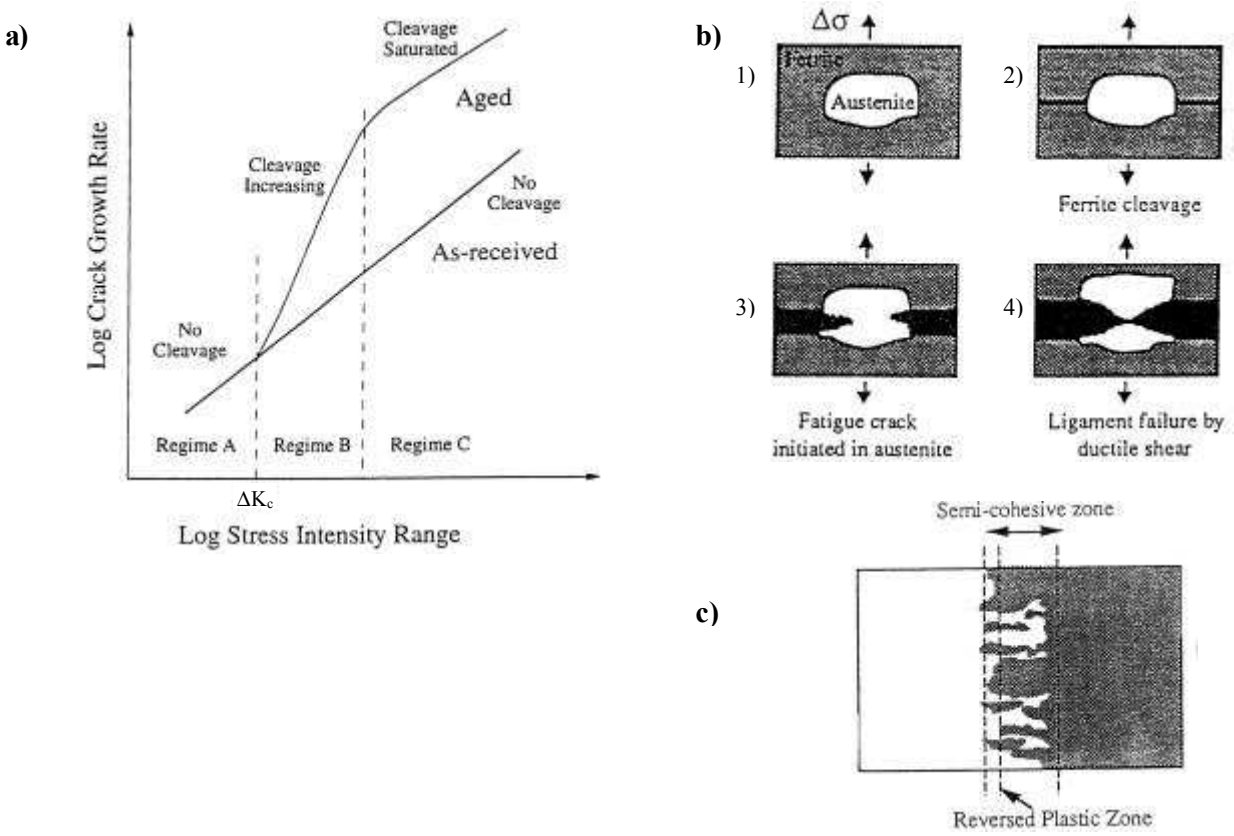


Figure 3 - 15 : a) Evolution de la proportion de ferrite clivée sur la surface de rupture en fonction du facteur d'intensité des contraintes pour les matériaux vieilli et non vieilli et classification de la propagation de fissure en 3 régimes A, B et C ; b) Rupture d'un austéno-ferritique : rupture par clivage de la ferrite puis cisaillement ductile de l'austénite ; c) Représentation de la zone semi-cohésive en pointe de fissure : ferrite rompue par clivage à l'avant de la pointe de fissure et ligaments d'austénite résiduels. [Marrow et King, 1994a] et [Marrow et King, 1991].

Selon Marrow et King, l'augmentation de la vitesse de propagation de fissure avec le vieillissement, la température d'essai ou le rapport de charge est due, dans le régime B, à l'apparition du clivage dans la ferrite. La proportion de clivage est déterminée par le niveau de vieillissement du matériau et la température d'essai. Dans le régime C, l'augmentation de la vitesse de propagation va dépendre de la rupture des ligaments austénitiques, donc, du ΔCTOD et de la limite d'élasticité de l'austénite.
Par conséquent, lorsque R augmente, le ΔCTOD augmente, provoquant un accroissement de la vitesse de propagation.

En effet, $\Delta CTOD \propto K_{max}^2 - K_{min}^2$
d'où $\Delta CTOD \propto ((1+R) / (1-R)) \Delta K^2$
et $(da/dN)_{R=0.1} = (da/dN)_{R=0.5} \times (\Delta CTOD_{R=0.1} / \Delta CTOD_{R=0.5})$.

De même, lorsque la température d'essai augmente, la limite d'élasticité de l'austénite diminue. Ceci a pour conséquence d'accroître le ΔCTOD ($CTOD = A.\Delta K^2/E.\sigma_y$) et donc d'augmenter la vitesse de propagation de fissure.

Marrow et King expliquent également l'apparition du clivage dans la ferrite. Le clivage est amorcé suite à l'interaction de deux macles ou à l'interaction d'une macle avec un joint de grain. En effet, des languettes et des macles ont été observées sur les facettes de clivage. Le clivage apparaît pour un ΔK_{crit} pour lequel le critère de clivage est atteint. Ce ΔK_{crit} équivaut à ΔK_c. Il dépend d'une contrainte critique et d'une distance critique liée à la distribution des sites de clivage.
Les variations de ΔK_c et des proportions de ferrite clivée sont liées à la fréquence de maclage. Cette dernière est augmentée lorsque la mobilité des dislocations diminue et que le glissement planaire augmente. Elle augmente donc avec l'amplitude de déformation plastique et avec le vieillissement du matériau. Par conséquent, ΔK_c diminue avec le vieillissement. De même, la proportion de ferrite clivée croît avec le vieillissement et le facteur d'intensité de contraintes.
Selon les mêmes auteurs, le clivage dépend de ΔK et non de K_{max}. Le rapport de charge R n'influe donc pas sur celui-ci. C'est pourquoi, ni ΔK_c, ni la proportion de ferrite clivée ne dépendent de R.
Il a été constaté que la fréquence de maclage diminuait à 153°C puis augmentait à nouveau pour les températures supérieures. C'est ce qui explique que la proportion de ferrite clivée à 153°C soit inférieure aux proportions à 20°C et 305°C.

Le modèle de Marrow et King est valable pour les matériaux laminés pour lesquels, quelle que soit la direction de sollicitation, dans les trois directions de la tôle, la ferrite est bien orientée pour cliver. Cependant, il est possible de s'interroger sur la validité de ce modèle pour un matériau moulé présentant une structure beaucoup plus complexe. En effet, dans ce cas, la ferrite n'est pas toujours bien orientée pour cliver ce qui ne rend pas forcément possible la formation d'une zone semi-cohésive.

- ***Influence du mode d'élaboration et du sens de prélèvement***

Les mécanismes de rupture de la ferrite et de l'austénite sont identiques que le matériau ait été obtenu par moulage ou par laminage et, dans le cas du matériau laminé, quel que soit le plan de propagation de la fissure.

3.7.2. Chemin de fissuration

Aucun auteur n'a constaté de chemin préférentiel de la fissure entre les phases ferritique ou austénitique [Marrow et King, 1994b] et [Nyström et Karlsson, 1996] et ce, quel que soit le plan de propagation de fissure T-S, L-T ou S-L.

En ce qui concerne la **tortuosité** (fissuration secondaire et changements de direction de propagation) **du chemin de fissuration en revanche, les auteurs ne s'accordent pas sur l'influence du vieillissement ou du plan de propagation**.

Selon Iturgoyen et Anglada [1997] et Kwon et al. [1999], le chemin de fissuration est moins tortueux dans le matériau vieilli que dans le matériau non vieilli. En revanche, pour Landerman et Bamford

[1978], sous milieu PWR, bien que les mécanismes de rupture soit identiques à ceux observés sous air, le chemin de fissuration est moins tortueux à l'état initial.

Marrow et King [1994b] ont constaté des changements de direction de propagation à chaque joint de phase lorsque la fissure se propage perpendiculairement aux lattes (Figure 3 - 16). Ces auteurs expliquent les déviations par le fait que la fissure doit se réamorcer à chaque interface suite à un transfert difficile du glissement au niveau de celle-ci. Les matériaux laminés présentent en effet une texture cristallographique particulière dans laquelle les phases n'obéissent pas à des relations d'orientation de type Kurdjumov-Sachs ou Nishiyama-Wassermann. Il en résulte que plus le nombre d'interfaces rencontrées par la fissure est grand, plus la vitesse de propagation sera faible.

Le rôle des interfaces dans la résistance à la propagation de fissure semble confirmé par les observations suivantes qui n'indiquent aucune autre modification de la surface de rupture. Quel que soit le plan de propagation de la fissure, la proportion de ferrite présente sur la surface de rupture ainsi que les mécanismes de rupture de la ferrite et de l'austénite sont inchangés. De plus, la rugosité des surfaces de rupture et les différences de limite d'élasticité dans les trois directions ne sont pas suffisamment grandes pour expliquer des différences de plasticité en pointe de fissure. Il n'y a donc pas d'explication des variations de vitesses de propagation par la fermeture de fissure.

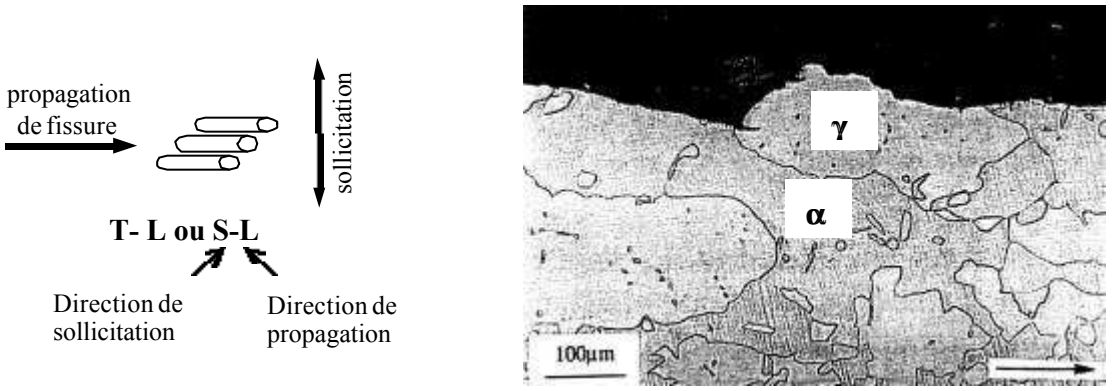


Figure 3 - 16 : Déviation de la fissure à l'interface ferrite / austénite dans le plan de propagation S-L [Marrow et King, 1994b].

C'est le contraire qu'ont observé Matéo et al. [1998]. En effet, lorsque la fissure se propage perpendiculairement aux lattes, aucune déviation n'est observée et la résistance à la propagation de fissure est la plus faible. En revanche, lorsqu'elle se propage parallèlement aux lattes, la fissure change souvent de plan d'où une résistance à la fissuration supérieure. Mateo et al. concluent que la valeur de la pente de la droite de Paris ne dépend pas uniquement du nombre d'interfaces rencontrées par la fissure. Ils suggèrent alors d'étudier la texture cristallographique du matériau, ce qu'il n'ont pas fait.

Le Roux [2000] a remarqué que la fissure, dans un matériau vieilli moulé, ne suit pas le plan de symétrie de l'éprouvette mais semble suivre les plans de clivage des grains ferritiques.

Résumé :

Lorsque le matériau est suffisamment fragilisé, le mécanisme de rupture de la ferrite passe de ductile à fragile avec le vieillissement du matériau. Le mécanisme de rupture de l'austénite, phase non affectée par le vieillissement, reste ductile.

La modification de la direction de sollicitation, de la température ou du milieu d'essai n'a pas de conséquences sur les mécanismes de rupture des deux phases dans les matériaux laminé ou moulé.

En revanche, pour certains auteurs, l'augmentation du rapport de charge peut avoir une incidence sur l'apparition du clivage dans la ferrite.

Marrow et King [1991], [1994a] et [1994b] ont établi un modèle de propagation de fissure dans les matériaux laminés contenant 45% de ferrite. Ce modèle repose sur l'existence d'un seuil de clivage en-dessous duquel la ferrite vieillie ne clive pas et au-dessus duquel, elle clive. Il en résulte l'apparition d'une zone semi-cohésive formée de ponts austénitiques. En fonction de la rupture de ces ponts, la vitesse d'avancée de fissure est plus ou moins grande. Il est cependant possible de s'interroger sur la transposition d'un tel modèle à des matériaux moulés possédant une structure telle que l'orientation cristallographique de la ferrite ne favorise pas forcément le clivage à l'avant de la pointe de la fissure.

En ce qui concerne le chemin de fissuration, aucun auteur n'a constaté l'existence d'un chemin préférentiel entre la ferrite et l'austénite. Les avis sont en revanche partagés quant à la tortuosité du chemin de la fissure en fonction à la fois du vieillissement du matériau et du plan de propagation dans les matériaux laminés. Pour ce dernier point, certains auteurs constatent une diminution de la vitesse de propagation de fissure suite à l'augmentation du nombre d'interfaces rencontrées par celle-ci, alors que d'autres constatent le contraire. Ces derniers suggèrent alors que l'influence de l'orientation cristallographique des lattes est prépondérante. Ces études ont été menées sur des matériaux laminés contenant 45% de ferrite. Qu'en est-il sur des matériaux moulés présentant une teneur en ferrite plus faible et une structure cristallographique plus complexe ?

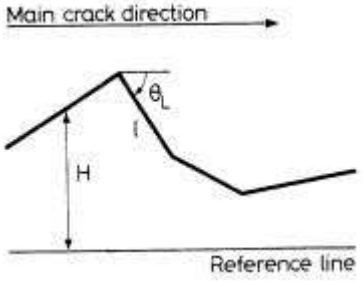


Figure 3 - 17 : Représentation des paramètres H et θ_l utilisés pour caractériser la rugosité de la surface de rupture [Nyström et Karlsson, 1996].

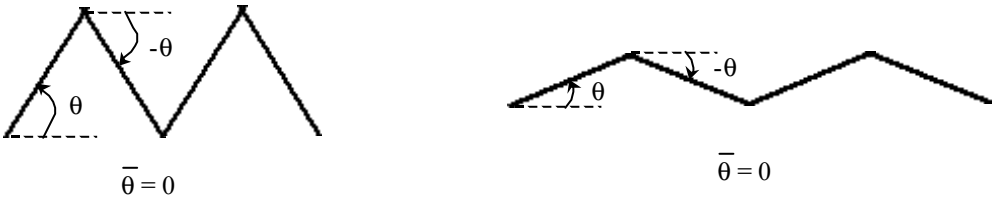


Figure 3 - 18 : Comparaison de deux surfaces de rupture ayant des rugosités différentes mais la même valeur de $\overline{\theta}$.

3.8. MECANISMES DE FERMETURE DE FISSURE

A température ambiante et sur des aciers inoxydables, la fermeture de fissure peut être induite par rugosité, plasticité ou transformation de phase. Dans l'ensemble**, le mécanisme de fermeture de fissure le plus souvent mentionné dans la littérature est la rugosité. La fermeture par plasticité n'a été abordée brièvement que par Iacoviello et al. [1999] au travers du calcul de la taille de zone plastique en pointe de fissure. Quant au mécanisme de transformation de phase, Rajanna et al. [1997] ont étudié la transformation de l'austénite en martensite** et les contraintes résiduelles qui l'accompagnent. Murakami et al. [1991] l'ont également mentionné.

L'étude de la fermeture de fissure est **principalement liée à l'effet du rapport de charge (R)** sur les vitesses de propagation. Cependant, **les auteurs se sont également intéressés à l'influence du vieillissement sur le niveau de fermeture. Sur ce point d'ailleurs, les avis divergent.**

Nyström et Karlsson [1996] ont digitalisé la surface de rupture et déterminé la hauteur (H) de chaque point par rapport à une ligne de référence ainsi que l'angle de déviation (θ_1) de la surface de rupture (Figure 3 - 17). Ils peuvent ainsi décrire la rugosité de la surface de rupture par deux paramètres : la hauteur moyenne ($\overline{H}$) et la déviation moyenne ($\overline{\theta}_1$). Il faut cependant noter que ce type de mesure n'est pas très fiable. En effet, deux surfaces différentes peuvent avoir un $\overline{\theta}_1$ identique même si les rugosités sont différentes (Figure 3 - 18). Les auteurs ont trouvé que les paramètres $\overline{H}$ et $\overline{\theta}_1$ ne varient pas en fonction du vieillissement. Ceci signifie, selon eux, que la rugosité des surfaces de rupture des matériaux vieilli et non vieilli sont identiques. Même si leurs mesures de rugosité ne sont pas très rigoureuses, les observations fractographiques confirment l'absence de différence de rugosité. En effet, le matériau étant faiblement fragilisé (résilience de 12 daJ pour le matériau vieilli et de 27 daJ pour le matériau non vieilli), l'aspect des surfaces de rupture est similaire.
Après mesure de la charge de fermeture par la méthode de la complaisance, les auteurs ont utilisé une relation reliant K_{ouv} à $\overline{H}$: $K_{ouv} = a.\overline{H}^{1/3}$. Le paramètre « a » vaut 1.6 pour le matériau vieilli et 1.5 pour le matériau non vieilli. Donc selon ces auteurs, la fermeture se limitant à la rugosité, **le vieillissement n'a pas d'influence sur la fermeture de fissure.**

Selon Iacoviello et al. [1999], **la fermeture de fissure du matériau vieilli est supérieure à celle du matériau non vieilli**. Dans cette étude, la fermeture en elle-même n'a pas été mesurée. Cependant, la rugosité et la plasticité ont toutes deux été abordées. Les auteurs ont mesuré la rugosité moyenne (R_a), la distance moyenne entre le point le plus haut et le point le plus bas de la surface de rupture (R_z) et la rugosité maximale (R_t). Ces trois critères de rugosité augmentent de manière linéaire en fonction du logarithme de la vitesse de propagation de fissure ($R_a = 12.84 + 1.11 \log (da/dN)$) et ne dépendent ni de la direction de propagation, ni du vieillissement du matériau. Cependant, la taille de zone plastique qui est fonction du carré de ΔK augmente plus rapidement que la rugosité. Par conséquent, la fermeture par rugosité sera prépondérante au niveau du seuil et la fermeture par plasticité interviendra plutôt aux grands ΔK.

Murakami et al. [1991] ont mesuré la fermeture de fissure grâce à une jauge placée sur le talon d'éprouvettes CT prélevées dans le matériau brut de fonderie (résilience 45 J) et dans le matériau

revenu pendant 4h à 1 100°C puis trempé à l'eau (résilience 176 J). Les rapports de charge des essais étaient de 0.12 et 0.6.

Le rapport $U = K_{ouv}/K_{max}$ est tracé en fonction de ΔK pour les différents matériaux et rapports de charge. Pour un même rapport de charge, **la fermeture de fissure du matériau le plus fragile (brut de fonderie) est supérieure d'un facteur pouvant aller jusqu'à deux à la fermeture du matériau le moins fragile (revenu).** Pour un même ΔK, la fermeture augmente avec le rapport de charge.

L'augmentation du niveau de fermeture avec la fragilisation du matériau est expliquée par la rugosité de la surface de rupture, rugosité qui est liée selon ces auteurs à la plus ou moins grande finesse de la microstructure. Cette explication semble cependant peu probable au vu des microstructures présentées. Il semblerait plus plausible que l'augmentation de rugosité avec la fragilisation du matériau soit liée à un changement de mécanisme de rupture.

Les auteurs ont normalisé la rugosité de la surface de rupture par la valeur du CTOD. Les courbes H_{max}/ CTOD en fonction de ΔK sont montrées à la Figure 3 - 19. La fermeture de fissure par rugosité est d'autant plus importante que la rugosité est grande vis-à-vis du CTOD, donc que le rapport H_{max}/ CTOD est grand. Ce rapport diminue avec ΔK ce qui indique que la fermeture de fissure par rugosité joue un rôle principalement près du seuil. On constate également que le niveau de fragilisation du matériau n'influe pas sur la rugosité relative de la surface de rupture mais que seul le rapport de charge R joue.

Murakami et al. suggèrent que la rugosité n'est pas la seule responsable de la fermeture de fissure, étant donné que la fermeture du matériau fragile est supérieure à celle du matériau non fragile et que la rugosité ne dépend pas de la fragilisation. Ils supposent que, suite au traitement de revenu, l'austénite devenue métastable se transforme facilement en martensite, provoquant de la fermeture de fissure par transformation de phase.

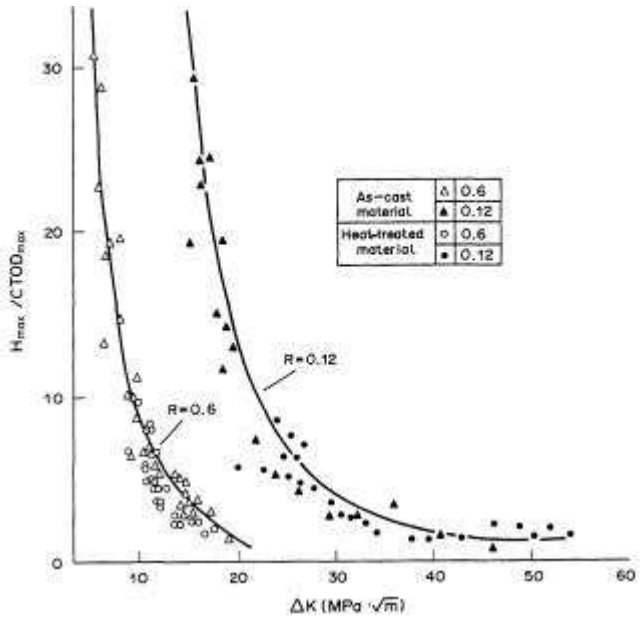


Figure 3 - 19 : Relation entre la rugosité de surface et la CTOD en fonction de ΔK pour les matériaux brut de fonderie et revenu testés sous un rapport de charge de 0.6 et 0.12 [Murakami et al., 1991].

Pour un vieillissement à une température supérieure à 500°C, la phase σ localisée aux interfaces ferrite / austénite est responsable de l'apparition de rupture intergranulaire dans le matériau vieilli [Kang et al., 1998]. Par conséquent, le niveau de fermeture par rugosité du matériau vieilli est supérieur d'un facteur 1.5 à celle du matériau non vieilli dans la gamme de ΔK de 15 à 35 MPa.√m.

Contrairement aux auteurs précédents, Iturgoyen et Anglada [1997] ont mesuré par la méthode de la complaisance **une fermeture de fissure nulle dans le matériau vieilli, alors que cette même valeur est non nulle dans le matériau non vieilli**. La seule explication avancée est que le chemin de fissuration est tortueux dans le matériau non vieilli (déviations dans l'austénite), ce qui induit de la rugosité.

Rajanna et al. [1997] n'ont pas directement étudié la fermeture de fissure. Ils se sont intéressés à la transformation de l'austénite en martensite ainsi qu'aux contraintes résiduelles qui l'accompagnent dans un matériau laminé contenant 50% de ferrite et non vieilli. Les essais de propagation de fissure par fatigue ont été réalisés sur éprouvettes CT et sous un rapport de charge de 0.1.

L'analyse par diffraction des rayons X de la surface de rupture a montré que, lorsque K_{max} augmente, la proportion d'austénite le long de la surface de rupture diminue de 50 à 30% puis se stabilise à cette valeur plateau (Figure 3 - 20). La disparition de l'austénite est reliée à sa transformation en martensite suite à la déformation plastique en pointe de fissure. En effet, selon les auteurs, lorsque K_{max} augmente, la déformation plastique en pointe de fissure augmente également. La déformation qui ne concernait que la phase austénitique lorsqu'elle était faible, s'étend alors à la phase ferritique. La phase austénitique supportant moins de déformation, se transforme moins en martensite, ce qui explique l'apparition d'une valeur plateau. Ce raisonnement semble discutable dans la mesure où la phase austénitique, qui est la phase « molle », supporte la déformation plastique quelle que soit la déformation totale. Il semblerait plutôt que, au delà de 30 MPa.√m, la propagation de fissure ne soit plus stable et se fasse par déchirure des deux phases. La déformation de l'austénite n'augmenterait alors plus.

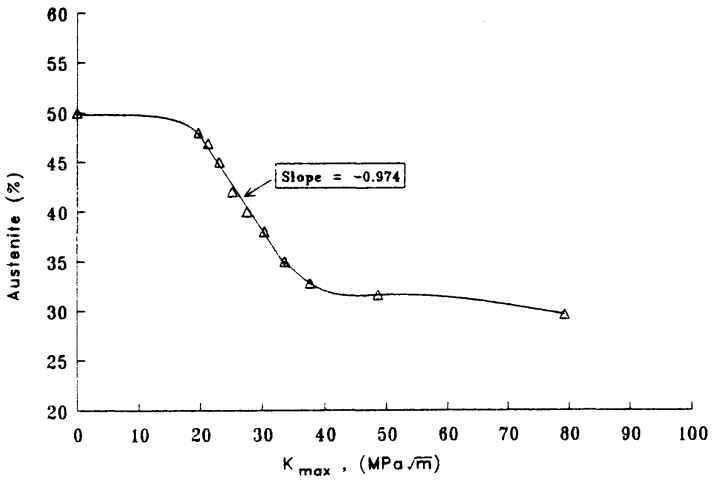


Figure 3 - 20 : Evolution de la proportion d'austénite sur la surface de rupture en fonction de K_{max} [Rajanna et al., 1998].

Il existe donc des contraintes résiduelles sur toute la longueur de la fissure. Ces contraintes sont liées à la transformation de l'austénite en martensite qui s'accompagne d'une variation de volume. Les contraintes résiduelles diminuant lorsque ΔK augmente, on peut supposer que la fermeture de fissure par transformation de phases sera surtout active aux faibles ΔK.

Résumé :

Sur matériau suffisamment fragilisé, l'influence du vieillissement sur le niveau de fermeture de fissure est visible. Cependant, selon les études, la fermeture augmente ou diminue en fonction du vieillissement.

De manière générale, la fermeture de fissure est attribuée à la rugosité de la surface de rupture. Certains auteurs ont établi des relations reliant le niveau de fermeture à une grandeur caractéristique de la rugosité. D'autres ont normalisé la rugosité par le CTOD, ce qui permet de décorréler le mécanisme de fermeture par rugosité des autres mécanismes.

La fermeture par plasticité a été brièvement évoquée au travers du calcul de la taille de zone plastique en pointe de fissure. Il apparaît que la fermeture de fissure est principalement due, aux faibles ΔK, à la rugosité et aux forts ΔK, à la plasticité.

La fermeture par transformation de phases peut survenir suite à la déformation plastique de l'austénite qui provoque la transformation de celle-ci en martensite. Ce mécanisme de fermeture de fissure intervient plutôt aux faibles ΔK, c'est-à-dire aux amplitudes de chargement pour lesquelles l'austénite est la plus active plastiquement.

3.9. CONCLUSIONS

Dans la littérature, l'influence du vieillissement, du plan de propagation de fissure, du rapport de charge et de la température d'essai sur les vitesses et les mécanismes de propagation de fissure ont été étudiés. Les mécanismes de rupture, le chemin de fissuration et les mécanismes de fermeture ont également été abordés plus en détail. Ces thématiques étant celles de ce travail de recherche, que nous apporte donc la bibliographie par rapport à la présente étude ?

- D'un acier à l'autre, on constate que les valeurs de vitesses de propagation varient ainsi que les conclusions sur les effets des paramètres expérimentaux. Il y a donc **autant de comportements en propagation de fissure par fatigue que d'aciers auténo-ferritiques**.

- Etant donné les faibles teneurs en ferrite de nos matériaux (environ 30%), il ne faut **pas s'attendre à un fort effet de vieillissement** sur les vitesses de propagation, que ce soit à 20 ou 320°C.

- L'influence de la structure de solidification sur la propagation de fissure n'a été étudiée que sur des matériaux laminés ne présentant pas de relation d'orientation entre ferrite et austénite. Or **les auteurs ne s'accordent pas sur l'existence ou non d'une influence de la structure de solidification** à la fois sur les vitesses et sur le chemin de propagation de fissure. Qu'en est-il dans les matériaux moulés où la structure de solidification est encore plus complexe ?
Lorsque les auteurs constatent une influence, ils supposent qu'elle est due à la texture cristallographique, à la fermeture de fissure ou au nombre d'interfaces rencontrées par la fissure. **Une étude cristallographique approfondie du chemin de fissuration sera donc nécessaire** sur les matériaux moulés. En effet, dans ces matériaux les orientations cristallographiques de chaque phase et entre les phases jouent un grand rôle.

- L'augmentation du rapport de charge R provoque un décalage des courbe $da/dN = f(\Delta K)$ vers la gauche. Cependant, **la sensibilité du décalage au vieillissement ne semble pas évidente**. De même, **les origines du décalage varient d'un auteur à l'autre**. **Nous étudierons donc l'effet du rapport R** sur les vitesses et les mécanismes de propagation de fissure dans les matériaux vieilli et non vieilli.

- Il semblerait que **la vitesse de propagation de fissure augmente avec la température d'essai.**

- Avec le vieillissement du matériau, le mécanisme de rupture de la ferrite passe de ductile à fragile (clivage) alors que celui de l'austénite ne varie pas. En revanche, lorsque la température d'essai augmente, les auteurs constatent toujours du clivage de la ferrite alors que du cisaillement avait été observé en traction. Nous vérifierons donc **quel mécanisme de rupture est déclenché sur nos matériaux à 320°C.**

Marrow et King ont établi, sur matériau laminé contenant 40% de ferrite un mécanisme de rupture. La ferrite vieillie rompt par clivage à l'avant de la pointe de fissure ce qui provoque la

formation d'une **zone semi-cohésive** maintenue localement par des ligaments d'austénite. **Nous vérifierons si ce même mécanisme peut s'appliquer à un matériau moulé de structure plus complexe** qu'un matériau laminé.

De plus Marrow et King expliquent **l'augmentation de la vitesse de propagation de fissure avec le vieillissement du matériau par l'augmentation de la proportion de ferrite clivée**. Ceci est possible pour un matériau laminé bien orienté pour cliver. **Qu'en est-il pour un matériau moulé pour lequel les grains ferritiques ne sont pas toujours bien orientés par rapport à la direction de sollicitation pour cliver ?**

- L'influence du vieillissement sur le niveau de fermeture n'est pas clairement établie. De plus, la fermeture a été étudiée de manière simpliste en ne considérant que la rugosité de la surface de rupture. La plasticité n'a pratiquement pas été étudiée. Or il serait étonnant que dans un matériau aussi ductile qu'un acier austéno-ferritique, la fermeture de fissure par plasticité n'ait pas d'influence. Une étude minutieuse sur la fermeture de fissure par transformation de phase (austénite $\rightarrow$ martensite) met l'accent sur ce phénomène auquel nous devrons prêter attention. Par conséquent, **un important travail semble nécessaire sur l'étude de la fermeture de fissure dans les aciers austéno-ferritiques** : influence du vieillissement, de la température d'essai et détermination des mécanismes.

Partie C :

MATERIAUX DE L'ETUDE

Dans cette partie les matériaux sont présentés selon trois angles : leur composition chimique et inclusionnaire, leurs propriétés mécaniques caractéristiques (microdureté, caractéristiques de traction et résilience) et, beaucoup plus original, leur structure de solidification. Jusqu'à présent, les relations structure – propriétés mécaniques ont peu été étudiées. C'est pourquoi nous avons jugé utile de nous y attacher. Dans le chapitre « Structure des matériaux », la microstructure est étudiée en détail au niveau cristallographique grâce à la Diffraction des Electrons Rétrodiffusés. La séquence de solidification est également étudiée par Trempe en Solidification Dirigée.

Chapitre 4 : Composition chimique et analyse inclusionnaire…...……107

Chapitre 5 : Structure des matériaux……...……..……...……117

Chapitre 6 : Propriétés mécaniques des matériaux……...…….…….153

Conclusions……..…..…171

Pour cette étude, deux coudes à 50° ont été mis à notre disposition : le coude n°1 (coulée repérée 1.12 Y 8687) fourni par Framatome et le coude EK (coulée repérée Z 0670 F) fourni par EDF. Ce sont des matériaux de la classe CF8M ou Z3 CND 19 10 M (coude n°1) et Z3 CND 20 09 M (coude EK).
Ces coudes, élaborés par Manoir Industries, ont été obtenus par **moulage statique au sable**. Il est important que les matériaux proviennent du même fondeur. En effet, des variations de résilience peuvent été observées en fonction de l'entreprise de fonderie qui a élaboré le matériau même si les compositions chimiques ainsi que les durées et températures de vieillissement sont identiques [Verdière, 1999].

Les coudes n°1 et EK sont à l'échelle 1:1, c'est-à-dire de mêmes dimensions que ceux qui sont en service dans les centrales nucléaires. La Figure B - 1 en donne une représentation schématique. Les dimensions de ces pièces de fonderie sont imposantes : environ 1 m de diamètre extérieur et 10 à 15 cm d'épaisseur.

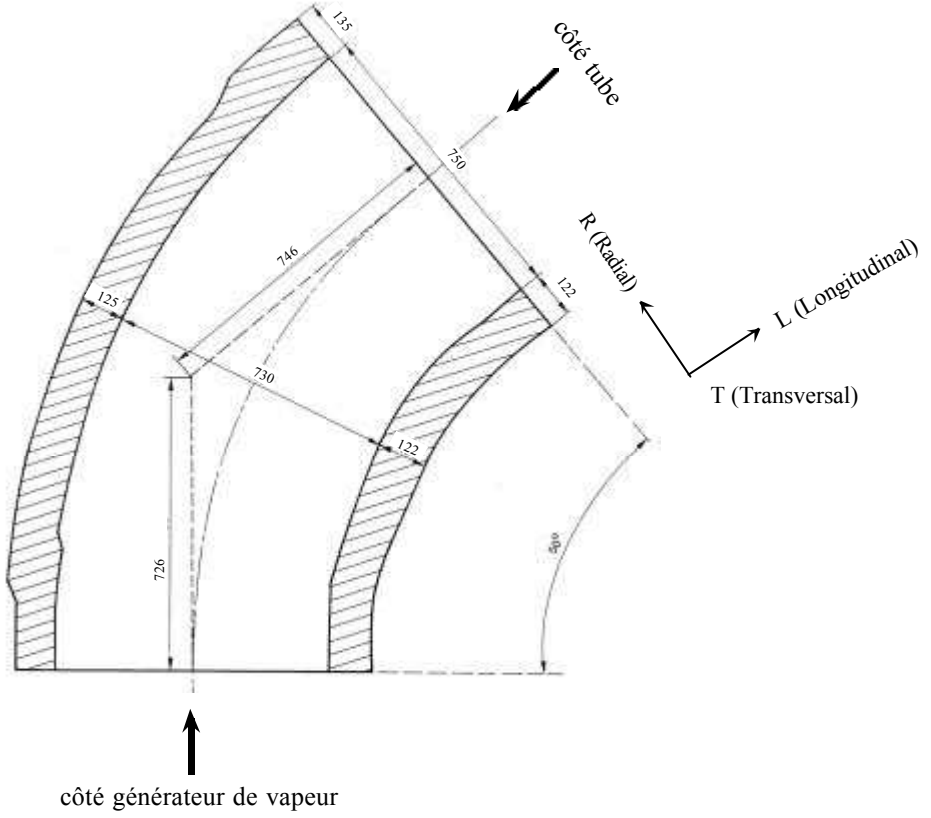


Figure B - 1 : Schéma et convention de repérage des coudes à 50° (coude EK).

Après moulage, les coudes ont subi un traitement thermique d'homogénéisation (Tableau B - 1) afin de stabiliser les proportions de ferrite et d'austénite spécifiées et de dissoudre les phases fragilisantes formées au cours de la solidification. Les oxydes et irrégularités de surface sont ensuite éliminés par un meulage léger.

	température (°C)	temps de maintien (h)	trempe	remarques
coude n°1	1 100 - 1 150 1 100	5 5	eau eau	enfournement à température < 900°C enfournement à température < 500°C
coude EK	1 100	8 h 20 min	eau	enfournement à 380°C montée en température pendant 25 h

Tableau B - 1 : Traitements thermiques d'homogénéisation réalisés sur les coudes n°1 et EK.

Nous avons à notre disposition **trois tronçons de coudes** :

- **Coude n°1** :
  - tronçon provenant du côté générateur de vapeur du coude et **vieilli 2 400 h à 400°C**
- **Coude EK** :
  - tronçon provenant d'une zone sous masselotte et étant à **l'état initial**, c'est-à-dire non vieilli.
  - tronçon provenant d'une zone sous refroidisseur (coupon T7-S7) et **vieilli 10 000 h à 400°C.**

Les vieillissements de ces matériaux ont été réalisés dans des fours. Aucun matériau n'a séjourné dans le circuit primaire d'une centrale nucléaire. **Le vieillissement est donc uniquement thermique** .

Un morceau des tronçons de chaque matériau vieilli a subi un traitement thermique de défragilisation. Ce traitement thermique consiste à porter le matériau à 1 100°C pendant 3 heures afin de remettre en solution les phases fragilisantes puis à le tremper à l'eau. **Le matériau obtenu est dit « défragilisé» et est censé s'approcher du matériau à l'état initial.**

La composition chimique et la teneur en ferrite assez élevée de ces pièces de fonderie (≈30% de ferrite) les placent parmi les plus sensibles au vieillissement. C'est pourquoi de nombreuses études ont déjà été réalisées sur le coude EK : études en traction ([Devillers-Guerville, 1998] et [Bugat, 2000]) et en fatigue ([Le Roux, 1999]), entre autres. Le coude n°1 a en revanche été beaucoup moins étudié.

Les matériaux à notre disposition sont récapitulés dans le Tableau B - 2.

	Etat
coude n°1	défragilisé
	vieilli 2 400 h à 400°C
coude EK	état initial
	défragilisé
	vieilli 10 000 h à 400°C

Tableau B - 2 : Récapitulatif des matériaux à notre disposition et de leur niveau de vieillissement.

4. COMPOSITION CHIMIQUE ET ANALYSE INCLUSIONNAIRE

4.1. COMPOSITION CHIMIQUE……108

4.1.1. Analyse chimique

4.1.2. Teneurs en ferrite

a) Méthodes de détermination de la teneur en ferrite

b) Teneurs en ferrite de nos matériaux

4.2. ANALYSE INCLUSIONNAIRE……115

4.1. COMPOSITION CHIMIQUE

4.1.1. Analyse chimique

Les compositions chimiques globales des produits finis sont présentées dans le Tableau 4 - 1.

	C	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	S	P	N
coude n°1	0.033	21.68	9.61	2.64	0.82	0.94	0.0005	0.023	0.057
coude EK	0.032	21.25	9.7	2.51	0.89	1.07	0.004	0.019	0.051

	Co	Nb	Al	V	Cu	Ti	Sn	B	PREN
coude n°1	0.036	0.05	0.008	0.03	0.099	0.006	0.008	0.0005	31.31
coude EK	0.05	0.1	-	-	0.16	0.01	-	-	30.35

Tableau 4 - 1 : Composition chimique (% massique) des coudes n°1 et EK (données EDF et Framatome). PREN = Cr + 3.3 Mo + 16N (Pitting Resistance Equivalent Number).

Les deux matériaux de l'étude ont des compositions chimiques très proches. Ce sont des aciers bas carbone contenant du nickel, du chrome et du molybdène, éléments chimiques qui assurent la résistance à la corrosion. La **teneur en azote est suffisamment faible** pour qu'à l'état initial, la phase austénitique soit de ductilité équivalente à celle de la phase ferritique.

L'étude de la répartition des éléments d'alliage entre les deux phases a été réalisée à l'aide d'une microsonde de Castaing de type Cameca SX 50 sur des échantillons de matière prélevés dans les matériaux à l'état vieilli. Cependant, étant donné que la taille de la poire d'interaction de la microsonde est de l'ordre du µm et que le pas du réseau α' est de 5 à 10 nm, le vieillissement n'a pas d'influence sur la mesure de la composition chimique. Le pas de mesure à la microsonde est de 2 µm.
Les teneurs locales en principaux éléments de chaque phase sont récapitulées dans le Tableau 4 - 2. On constate que les deux phases n'ont pas la même composition. En effet, les éléments d'alliage peuvent se classer en deux catégories : les éléments alphagènes (Cr, Mo, Si, Nb, Ti, Al, W, V, Ta) qui sont préférentiellement localisés dans la ferrite et les éléments gammagènes (Ni, C, N, Mn, Co, Cu) qui, eux, sont préférentiellement situés dans l'austénite. Des pointés réalisés sur plusieurs lattes montrent d'ailleurs bien les gradients inversés en chrome et en nickel respectivement entre ferrite et austénite. D'autre part, un léger minimum en chrome et un maximum en nickel au centre des lattes de ferrite sont observés. Selon Brooks et Thompson [1991], ces variations sont caractéristiques d'une solidification primaire en ferrite suivie d'une transformation à l'état solide de la ferrite en austénite. Du fait de la diffusion, la ferrite qui régresse au profit de l'austénite s'enrichit en chrome et s'appauvrit en nickel au niveau de l'interface entre les deux phases. Ce type de solidification sera à confirmer par l'étude expérimentale des étapes de solidification au moyen de la Trempe en Solidification Dirigée qui sera présentée au Chapitre 5.

		Cr	Ni	Mo	Si	Mn	Cu
phase ferritique	**coude n°1**	25.8	6.7	3.6	1.1	0.9	0.1
	coude EK	25.6	6.5	3.6	1.2	0.8	0.1
phase austénitique	**coude n°1**	20.7	10.6	2.3	1.0	1.0	0.1
	coude EK	20.3	10.8	2.2	1.1	1.0	0.2

Tableau 4 - 2 : Composition chimique pondérale moyenne dans chaque phase pour les principaux éléments d'alliage.

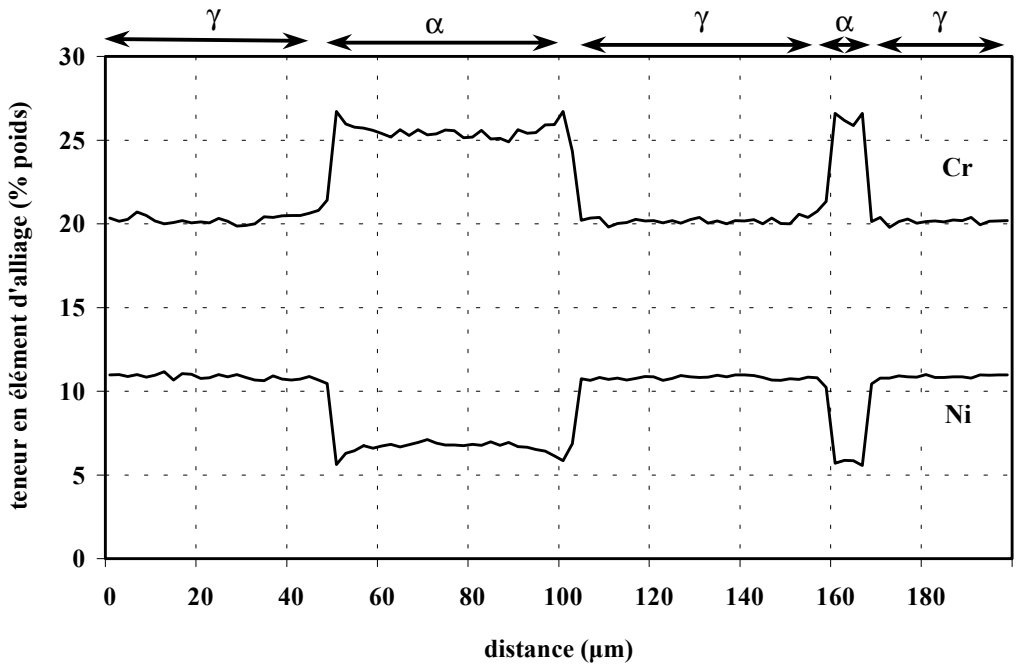


Figure 4 - 1 : Profils des concentrations pondérales en chrome et nickel sur plusieurs lattes de ferrite et d'austénite du coude EK.

4.1.2. Teneurs en ferrite

La structure hétérogène du matériau (zones plus ou moins riches en ferrite) rend la détermination de la teneur en ferrite délicate.

a) méthodes de détermination de la teneur en ferrite

La teneur en ferrite peut être estimée de différentes manières : soit par mesures volumique ou surfacique, soit par calcul.

La ***mesure volumique*** consiste bien souvent à déterminer la **perméabilité magnétique relative** du matériau puis à convertir celle-ci en fraction volumique à l'aide d'un appareil appelé Ferritescope ou sigmamètre. Cependant, selon Léger et al. [1982], la mesure par Ferritescope dépend de la morphologie de la ferrite. En effet, le volume d'interaction de cet appareil est inférieur au cm^3. Le cm^3 permet d'englober 2 à 3 grains ferritiques uniquement, la taille de ce dernier étant inférieure au cm^2, comme nous le verrons par la suite. Ces auteurs ont donc mis au point une mesure par dilatométrie : la proportion de ferrite est obtenue par la loi des mélanges après avoir déterminé les coefficients de dilatation du biphasé, de l'austénite et de la ferrite.

La ***mesure surfacique*** se fait par **métallographie quantitative** sur des sections polies et attaquées, la taille des champs étant de l'ordre du cm^2, le cm^2 étant supérieur à la taille du grain ferritique.

Ces deux méthodes de mesure donnent accès à des informations différentes et possèdent chacune leurs limites. En effet, **un grand nombre de mesures est nécessaire en raison de l'hétérogénéité de structure du matériau**. C'est pourquoi, des formules de calcul de la teneur en ferrite à partir de la composition chimique ont été établies pour tenter de simplifier la tâche.

Les ***méthodes de calcul*** visent **à prédire la proportion en ferrite du matériau à partir de sa composition chimique** et plus particulièrement à partir de la compétition entre éléments alphagènes et gammagènes. Ces méthodes reposent sur l'estimation de valeurs de chrome et de nickel équivalents corrélées, pour un type de matériau (moulé, soudé ou corroyé), à une proportion de ferrite mesurée expérimentalement soit en surface, soit en volume. Le chrome équivalent est calculé à partir des teneurs en éléments alphagènes (w%), ces teneurs étant pondérées par le pouvoir plus ou moins alphagène de chaque élément. Il en va de même pour le nickel équivalent qui est déterminé à partir des éléments gammagènes. **Il existe donc pratiquement autant de formules de Cr_{eq} et Ni_{eq} ainsi que de calcul de proportion de ferrite que de types de matériaux et de techniques de mesure**. De plus, bien souvent, les formules d'équivalence sont déterminées à partir d'un nombre limité d'expériences et ne tiennent pas compte du fait que la composition du matériau, la température de remise en solution ainsi que la vitesse de refroidissement peuvent les modifier. Ces formules permettent néanmoins d'avoir rapidement une estimation de la teneur en ferrite du produit fini à partir de la composition chimique du matériau. C'est pourquoi elles sont fréquemment utilisées par les ingénieurs.

Les premières formules de détermination de la teneur en ferrite ont été établies par Schaeffler [1949] sur des soudures (Figure 4 - 2). C'est Schoefer [1976] qui a ensuite établi une formule de

prévision pour les matériaux moulés, donc subissant des vitesses de refroidissement beaucoup plus lentes :

$$Cr_{eq} = Cr + Mo + 1.5\ Si + Nb - 4.99$$
$$Ni_{eq} = Ni + 30\ C + 0.5\ Mn + 26\ (N - 0.02) + 2.77 \qquad \textbf{(4.1)}$$
$$\%\ \alpha = 39.55\ (Cr_{eq}/Ni_{eq})^3 - 104.5\ (Cr_{eq}/Ni_{eq})^2 + 136.51\ (Cr_{eq}/Ni_{eq}) - 67.09$$

Ces formules sont applicables pour les matériaux ayant les compositions pondérales (%) suivantes : $16 < Cr < 26$, $6 < Ni < 14$, $0 < Mo < 4$, $0 < Co < 1$, $C < 0.2$, $N = 0.15$, $Mn \leq 2$ et $Si \leq 2$. Cependant, dans cet article, l'auteur n'explique pas comment il a établi la formule.

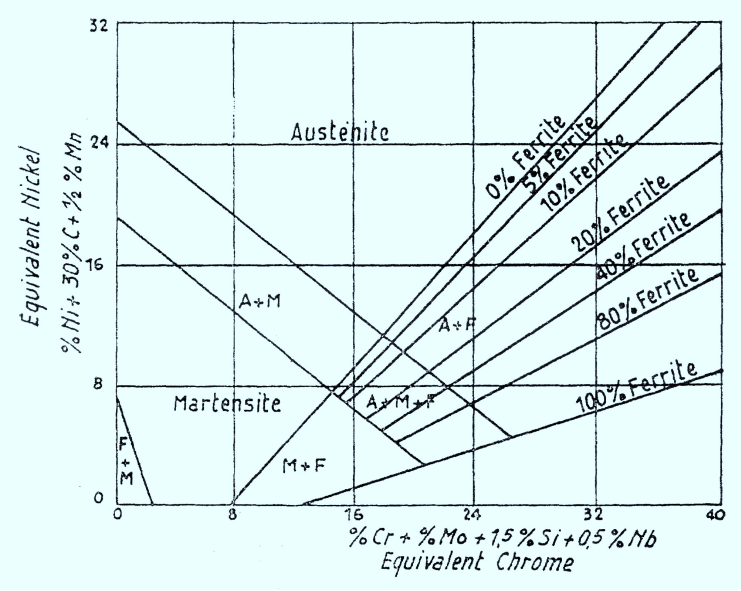


Figure 4 - 2 : Diagramme de Schaeffler établi pour des soudures. Ce diagramme permet de déterminer la proportion de ferrite à partir des teneurs en chrome équivalent et en nickel équivalent [Schaeffler, 1949].

La formule établie par Schoefer a ensuite été reprise et modifiée par Aubrey et al. [1982]. Ces derniers auteurs ont vérifié la validité de leurs formules par des mesures surfaciques des proportions de ferrite. Leur étude a été réalisée sur des aciers contenant 19% de chrome et 9% de Ni donc sur des matériaux de compositions chimiques proches de celles des matériaux de cette étude. Ils proposent plusieurs formules de prévision.

$$Cr_{eq} = Cr + 1.4\ Mo + 1.5\ Si - 4.99$$
$$Ni_{eq} = Ni + 30\ C + 0.5\ Mn + 26(N - 0.02) + 2.77 \qquad \textbf{(4.2)}$$
$$\%\ \alpha = 55.84\ (Cr_{eq}/Ni_{eq})^2 - 87.87\ (Cr_{eq}/Ni_{eq}) + 35.39$$

et

$$Cr_{eq} = Cr + Mo + 1.5\ Si - 4.99$$
$$Ni_{eq} = Ni + 30\ C + 0.5\ Mn + 26\ (N - 0.02) + 2.77 \qquad \textbf{(4.3)}$$
$$\%\ \alpha = 66\ (Cr_{eq}/Ni_{eq})^2 - 106.13\ (Cr_{eq}/Ni_{eq}) + 44.30$$

Aubrey et al. se sont également inspirés des formules de prévision établies par Hull [1973] pour des matériaux soudés et les ont adaptées aux matériaux moulés :

$$\theta = -(Ni + 0.11\ Mn - 0.0086\ Mn^2 + 18.4\ N + 24.5\ C + 4.7 - 0.94\ Cr - 1.14\ Mo - 0.45\ Si)$$
$$\%\ \alpha = 0.599\ \theta^2 + 1.715 \qquad \textbf{(4.4)}$$

Une formule de prévision utilisant les résultats de Hull et Schoefer a ensuite été établie :

$$Cr_{eq} = Cr + 1.21\ Mo + 0.48\ Si - 4.99$$
$$Ni_{eq} = Ni + 24.5\ C + 0.11\ Mn + 0.0086\ Mn^2 + 18.4\ N + 2.77 \qquad \textbf{(4.5)}$$
$$\%\ \alpha = 100.3\ (Cr_{eq}/Ni_{eq})^2 - 170.72\ (Cr_{eq}/Ni_{eq}) + 74.22$$

Les quatre formules de prévision donnent chacune des teneurs en ferrite différentes. Pour un rapport Cr_{eq}/Ni_{eq} de 1.5, la proportion de ferrite varie de 25% pour la formule (4.4) à 45% pour la formule (4.5). Aubrey et al. ont déterminé les coefficients de corrélation entre les proportions de ferrite calculées et mesurées expérimentalement. Ces coefficients indiquent que ce sont les formules (4.5) et (4.2) qui donnent une meilleure représentation de la réalité avec des coefficients de corrélation de 0.954 et 0.953.

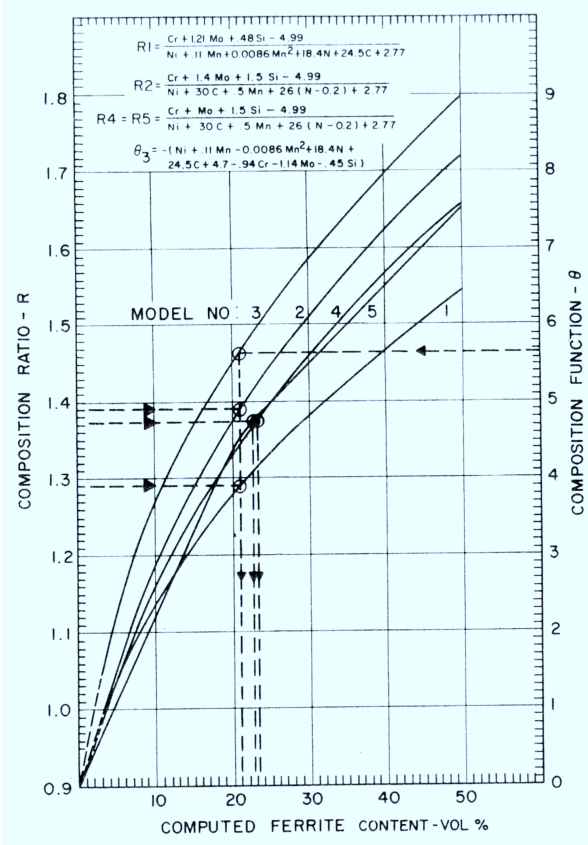


Figure 4 - 3 : Représentation graphique des teneurs en ferrite en fonction du ratio Cr_{eq}/ Ni_{eq} d'après les formules établies par Aubrey et al. [1982]. 1=formule (4.5), 2=(4.2), 3=(4.4), 4 et 5=(4.3).

Champredonde et Paris [1985], dans le cadre de la recherche à Electricité De France, ont également établi une formule de prévision de la teneur en ferrite :

$$Cr_{eq} = Cr + Mo + 0.65\ Si - 17.6$$
$$Ni_{eq} = Ni + 20\ C + 0.08\ Mn + 8.3\ N - 5.18 \qquad \textbf{(4.6)}$$
$$\%\ \alpha = 21.8\ (Cr_{eq}/Ni_{eq})^2 - 5.96\ (Cr_{eq}/Ni_{eq}) + 3.39$$

Cette formule a été reprise par Bonnet et al. [1990] qui ont tenu compte de la température du traitement d'homogénéisation dans la détermination de la proportion de ferrite. La teneur en ferrite est en effet fortement dépendante de cette température.

$$Cr_{eq} = Cr + Mo + 0.65\ Si - 17.6$$
$$Ni_{eq} = Ni + 20\ C + 0.08\ Mn + 8.3\ N - 5.18 \qquad \textbf{(4.7)}$$
$$\%\ \alpha = (21.8\ (Cr_{eq}/Ni_{eq})^2 - 5.96\ (Cr_{eq}/Ni_{eq}) + 3.39) / (400 / (1500 - T))$$

T étant la température d'homogénéisation exprimée en °C (1050°C < T < 1250°C)

Bonnet et al. ont vérifié la validité de leur formule par des mesures réalisées au sigmamètre.

Pour les formules d'Electricité De France (formules 4.6 et 4.7), les expressions du chrome équivalent et du nickel équivalent ne servent que pour le calcul de la proportion de ferrite. Elles ne permettent pas de rendre compte des teneurs en éléments alphagènes ou gammagènes.

Six formules ont donc été retenues à titre provisoire. Ces formules sont adaptées pour des matériaux moulés ayant des compositions proches de celles des matériaux de cette étude. Parmi ces formules, celle de Schoefer n'a pas été validée par des mesures expérimentales. En revanche, les relations établies par Aubrey et al. ont été corrélées à des teneurs en ferrite mesurées en surface et celles établies par EDF, par des mesures volumiques. **Il faut donc s'attendre à obtenir six estimations différentes de teneurs en ferrite. La comparaison avec nos propres mesures expérimentales permettra de déterminer les formules les mieux adaptées pour nos matériaux**.

b) Teneurs en ferrite de nos matériaux

Pour les deux tronçons des coudes EK et n°1, EDF a indiqué les teneurs en ferrite à la fois à partir de calculs par les formules de Schaeffler et EDF (4.7) et à partir de mesures au sigmamètre. Les mesures sont en bon accord avec la formule de prévision d'EDF. Ceci semble logique puisque cette relation a été établie par Bonnet et al. [1990] à partir de ce type de mesures. Il est cependant surprenant de constater que la formule de Schaeffler soit toujours utilisée car celle-ci, établie pour des matériaux soudés, n'est pas représentative des matériaux moulés.

Nous avons également évalué sur des sections polies les proportions surfaciques de ferrite. Pour cela quatre cartographies de 400 x 600 µm ont été réalisées pour le coude n°1 et pour le coude EK à un grandissement de 1 000. La proportion de ferrite a été mesurée par la méthode de la pesée après découpage des zones correspondant à cette phase.

Les teneurs en ferrite ont finalement été calculées à partir des différentes formules de la littérature.

L'ensemble de ces données est résumé dans le Tableau 4 - 3.

	% α coude n°1	**% α coude EK**
Formule de Schaeffler	35	31
Formule EDF (4.6)	32.6	28
Formule de Schoefer (4.1)	28.2	26.8
Formule de Schoefer modifiée (4.2)	27.5	25.8
Formule de Schoefer modifiée (4.3)	25.8	25.3
Formule de Hull (4.4)	35.9	31.9
Formule de Hull et Schoefer (4.5)	34	30.3
Mesures sigmamètre	32.6	28
Mesures surfaciques	31.1	32.8

Tableau 4 - 3 : Comparaison des teneurs en ferrite calculées et mesurées.

Chaque mesure ou formule de calcul donne une teneur en ferrite différente. Les teneurs en ferrite retenues seront donc, pour les proportions volumiques, celles calculées par la formule EDF et confirmées par des mesures au sigmamètre (soit 28% pour le coude EK et 32.6% pour le coude n°1) et, pour les proportions surfaciques, celles mesurées sur sections polies (soit 32.8% pour le coude EK et 31.1% pour le coude n°1).

On notera que les formules de prévision de la teneur en ferrite établies pour les matériaux soudés ([Schaeffler, 1949] et [Hull, 1973]) ont tendance à surestimer la proportion de ferrite, alors que les formules établies pour des matériaux moulés ([Schoefer, 1976]) auraient tendance à sous-estimer cette même proportion.

Conclusions :

- ***Les matériaux de notre étude sont de la classe CF8M. Leurs éléments d'alliage peuvent être répartis en éléments alphagènes, préférentiellement localisés dans la ferrite, et en éléments gammagènes, localisés dans l'austénite.***
- ***La détermination de la teneur en ferrite peut se faire de manière expérimentale par mesures volumiques ou surfaciques. Cependant, l'hétérogénéité de la structure du matériau implique des variations locales de teneur en ferrite et nécessite la multiplication des mesures. Des formules de prévision de la proportion de ferrite à partir des teneurs en éléments alphagènes et gammagènes ont donc été établies. Ces formules, toutes différentes, prévoient des proportions de ferrite avec une dispersion proche de celle des mesures expérimentales. Aucune formule ne semble d'ailleurs plus fiable que les autres, d'autant plus qu'elles sont établies à partir de mesures expérimentales dispersées. La détermination de la teneur globale en ferrite est donc délicate. Les proportions retenues seront de 28% et de 32.6% en volume ainsi que de 32.8% et 31.1% en surface respectivement pour les coudes EK et n°1.***

4.2. ANALYSE INCLUSIONNAIRE

Des précipités ont été observés sur des sections polies et non attaquées de matériaux vieillis, les attaques chimiques ayant tendance à dissoudre les inclusions. Ces dernières se situent aussi bien dans la ferrite que dans l'austénite. Une analyse à la microsonde de Castaing a permis de les identifier comme étant des **sulfures de manganèse** (MnS) et de l'**alumine** (Al_2O_3) (Figure 4 - 4). Les MnS, plus fréquents dans le coude EK que dans le coude n°1, étant donnée la teneur en soufre supérieure, sont de forme ronde et de couleur grise. Ils ont une taille d'environ 10 µm, ce qui n'est pas très grand en raison de la teneur faible en soufre du matériau. Les Al_2O_3 ont, quant à eux, une taille d'environ 5 µm, sont de forme irrégulière et de couleur noire.

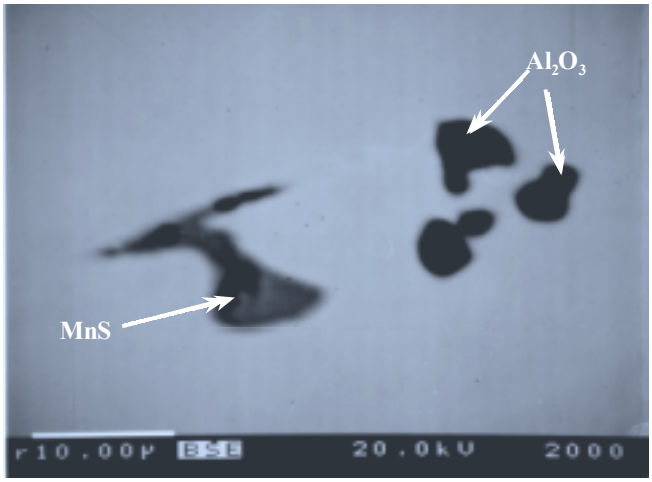


Figure 4 - 4 : Photographie en microscopie électronique à balayage (électrons secondaires) d'inclusions de MnS et de Al_2O_3.

Les inclusions peuvent jouer un rôle dans la rupture sous sollicitation monotone des aciers austéno-ferritiques. En effet, sur les surfaces de rupture d'éprouvettes de traction, il est fréquent d'observer la formation de cupules autour de précipités (Figure 4 - 5). Dans le matériau vieilli, ce phénomène est cependant négligeable vis-à-vis de l'endommagement par fissures de clivage formées dans la ferrite. En revanche, en ce qui concerne la propagation par fatigue de fissures longues, aucun précipité n'a été observé sur les surfaces de rupture. **Il semblerait donc que les inclusions n'aient pas d'influence sur la propagation de fissure par fatigue.**

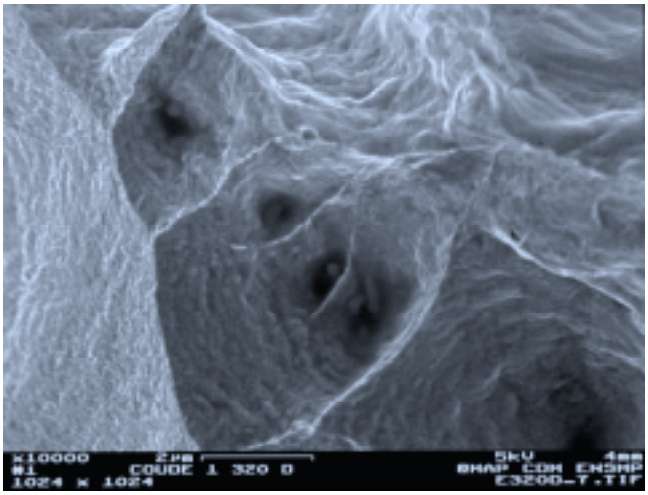


Figure 4 - 5 : Présence d'inclusions au fond de cupules formées dans l'austénite. Observation en microscopie électronique à balayage sur un faciès de rupture d'éprouvette de traction.

Conclusions :

Les deux matériaux de l'étude contiennent des inclusions d'alumine (Al_2O_3) et de sulfure de manganèse (MnS). Ces particules, qui n'ont jamais été observées sur les surfaces de rupture d'éprouvettes CT, ne semblent pas jouer de rôle dans la propagation de fissure par fatigue.

5. STRUCTURE DES MATERIAUX

5.1. MACROSTRUCTURE DES MATERIAUX……...…….119

5.2. MICROSTRUCTURE DES MATERIAUX……..121

5.2.1. Observation en microscopie optique

5.2.2. Analyse par EBSD

a) Morphologie des grains

b) Etude cristallographique des grains

5.3. ETAPES DE SOLIDIFICATION……129

5.3.1. Etapes de solidification déterminées à partir des diagrammes de phases

5.3.2. Etude expérimentale des étapes de solidification

a) Analyse Thermique Différentielle

b) Trempe en Solidification dirigée

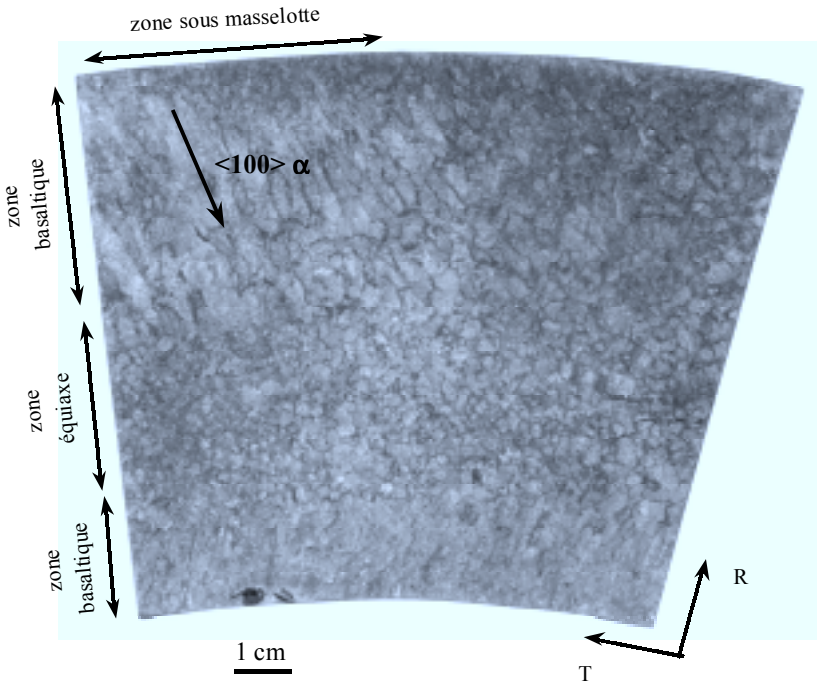


Figure 5 - 1 : Macrostructure de solidification du tronçon de coude EK à l'état initial.

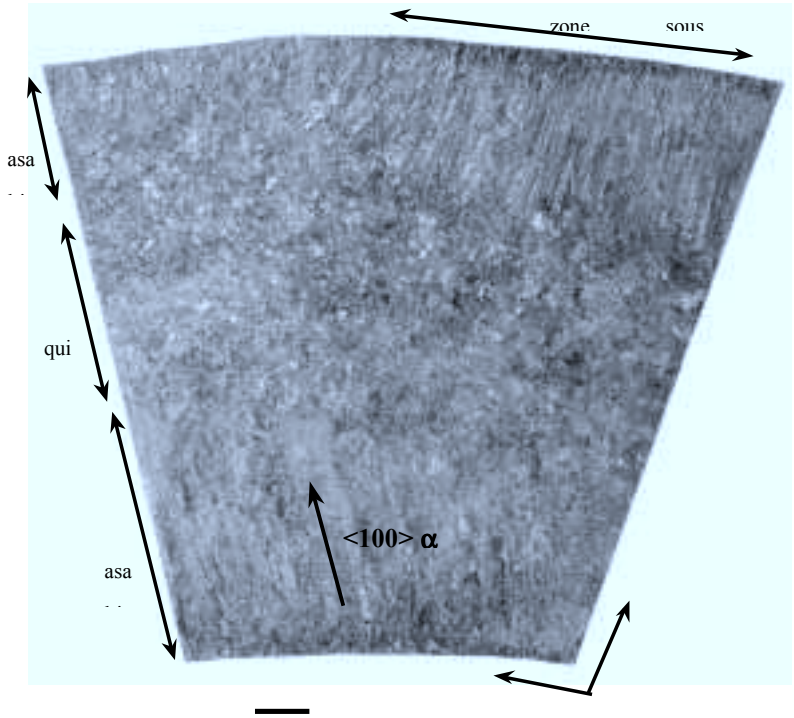


Figure 5 - 2 : Macrostructure de solidification du tronçon de coude EK vieilli (coupon T7-S7).

La macrostructure et la microstructure du matériau ont un rôle important à la fois sur le comportement et sur les mécanismes de fissuration comme nous le verrons aux Chapitres 8 et 9. C'est pourquoi nous les avons étudiées en détail.

5.1. MACROSTRUCTURE DES MATERIAUX

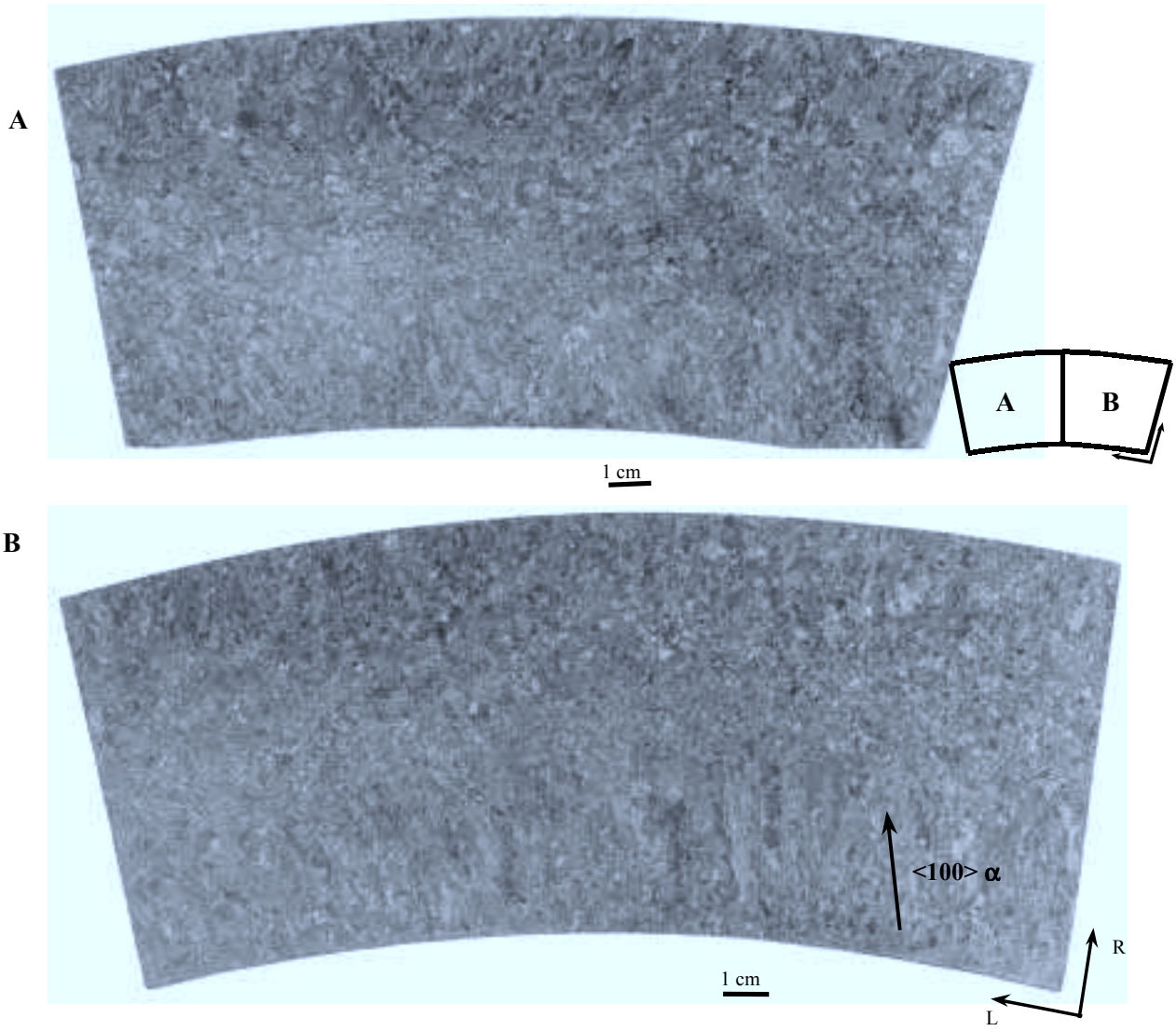


Figure 5 - 3 : Macrostructure de solidification du tronçon de coude n°1 vieilli.

Une attaque aux acides sulfurique et chlorhydrique mélangés à de l'eau distillée permet de mettre en évidence, par dissolution d'une phase, la **macrostructure du matériau, c'est-à-dire la structure des grains ferritiques** (Figure 5 - 1, Figure 5 - 2 et Figure 5 - 3). Cette **structure est grossière** en raison du mode d'élaboration par moulage statique.

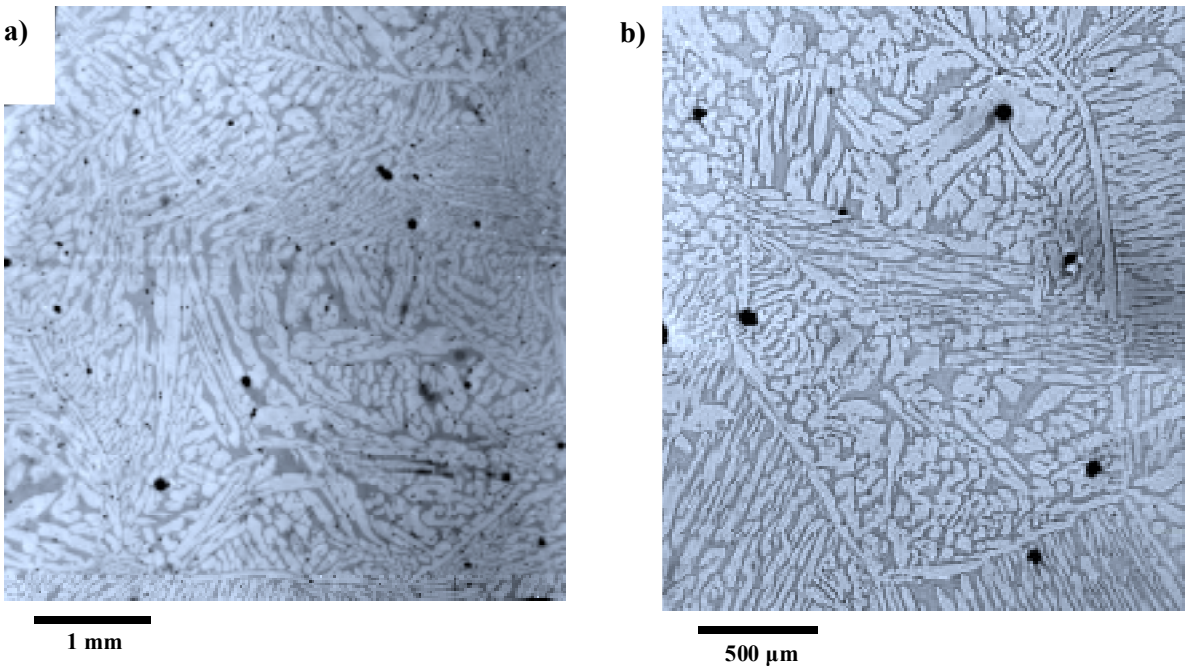


Figure 5 - 4 : Microstructures du coude n°1 (a) et du coude EK (b). Microscopie optique sur échantillons polis et attaqués au réactif de Murakami. La phase ferritique est sombre et la phase austénitique est claire. Les points noirs correspondent aux emplacements d'inclusions diparues au cours du polissage et de l'attaque chimique.

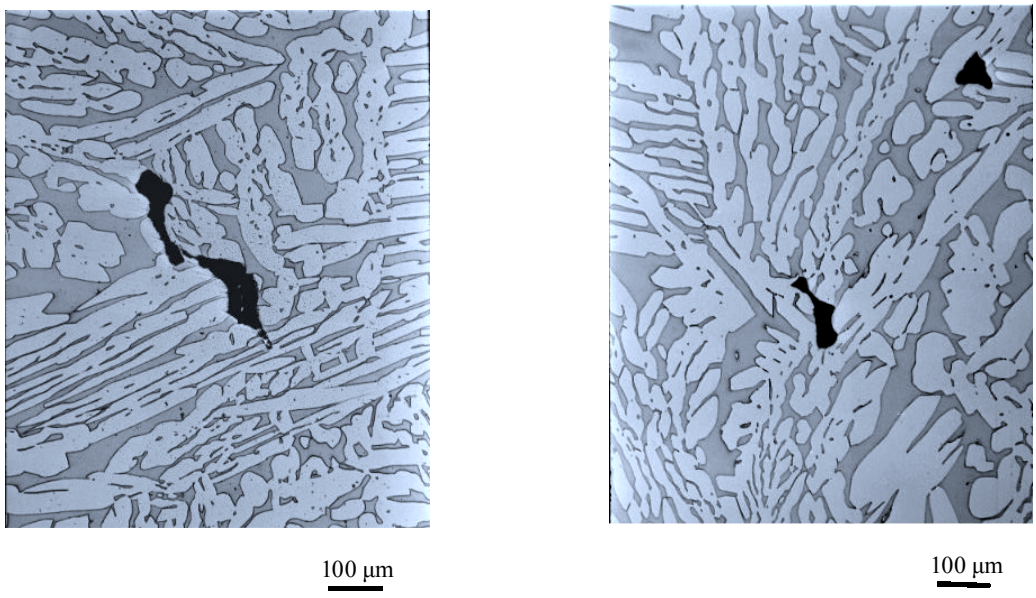


Figure 5 - 5 : Retassures observées en microscopie optique sur sections polies et attaquées du coude n°1.

En peau des tronçons de coude apparaissent de fins grains équiaxes qui correspondent aux premiers germes de la phase solide. Puis ces germes croissent parallèlement au gradient de température, ce qui provoque la formation d'une **zone basaltique**. Les grains basaltiques sont d'autant plus fins et allongés que le gradient de température est intense. C'est pourquoi, en zone sous refroidisseur, les basaltes sont beaucoup plus élancés (2 mm d'épaisseur et 40 mm de longueur) que le long de la surface du coude où leur taille est d'environ 5 mm d'épaisseur par 20 à 50 mm de longueur. Au delà d'un certain niveau de croissance des basaltes, des branches dendritiques se détachent de ceux-ci et croissent indépendamment. En raison de l'extraction radiale de la chaleur et des courants de convection, les nouveaux grains se développent de manière identique dans toutes les directions. Ainsi des **grains équiaxes** sont observés au cœur du tronçon de coude. Le grand nombre de germes explique leur taille réduite (de l'ordre du demi centimètre) par rapport aux grains basaltiques.

Alors que **les grains équiaxes sont orientés de manière aléatoire, les grains basaltiques croissent selon la direction <100> α** comme cela sera montré par la suite.

5.2. MICROSTRUCTURE DES MATERIAUX

5.2.1. Observations en microscopie optique

Les aciers étudiés présentent une **microstructure dite « d'austénite de Widmanstätten »** comme le montre la Figure 5 - 4. Les lattes d'austénite de tailles et de formes variées ont une épaisseur d'environ 40 à 80 µm dans le coude n°1 et 50 à 160 µm dans le coude EK. Les lattes de ferrite, quant à elles, possèdent une épaisseur beaucoup plus variable d'environ 15 à 60 µm dans le coude n°1 et 15 à 80 µm dans le coude EK. L'organisation de ces lattes en grains ferritiques et surtout en grains austénitiques sera traitée au paragraphe 5.2.2.

Dans le coude n°1, de nombreuses retassures ont été observées (Figure 5 - 5). D'une taille de 100 à 300 µm, leur distribution dans l'épaisseur du coude est homogène. Ces retassures sont beaucoup moins fréquentes dans le coude EK. Contrairement aux essais de traction et de durée de vie en fatigue pour lesquels les retassures sont des sites privilégiés d'amorçage de fissure [Le Roux, 2000], **en propagation de fissure par fatigue, les défauts de fonderie ne semblent pas jouer de rôle particulier**.

5.2.2. Analyse par EBSD

La structure des aciers austéno-ferritiques (morphologie et taille des grains) a été étudiée par EBSD (Electron Back Scatter Diffraction ou diffraction des électrons rétrodiffusés) sur des échantillons des coudes n°1 et EK vieillis. L'EBSD est une technique d'analyse de surface utilisable en Microscopie Electronique à Balayage qui permet d'accéder à l'orientation cristallographique de la matière. Les détails sur cette technique sont donnés en Annexe 1.

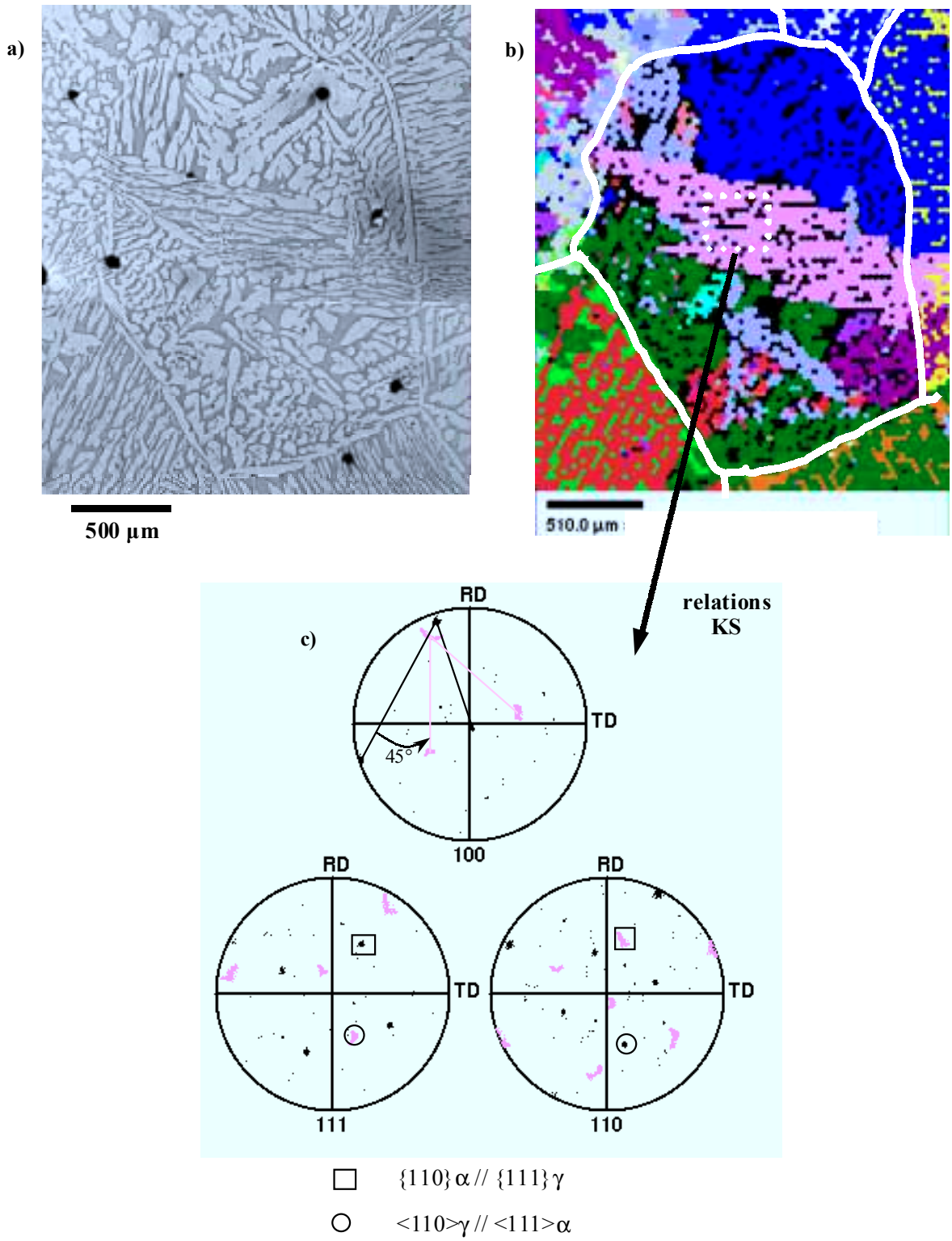


Figure 5 - 6 : Structure des grains équiaxes : a) micrographie optique (ferrite en sombre, austénite en clair), b) cartographie EBSD correspondante (chaque couleur correspond à une orientation cristallographique, les traits blancs continus correspondent aux limites des grains ferritiques), c) figures de pôles {100}, {111} et {110} correspondant à la zone en pointillé de la cartographie.

Dix cartographies ont été réalisées sur le coude n°1 et quatre, sur le coude EK. Ces cartographies nécessitent l'utilisation d'un pas de mesure assez fin (20 à 35 µm) étant donnée la taille des lattes. Les zones balayées sont de l'ordre du cm^2. Ce sont donc de grosses cartographies (en tous cas pour le système dont nous disposons), ce qui explique que, généralement, elles ne représentent qu'un seul grain ferritique de forme équiaxe. Il est à noter que, toujours **pour des soucis de durée d'acquisition, les grains cartographiés font partie des plus petits grains ferritiques. La taille de grain mesurée sera donc un minorant de la taille réelle.**

a) Morphologie des grains

Les grains équiaxes n'étant pas de forme sphérique, la taille de grain est calculée comme la moyenne entre la plus grande et la plus petite dimension du grain.

La Figure 5 - 6 montre un exemple de correspondance entre la microstructure observée par microscopie optique et la cartographie EBSD.
Les grains ferritiques apparaissent convexes et souvent bordés de liserés austénitiques. Leur taille moyenne est de 1.8 mm (dispersion 17%) pour le coude n°1 et de 3 mm (dispersion 22%) pour le coude EK. Les grains ferritiques sont donc plus gros dans le coude EK que dans le coude n°1. Les histogrammes représentant les tailles par grain ferritique sont présentés Figure 5 - 7. **Les grains austénitiques, quant à eux, ont une structure plus complexe**. Ils ne sont **pas convexes** et il n'existe **pas de relation systématique entre morphologie ou orientation d'une latte d'austénite et appartenance à un grain**. Leur taille a néanmoins été estimée comme étant de **l'ordre du millimètre**. Il n'est pas rare d'observer un grain austénitique « à cheval » sur deux grains ferritiques distincts.

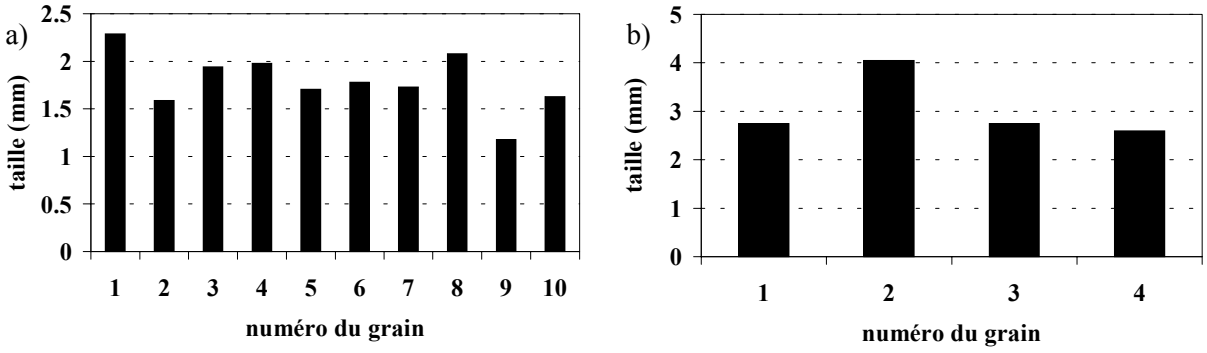


Figure 5 - 7 : Histogramme de distribution des tailles de grains ferritiques en fonction du numéro du grain pour le coude n°1 (a) et pour le coude EK (b).

b) Etude cristallographique des grains

Les **deux phases sont bipercolées** ce qui signifie, en termes imagés, que la ferrite est assimilée à une éponge dont les cavités sont remplies d'austénite et réciproquement. De plus, il existe des

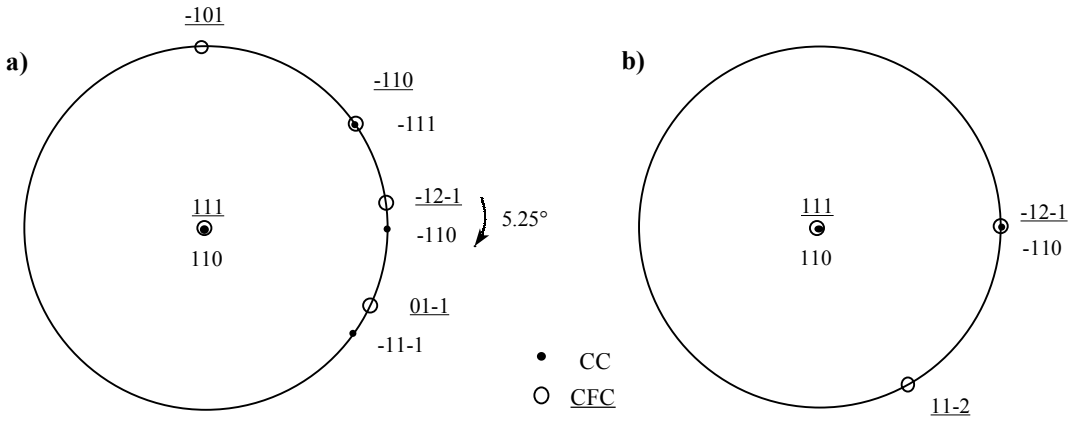


Figure 5 - 8 : Représentation schématique des relations de Kurdjumov-Sachs (a) et de Nishiyama-Wassermann (b).

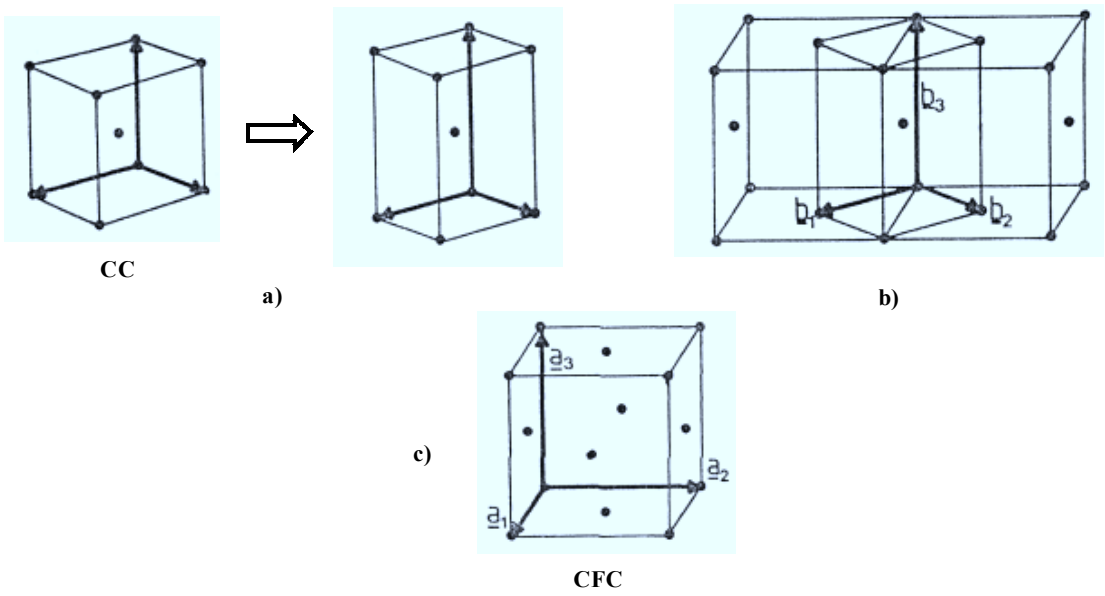


Figure 5 - 9 : Illustration de la déformation de Bain : maille CC conventionnelle (a), transformation de la maille CC en maille CFC (b), maille CFC conventionnelle (c). D'après Bain [Bain, 1924].

relations cristallographiques spécifiques entre ferrite et austénite, caractéristiques (en principe) d'un changement de phase à l'état solide.

Deux expressions classiques de ces relations cristallographiques ont été établies par Kurdjumov-Sachs et par Nishiyama-Wassermann [Dahmen, 1982]. Elles correspondent à des minima d'énergie de germination d'une phase par rapport à l'autre. En voici les descriptions illustrées sur la Figure 5 - 8.

- **Relation de Kurdjumov-Sachs** [1930] (KS) :
  - Un plan dense austénitique parallèle à un plan dense ferritique : $\{111\}\gamma$ // $\{110\}\alpha$
  - Dans ces plans denses, une direction dense austénitique parallèle à une direction dense ferritique : $<110>\gamma$ // $<111>\alpha$
  - Ces relations présentent 24 variants :
    - 4 possibilités de plans $\{111\}\gamma$: (111), (-111), (1-11), (11-1)
    - 3 possibilités de directions $<110>\gamma$ dans le plan $\{111\}\gamma$ choisi : [-110], [-101], [0-11]
    - 2 possibilités de directions $<111>\alpha$ dans $\{110\}\alpha$: [-1-11], [-11-1]
- **Relation de Nishiyama-Wassermann** [Nishiyama ,1934] et [Wassermann, 1933] (NW) :
  - Un plan dense austénitique parallèle à un plan dense ferritique : $\{111\}\gamma$ // $\{110\}\alpha$
  - Dans ces plans denses, une direction <211> austénitique parallèle à une direction ferritique : $<211>\gamma$ // $<110>\alpha$.
  - Ces relations présentent 12 variants :
    - 4 possibilités de plans $\{111\}\gamma$: (111), (-111), (1-11), (11-1)
    - 3 possibilités de directions $<211>\gamma$ dans le plan $\{111\}\gamma$ choisi : [2-1-1], [-211], [-1-12]
    - 1 possibilité de direction $<110>\alpha$ dans le plan $\{110\}\alpha$: [-110]

- **Le passage des relations KS aux relations NW se fait par une rotation de 5.25° autour de la normale commune** à $\{111\}\gamma$ et à $\{011\}\alpha$.

Les relations cristallographiques entre la ferrite et l'austénite ne sont jamais exactement de type KS ou NW mais s'en approchent. En général, elles sont à moins de 6 ou 7° d'un variant KS ou NW. L'EBSD a permis de vérifier que les relations sont plutôt du type KS pour les aciers austéno-ferritiques (Figure 5 - 6.c) :

- Sur la figure de pôles {100}, ces relations sont proches d'une rotation de 45° autour d'un axe <100> commun à γ et à α, appelée « correspondance de Bain » [Bain, 1924] (Figure 5 - 9). Bain avait établi cette correspondance pour une transformation de l'austénite en ferrite, mais le schéma inversé reste valable pour une transformation de la ferrite en austénite.
- Sur les figures de pôles {111} et {110}, une direction $<111>\gamma$ correspond à une direction $<110>\alpha$ (ce qui correspond aux plans denses parallèles) et une direction $<011>\gamma$ correspond à une direction $<111>\alpha$ (ce qui correspond aux directions denses parallèles).

Deux systèmes denses de chacune des deux phases sont donc en correspondance, ce qui facilite le passage de la déformation par glissement d'une phase à l'autre. Ce passage n'est cependant favorisé que si le système de glissement commun est actif.

Au sein d'un grain austénitique, il existe des désorientations qui provoquent l'apparition, sur les projections stéréographiques, d'un cercle (dispersion allant jusqu'à 26.59°) autour des pôles <100> de la ferrite (dispersion de l'ordre de 5°). Ces dispersions au sein d'un même grain austénitique sont attribuées aux 24 variants possibles des relations KS. Il faut cependant noter que la désorientation maximale créée par les variants KS a été estimée à 21° par le calcul (19.5° pour les 12 variants NW). Les désorientations mesurées expérimentalement leur sont donc supérieures, ce qui indique que le matériau que nous avons étudié a subi une légère déformation supplémentaire. **Le fait que certains pôles {100} de l'austénite tournent autour des pôles {100} de la ferrite laisse supposer que l'austénite s'est formée à partir de la ferrite par transformation à l'état solide**. La formation de la ferrite à partir de l'austénite aurait, au contraire, provoqué l'apparition de cercles de ferrite autour des pôles {100} de l'austénite.

Les grains austénitiques « à cheval » sur deux grains ferritiques distincts respectent les relations KS avec les deux grains ferritiques même si ces derniers sont désorientés de 50° autour d'une direction [13-6] comme pour le grain austénitique bleu de la Figure 5 - 6.

Les liserés austénitiques bordant les grains ferritiques sont, quant à eux, en relations cristallographiques éloignées de 12 à 16° des variants KS (au lieu de 6 à 7° pour des relations cristallographiques « classiques » entre ferrite et austénite) par rapport aux deux grains ferritiques. Une certaine distorsion est donc tolérée au niveau des liserés austénitiques.

Conclusions :

- ***Du point de vue macroscopique, les coudes moulés statiques présentent une structure grossière avec des grains basaltiques en surface et des grains équiaxes à cœur. Les grains basaltiques croissent selon la direction <100>α alors que les grains équiaxes sont orientés de manière aléatoire.***
- ***Du point de vue microscopique, les lattes de ferrite et d'austénite (épaisseur 30 à 160 µm) s'organisent en grains ferritiques convexes de la taille de 2 à 3 mm et en grains austénitiques de la taille du millimètre mais de forme beaucoup plus complexe. Alors qu'un grain ferritique possède une orientation cristallographique quasiment unique, le grain austénitique présente des dispersions allant jusqu'à 26°. Les deux phases sont bipercolées et obéissent à des relations cristallographiques particulières de type Kurdjumov-Sachs ({111}<110>γ // {110}<111>α). Ces relations cristallographiques peuvent permettre à la déformation de se transmettre d'une phase à l'autre. Un grain austénitique peut appartenir à deux grains ferritiques désorientés de 50° et être en relation KS avec tous les deux. Les liserés austénitiques qui définissent les contours des grains ferritiques respectent également les relation KS avec les deux grains ferritiques voisins. Ils tolèrent cependant une distorsion légèrement supérieure par rapport à ces relations.***

L'observation de désorientations au sein d'un grain austénitique et le fait que de nombreux grains austénitiques soient en relation KS avec deux grains ferritiques distincts nous a amenés **à nous interroger sur les étapes de solidification de ces matériaux biphasés**. Y a-t-il solidification primaire en ferrite suivie d'une transformation à l'état solide de la ferrite en austénite ou l'austénite ne serait-elle pas déjà partiellement présente en fin de solidification ?

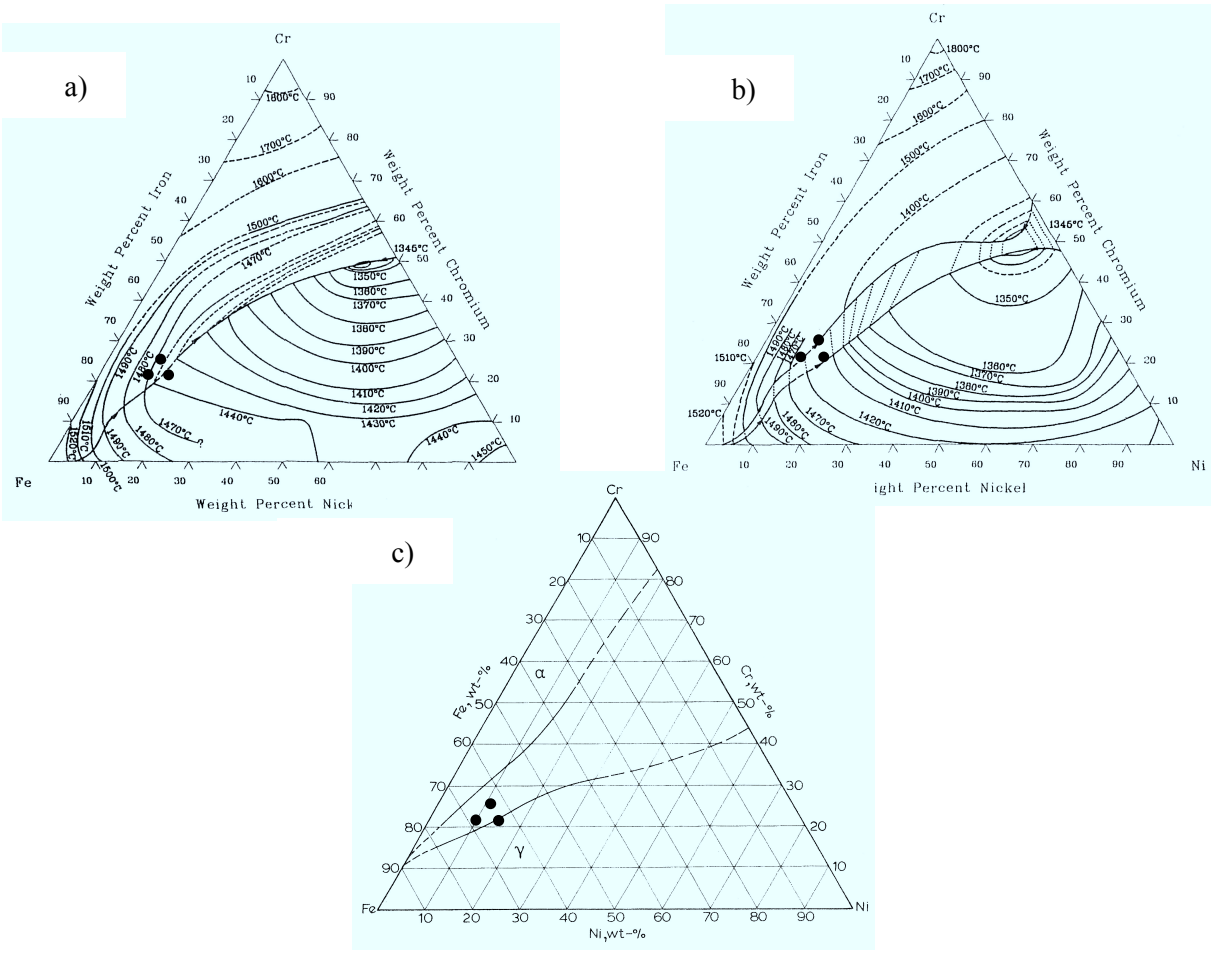


Figure 5 - 10 : Projections du liquidus (a) et du solidus (b) du diagramme Fe-Cr-Ni déterminé expérimentalement ainsi que coupe à 1 100°C (c) [Raynor et Rivlin, 1988]. Les points noirs correspondent aux Cr_{eq} et Ni_{eq} des coudes EK et n°1.

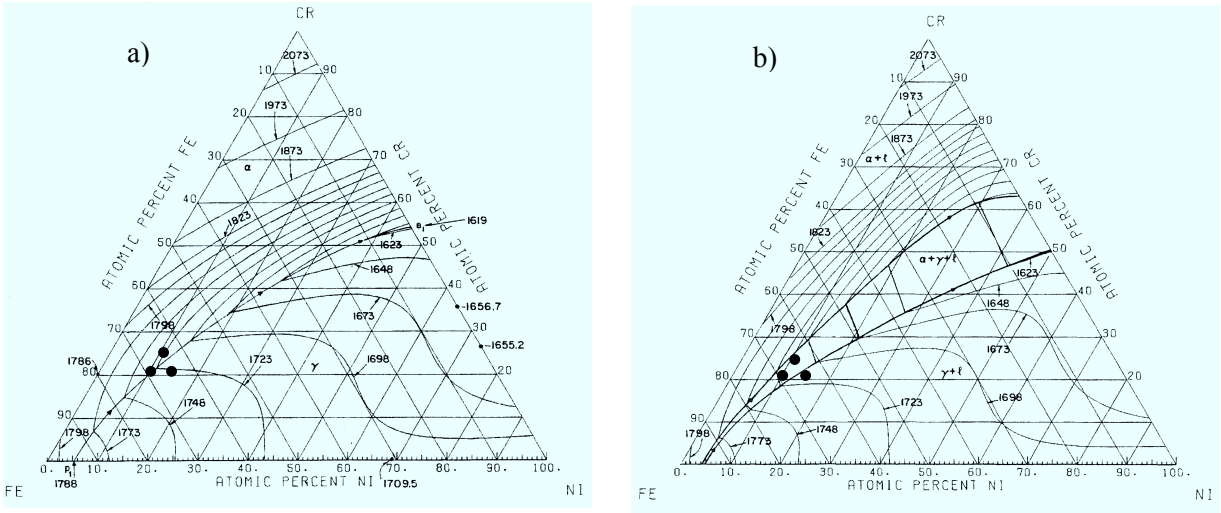


Figure 5 - 11 : Projections du liquidus (a) et du solidus (b) du diagramme Fe-Cr-Ni calculé à partir de données thermodynamiques [Chuang et Chang, 1987]. Les points noirs correspondent aux Cr_{eq} et Ni_{eq} des coudes EK et n°1.

5.3. ETAPES DE SOLIDIFICATION

Les étapes de solidification peuvent être suggérées à partir des diagrammes de phases Fe-Cr-Ni ou étudiées directement à partir d'expériences de Trempe en Solidification Dirigée (TSD). La TSD permet en effet de visualiser le déroulement de la solidification sur un barreau de matière porté à l'état liquide, refroidi lentement dans un gradient de température puis trempé.

5.3.1. Etapes de solidification déterminées à partir des diagrammes de phases

Sont présentés aux Figure 5 - 10 et Figure 5 - 11, des diagrammes de phases ternaires Fe-Cr-Ni déterminés respectivement expérimentalement [Raynor et Rivlin, 1988] et par calculs thermodynamiques [Chuang et Chang, 1987]. Les deux diagrammes sont sensiblement différents surtout en ce qui concerne les nappes de liquidus et de solidus dans le domaine austénitique. **Ces différences entre des diagrammes ternaires établis par plusieurs auteurs permettent d'entrevoir les difficultés à étudier la solidification d'un acier Fer-Nickel-Chrome**. Une coupe à 64% de fer (composition de nos aciers) a été établie par Piatti et Vedani [1989] (Figure 5 - 12). Là encore, il faut constater que le pseudo-binaire est approximatif. En effet, à 1 100°C (température de trempe des coudes EK et n°1) et pour une teneur en chrome de 20% (ce qui correspond à la moyenne des chromes équivalents calculés pour nos matériaux), le diagramme prévoit une structure complètement austénitique alors que nos matériaux sont biphasés. A priori cependant, connaissant les teneurs en nickel et en chrome de l'acier, le diagramme pseudo-binaire permet de se représenter les changements d'état subis par le matériau au cours de sa solidification, ainsi que de prévoir sa microstructure finale [Brooks et Thompson, 1991].

Trois types de solidification peuvent être distingués : la solidification primaire en austénite ($Cr < Cr_2$), la solidification primaire en ferrite ($Cr > Cr_2$) et la solidification biphasée par réaction eutectique ($Cr = Cr_2$).

- ***Solidification primaire en austénite***

  - Si la composition en chrome du matériau est inférieure à Cr_1, l'acier sera purement austénitique (Figure 5 - 13.a).

  - Lorsque la composition en chrome du matériau est comprise entre Cr_1 et Cr_2, la solidification primaire se fait en austénite. Puis, une partie de l'austénite primaire se transforme en ferrite dite péritectique dans la mesure où elle se forme par la relation péritectique : $L + \gamma \rightarrow \alpha$. La ferrite tapisse alors les parois des cellules d'austénite. A haute température (environ 1 400°C), la structure du matériau est biphasée avec une teneur en ferrite faible (Ferrite Number ≤ 4) comme on peut le voir sur la Figure 5 - 13.b.

- ***Solidification primaire en ferrite***

Pour des compositions en chrome supérieures à Cr_2, la solidification primaire du matériau se fait en ferrite. Au cours du refroidissement, une grande partie de celle-ci, instable, se transforme en austénite, donnant naissance à des microstructures très variées.

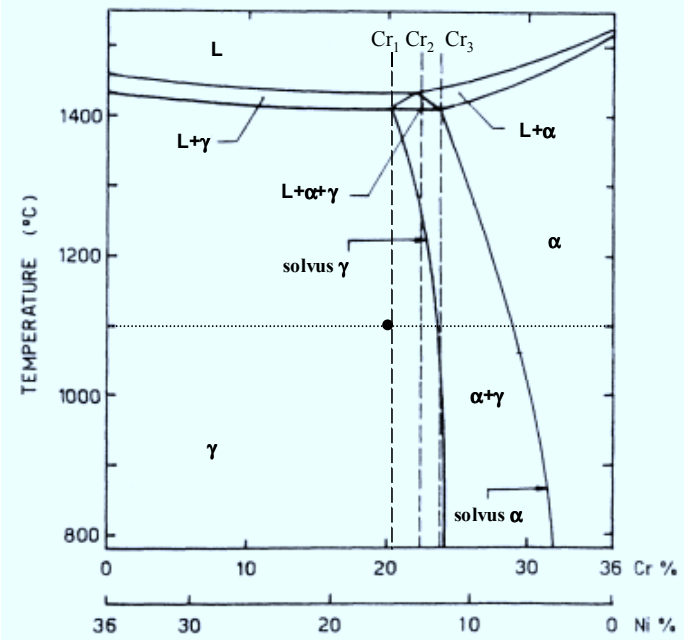


Figure 5 - 12 : Coupes à teneur en fer constante du diagramme Fe-Cr-Ni : coupe à 64% de fer [Piatti et Vedani, 1989]. Le point noir correspond aux matériaux de notre étude trempés à 1 100°C.

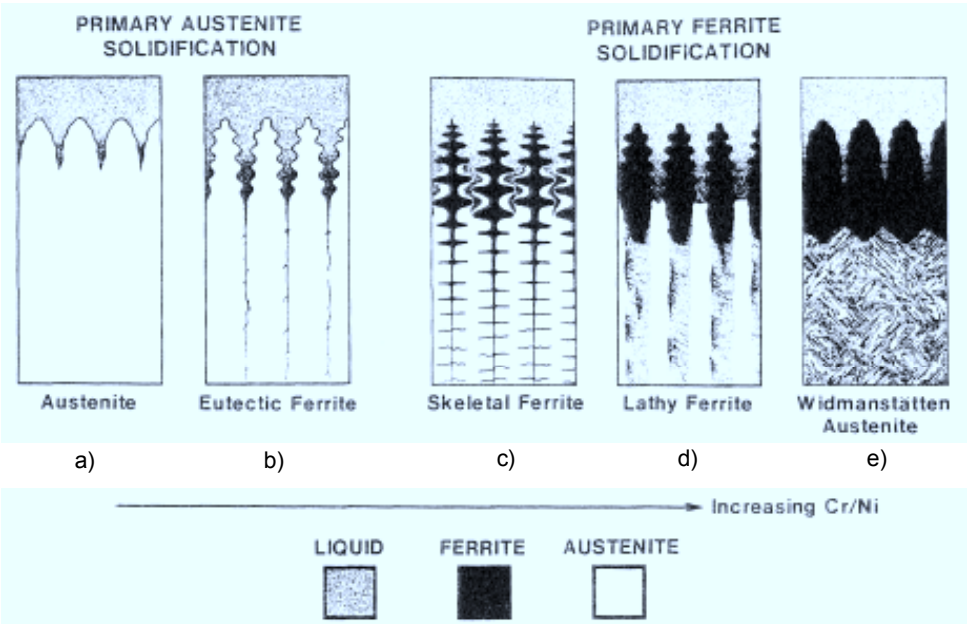


Figure 5 - 13 : Représentation schématique de la solidification et des transformations résultantes en fonction de la teneur en chrome pour des aciers au fer-chome-nickel [Brooks et Thompson, 1991].

- Un liquide de composition en chrome comprise entre Cr_2 et Cr_3 se solidifie d'abord en ferrite qui va se transformer partiellement en austénite péritectique. Puis, une fois tout le liquide solidifié, une bonne partie de la ferrite primaire se transforme, au cours du refroidissement, en austénite. La transformation a lieu à l'état solide et est contrôlée par la diffusion. La microstructure résultante est dite en « ferrite vermiculaire » ou en « ferrite squelettique » (Figure 5 - 13.c) car cette dernière n'est plus présente qu'au cœur des dendrites primaires. Sa proportion finale est d'ailleurs faible : FN de 2 à 15.

- Lorsque la composition en chrome est supérieure à Cr_3, la solidification se fait totalement en ferrite. Au passage du solvus ferritique, de l'austénite va se former à partir de la ferrite et va donner naissance à deux types de microstructures en fonction de la teneur en chrome. La température de transformation à l'état solide de la ferrite en austénite dépend fortement de la composition chimique du matériau.

Pour les teneurs en chrome les plus proches de Cr_3, il n'est pas démontré si l'austénite apparaît suite à une solidification secondaire ou si elle apparaît en phase solide suite à un processus de germination et croissance. En tous cas, les deux phases présentent des relations cristallographiques de type Kurdjumov-Sachs ou Nishiyama-Wassermann. La microstructure associée est dite « de ferrite en lattes » (Figure 5 - 13.d).

Pour des teneurs en chrome supérieures, il est clair que l'austénite apparaît en phase solide par germination et croissance à partir de la ferrite, donnant naissance à une microstructure de type Widmanstätten (Figure 5 - 13.e). Là encore, ferrite et austénite sont en relations de type KS ou NW.

Les coupes de diagrammes ternaires à teneur en fer constante sont cependant peu fiables et ont déjà été sources de confusion [Lippold et Savage, 1979]. Il est donc préférable de travailler sur les diagrammes ternaires. Connaissant la composition de l'acier, il est possible de déterminer les températures de liquidus et de solidus ainsi que le type de solidification primaire. Cependant, étant donné que nos matériaux ne contiennent pas que du fer, du chrome et du nickel, **il est nécessaire de raisonner en chrome et nickel équivalents avec l'inconvénient de la multiplicité des formules possibles** (§ 4.1.2). On peut voir directement sur les Figure 5 - 10 et Figure 5 - 11 que **l'étude de la solidification à partir des diagrammes ternaires n'est pas simple**. En effet, en fonction de la formule de chrome équivalent et de nickel équivalent choisie, la solidification primaire se fait soit en ferrite, soit en austénite + ferrite, avec ou sans réaction péritectique. Les Tableau 5 - 1, Tableau 5 - 2, Tableau 5 - 3 et Tableau 5 - 4 récapitulent les données concernant les coudes n°1 et EK.

D'après Raynor et al, pour les coudes EK et n°1, l'intervalle de solidification du matériau est compris entre 1 470°C et 1 420°C lorsque ce sont la composition en chrome et en nickel du matériau ou les chrome et nickel équivalents calculés par Schaeffler qui sont utilisés. Pour les autres valeurs de chrome et de nickel équivalents, l'intervalle de solidification est compris entre 1 435 / 1 440°C et 1 415°C.
D'après Ying-Yu, l'intervalle de solidification correspond à l'intervalle de température 1 450°C à 1 445 / 1 435°C quels que soient le matériau ou les valeurs de chrome et nickel équivalents.

	Cr_{eq}	Ni_{eq}	Liquidus (°C)	Solidus (°C)	Solidification primaire
Composition du matériau	21.68	9.61	1475	1420	α + limite tr. péritectique α+γ
Formule de Schaeffler	25.76	11.01	1470	1415	α + limite tr. péritectique α+γ
Formule de Schoefer (4.1)	20.74	14.75	1437	1414	γ + tr. péritectique α+γ
Formule de Schoefer modifiée (4.2)	21.80	14.75	1437	1414	γ + limite tr. péritectique α+γ
Formule de Schoefer modifiée (4.3)	20.79	14.75	1437	1414	γ + limite tr. péritectique α+γ
Formule de Hull et Schoefer (4.5)	20.34	14.33	1438	1415	γ + limite tr. péritectique α+γ

Tableau 5 - 1 : Détermination des températures de solidus et de liquidus ainsi que des étapes de solidification à partir du diagramme ternaire de Raynor et Rivlin [1988] en connaissant les teneurs en chrome et nickel et en chrome et nickel équivalents. Calculs pour le coude n°1.

	Cr_{eq}	Ni_{eq}	Liquidus (°C)	Solidus (°C)	Solidification primaire
Composition du matériau	21.68	9.61	1452	1445	eutectique α+γ
Formule de Schaeffler	25.76	11.01	1450	1435	α + tr. péritectique α+γ
Formule de Schoefer (4.1)	20.74	14.75	1452	1447	γ
Formule de Schoefer modifiée (4.2)	21.80	14.75	1450	1437	γ + limite tr. péritectique α+γ
Formule de Schoefer modifiée (4.3)	20.79	14.75	1452	1444	γ
Formule de Hull et Schoefer (4.5)	20.34	14.33	1452	1447	γ

Tableau 5 - 2 : Détermination des températures de solidus et de liquidus ainsi que des étapes de solidification à partir du diagramme ternaire de Chuang et Chang [1987] en connaissant les teneurs en chrome et nickel et en chrome et nickel équivalents. Calculs pour le coude n°1.

	Cr_{eq}	Ni_{eq}	Liquidus (°C)	Solidus (°C)	Solidification primaire
Composition du matériau	21.25	9.70	1473	1420	α + limite tr. péritectique α+γ
Formule de Schaeffler	25.42	11.11	1470	1415	α + limite tr. péritectique α+γ
Formule de Schoefer (4.1)	20.38	14.69	1442	1415	γ + limite tr. péritectique α+γ
Formule de Schoefer modifiée (4.2)	21.38	14.69	1445	1413	γ + tr. péritectique α+γ
Formule de Schoefer modifiée (4.3)	20.48	14.60	1442	1415	γ + limite tr. péritectique α+γ
Formule de Hull et Schoefer (4.5)	19.81	14.29	1440	1412	γ + limite tr. péritectique α+γ

Tableau 5 - 3 : Détermination des températures de solidus et de liquidus ainsi que des étapes de solidification à partir du diagramme ternaire de Raynor et Rivlin [1988] en connaissant les teneurs en chrome et nickel et en chrome et nickel équivalents. Calculs pour le coude EK.

	Cr_{eq}	Ni_{eq}	Liquidus (°C)	Solidus (°C)	Solidification primaire
Composition du matériau	21.25	9.70	1452	1442	eutectique α+γ
Formule de Schaeffler	25.42	11.11	1450	1435	α + tr. péritectique α+γ
Formule de Schoefer (4.1)	20.48	14.6	1452	1447	γ
Formule de Schoefer modifiée (4.2)	21.38	14.69	1450	1438	γ + limite tr. péritectique α+γ
Formule de Schoefer modifiée (4.3)	20.48	14.60	1452	1447	γ
Formule de Hull et Schoefer (4.5)	19.81	14.29	1452	1447	γ

Tableau 5 - 4 : Détermination des températures de solidus et de liquidus ainsi que des étapes de solidification à partir du diagramme ternaire de Chuang et Chang [1987] en connaissant les teneurs en chrome et nickel et en chrome et nickel équivalents. Calculs pour le coude EK.

L'intervalle de température de solidification est donc plus ou moins large en fonction du diagramme de phases et des formules d'équivalence choisies. Il reste cependant très faible : le matériau est complètement solidifié en moins de 50°C. Malgré les fluctuations, les résultats sont cohérents dans la mesure où la température de liquidus varie de 1 450°C à 1 470°C et la température de solidus est comprise entre 1 415°C et 1 445°C.

Il n'en est pas de même en ce qui concerne la détermination de la phase primaire de solidification. Comme mentionné précédemment, selon le diagramme et la formule de calcul de Cr_{eq} et de Ni_{eq}, la solidification peut se faire en ferrite ou austénite, avec ou sans réaction péritectique. Le diagramme calculé par Chuang et Chang aurait tendance à favoriser le domaine austénitique. En effet, dans ce diagramme, aucune solidification primaire en ferrite n'a été prédite pour la composition de nos matériaux.

Les diagrammes de phases de la littérature permettent donc d'obtenir un ordre de grandeur des températures de liquidus et de solidus. Ils ne permettent cependant pas de déterminer de manière précise la phase primaire de solidification et les étapes de solidification dans la mesure où la composition de nos aciers est telle qu'ils se situent près du triangle de solidification en austénite + ferrite.

Des calculs thermodynamiques par Thermo-Calc® ont été réalisés à l'équilibre avec les compositions de nos aciers (Figure 5 - 14) [Bo Sundman, 2000]. Ils indiquent que la température du liquidus est de 1 415°C et la température du solidus, de 1 355°C. La solidification primaire se fait en ferrite et est suivie par la formation d'austénite (à partir de 1 387°C) par transformation péritectique. Les températures déterminées par le calcul sont bien inférieures à celles déterminées à partir des diagrammes de phases ternaires.

A 1 100°C (température de trempe de nos aciers), d'après le diagramme de la Figure 5 - 14, la proportion de ferrite est de 10% et la proportion d'austénite de 90%. Or les proportions en ferrite et en austénite de nos matériaux sont respectivement 30 et 70%. Il faut cependant noter que **les calculs Thermo-Calc® sont effectués à l'équilibre alors que la vitesse de refroidissement des coudes a été estimée à 0.3°C/min** d'après Massoud et al. [1998]. **D'où peut-être les variations observées**.

Conclusions :

L'utilisation des diagrammes de phases pour prédire les étapes de solidification est délicate et ce, pour plusieurs raisons :

- ***Les diagrammes Fe-Ni-Cr diffèrent d'un auteur à l'autre.***
- ***Nos alliages ne contiennent pas que du fer, du nickel et du chrome. Il est alors nécessaire d'utiliser les formules de chrome et de nickel équivalents qui sont multiples.***
- ***De par leur composition, les matériaux de l'étude se situent près du triangle péritectique. Or selon la formule de Cr_{eq} et de Ni_{eq} choisie, la solidification peut se faire en ferrite, en austénite ou en ferrite + austénite, avec ou sans réaction péritectique.***
- ***Les diagrammes de phases sont de plus établis à l'équilibre alors que les coudes moulés sont refroidis à la vitesse de 0.3°C/min. Les différences de vitesses de solidification peuvent faire varier le type de solidification et les températures de liquidus et de solidus.***

Etant données les difficultés à prédire les étapes de solidification, tous ces résultats vont être analysés à la lumière d'expériences d'Analyse Thermique Différentielle et de Trempe en Solidification Dirigée.

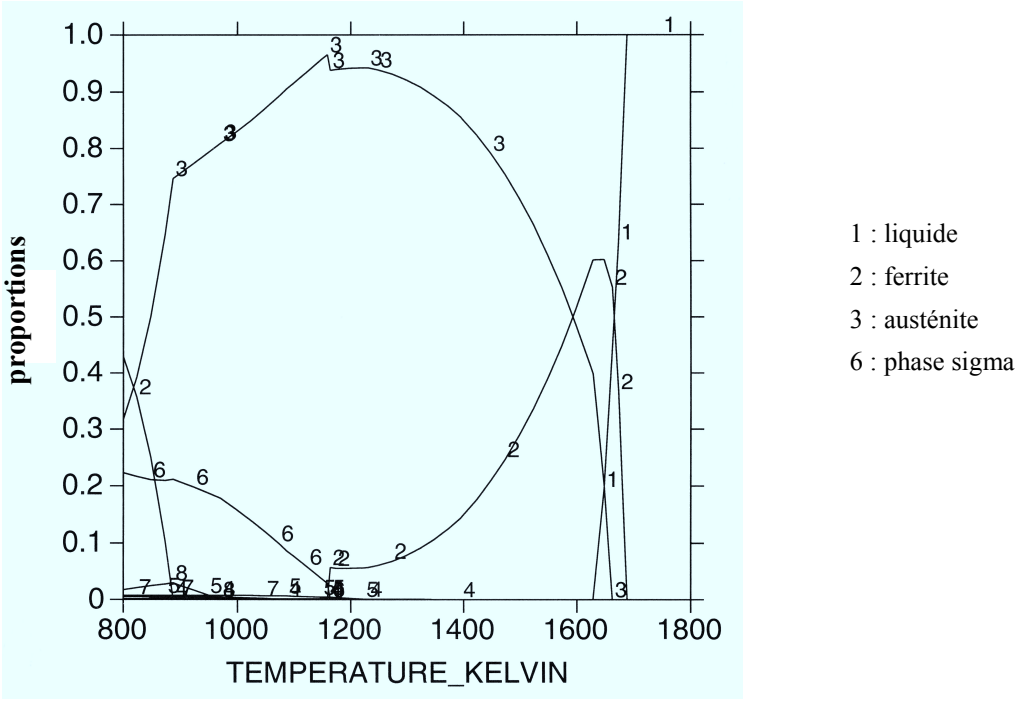


Figure 5 - 14 :Calculs Thermo-Calc® montrant la composition à l'équilibre du coude EK en fonction de la température. Calculs réalisés par Bo Sundman [Bo Sundman , 2000].

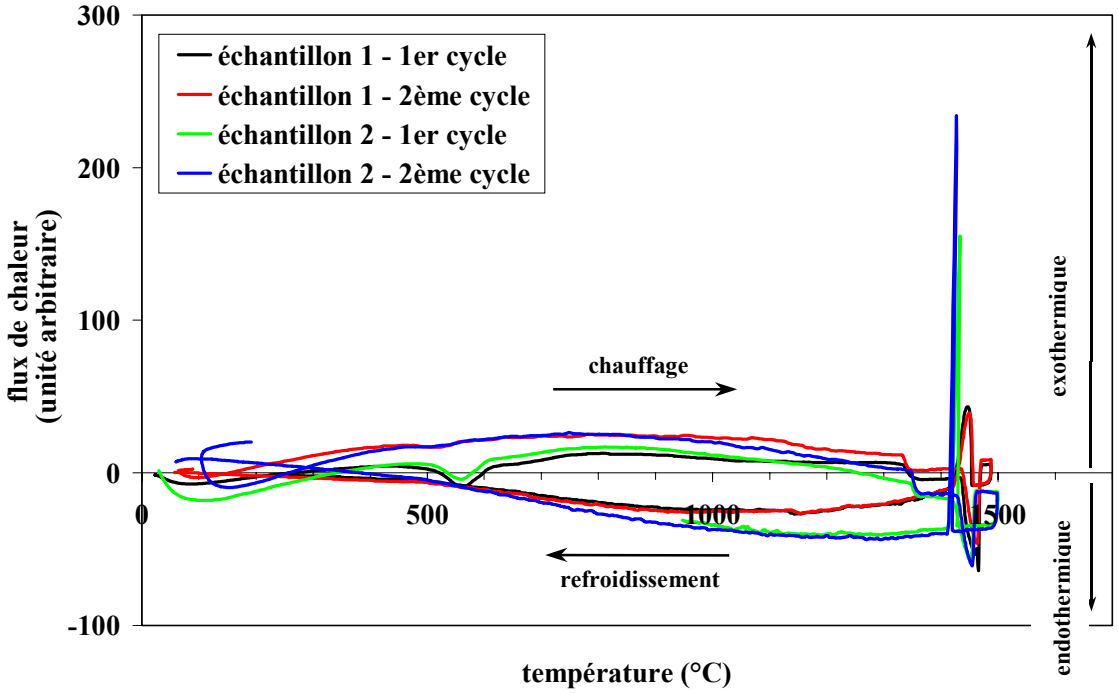


Figure 5 - 15 : Variations du flux de chaleur émis par un échantillon de coude n°1 en fonction de la température.

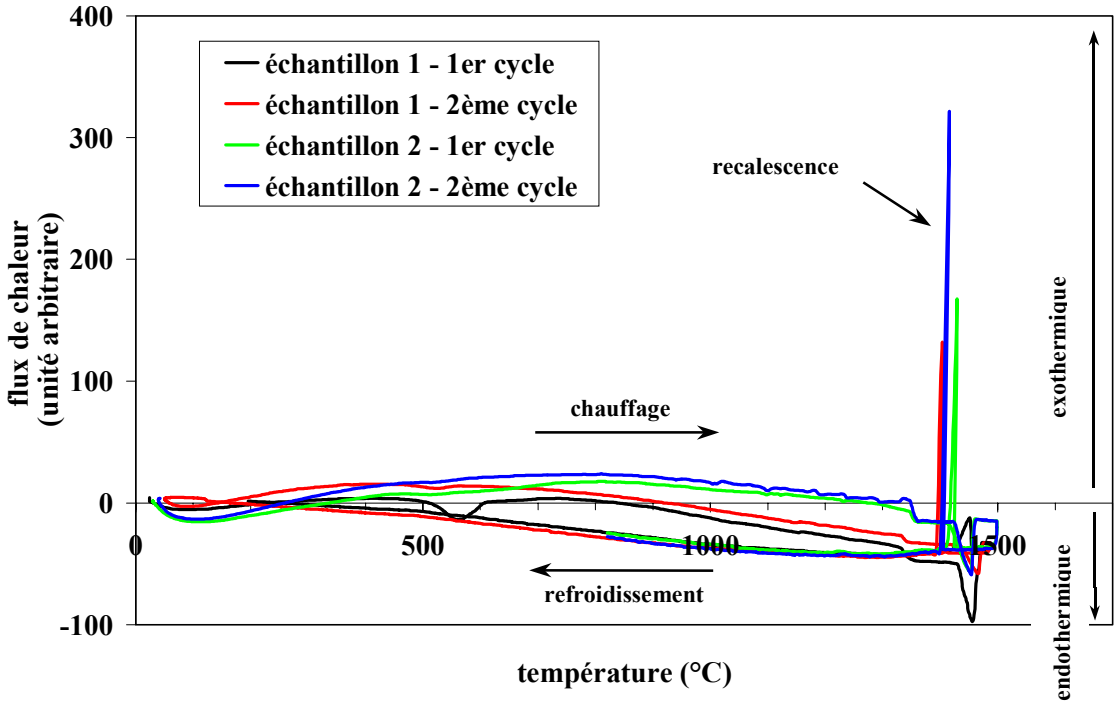


Figure 5 - 16 : Variations du flux de chaleur émis par un échantillon de coude EK en fonction de la température.

5.3.2. Etude expérimentale des étapes de solidification

La TSD permet de visualiser le déroulement de la solidification sur un barreau de matière porté à l'état liquide, refroidi lentement dans un gradient de température puis trempé. Pour effectuer cette expérience, il est **nécessaire de connaître au préalable les températures de liquidus et de solidus**. Une estimation de ces températures a déjà été faite à partir des diagrammes de phases. Cependant, cette estimation n'étant pas précise, nous avons tenu à **déterminer de manière expérimentale, par Analyse Thermique Différentielle (ATD), les températures de fin de fusion et de solidification des coudes n°1 et EK**.

a) Analyse Thermique Différentielle

- **Principe**

L'analyse thermique différentielle consiste à mesurer le flux de chaleur émis par un échantillon auquel une variation linéaire de température est appliquée. Cette mesure se fait par rapport à un échantillon de référence qui ne doit subir aucun accident thermique dans la zone de température étudiée. Les deux échantillons, des cylindres de diamètre 3 mm et de hauteur 7 mm, sont placés dans des creusets en alumine. Les écarts de température sont mesurés par des thermocouples insérés dans la base de ces creusets. L'expérience se déroule sous atmosphère inerte (argon) afin de limiter les réactions d'oxydation. La fusion correspond à une réaction endothermique (absorption de chaleur) et la solidification, à une réaction exothermique (dégagement de chaleur).

Deux cyclages en température successifs sur deux échantillons de chaque coude ont été réalisés. Pour le coude n°1, les deux échantillons ont été prélevés dans le matériau vieilli. Pour le coude EK, le premier échantillon a été prélevé dans le matériau vieilli et le second, dans le matériau ayant subi un traitement thermique de 30 minutes à 600°C afin de supprimer la phase α' liée au vieillissement. L'échantillon de référence était un échantillon d'alumine. Le chauffage a été effectué avec une vitesse de 10°C/min dans la gamme de température de 20°C à 1 350°C, puis avec une vitesse de 5°C/min de 1 350°C à 1 500°C. La vitesse de refroidissement était de 5°C/min.

- **Résultats expérimentaux**

Les Figure 5 - 15 et Figure 5 - 16 montrent les cycles de chauffage / refroidissement des coudes n°1 et EK.

Pour chaque matériau, les quatre cycles ne sont pas complètement identiques. En effet, pour les échantillons de coude n°1, bien que les pics endothermiques de fusion soient de même amplitude, on constate une recalescence lors de la solidification du deuxième échantillon, recalescence qui n'apparaît pas pour le premier échantillon. La recalescence consiste en une augmentation de la température du matériau alors que la consigne en température diminue (Figure 5 - 17). Pour le coude EK, seul le premier cycle en température du premier échantillon diffère des autres : les amplitudes des pics endothermiques et exothermiques sont différents des autres cycles qui présentent systématiquement une recalescence au refroidissement. **Ce phénomène de recalescence à la solidification, classique pour un métal pur, reste inexpliqué pour un alliage**.

On notera également **l'apparition au chauffage d'un pic endothermique aux environs de 550°C pour les matériaux vieillis**. Ce pic a été attribué par Richter et Born [1984] à la **dissolution de la phase α'**. C'est pourquoi ce pic, important au premier cyclage, est fortement atténué au second cyclage. En effet, la phase α' dissoute au premier chauffage ne se reforme que partiellement lors du refroidissement lent du matériau. L'hypothèse selon laquelle ce pic correspond à la dissolution de α' est confirmée par l'absence du pic sur les cyclages en température du second échantillon de coude EK, échantillon pour lequel la phase α' a préalablement été remise en solution.
Au refroidissement, on n'observe pas d'autre pic que celui de la solidification. Ceci suggère qu'il n'y a pas de transformation à l'état solide à plus basse température.

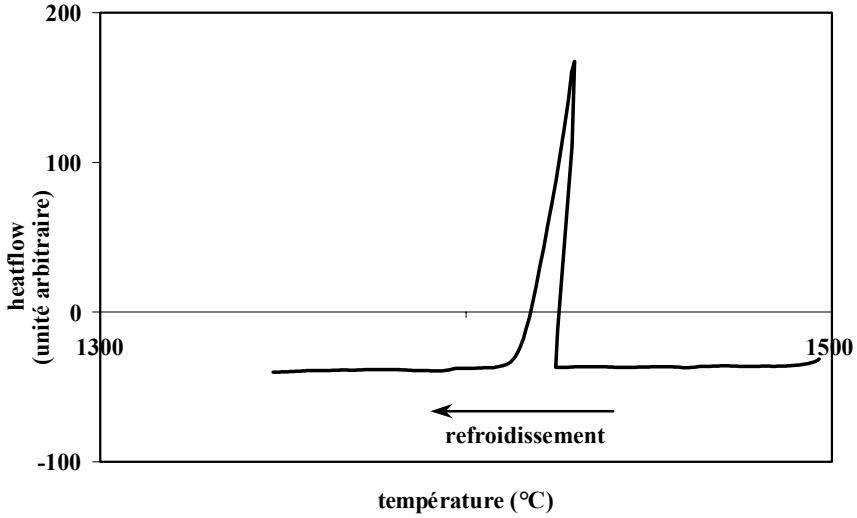


Figure 5 - 17 : Mise en évidence de la recalescence sur un pic de solidification.

Les températures de solidus et de liquidus sont déterminées à partir du pic de fusion selon la norme [Hatakeyama et Liu, 1998] comme le montre la Figure 5 - 18. Il serait incorrect de déterminer ces températures à partir du pic de solidification (en cas d'absence de recalescence) car les inerties thermiques liées notamment au creuset provoquent un décalage des températures vers des plus faibles valeurs. Les températures de fusion et de solidification des coudes n°1 et EK sont récapitulées dans les Tableau 5 - 5 et Tableau 5 - 6.

La température de liquidus est déterminée avec plus de précision que la température de solidus. **Pour les deux coudes, le liquidus est estimé à 1 465°C et le solidus, à environ 1 430°C. Ces températures se rapprochent davantage des températures déterminées à partir du diagramme ternaire calculé par Chuang et Chang [1987] que de celles déterminées à partir du diagramme expérimental de Raynor et Rivlin [1988]. Elles sont cependant supérieures de 50 à 70°C aux températures calculées à l'aide du logiciel thermo-Calc®** pour les compositions de nos aciers. La différence peut s'expliquer par le fait que, expérimentalement, les températures sont mesurées au cours de la chauffe, celle-ci se faisant à la vitesse de 5°C/min, alors que le calcul thermodynamique se fait pour un refroidissement à l'équilibre, donc infiniment lent. Si les températures de liquidus et de solidus sont différentes, l'intervalle de solidification à l'équilibre l'est également : il est de 60°C à l'équilibre et de 40°C maximum en ATD .

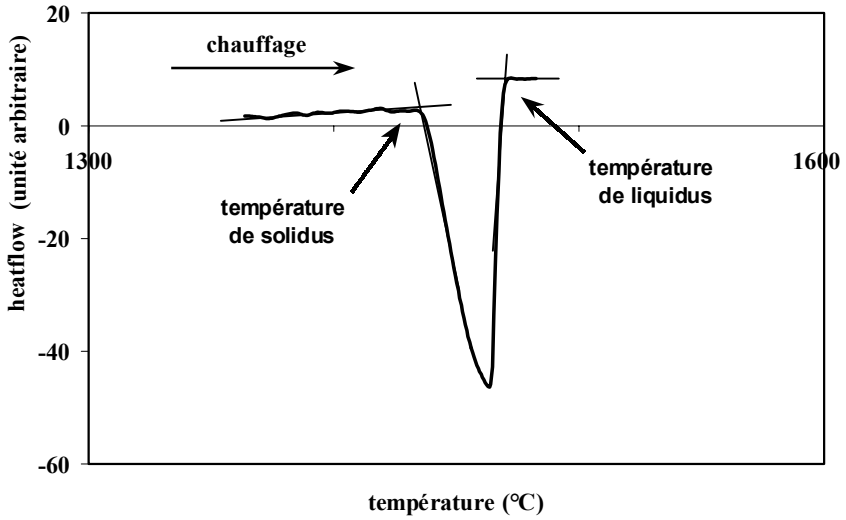


Figure 5 - 18 : Schéma expliquant la méthode de détermination des températures de solidus et de liquidus à partir du pic de fusion enregistré en ATD.

		Liquidus (°C)	Solidus (°C)
1er échantillon	**1er cyclage**	1470	1453
	2ème cyclage	1470	1435
2ème échantillon	**1er cyclage**	1460	1420
	2ème cyclage	1460	1430
moyenne		**1465**	**1434**

Tableau 5 - 5 : Températures de liquidus et de solidus déterminées en ATD à partir du pic de fusion pour le coude n°1.

		Liquidus (°C)	Solidus (°C)
1er échantillon	**1er cyclage**	1470	1430
	2ème cyclage	1470	1440
2ème échantillon	**1er cyclage**	1460	1415
	2ème cyclage	1460	1425
moyenne		**1465**	**1427**

Tableau 5 - 6 : Températures de liquidus et de solidus déterminées en ATD à partir du pic de fusion pour le coude EK.

Afin de s'assurer de réussir à étudier l'étape de solidification, ce seront donc la température de liquidus maximale (1 470°C) et la température de solidus minimale (1 360°C) qui seront prises comme référence pour les expériences de TSD.

Après cyclage thermique par ATD, il a été vérifié que la microstructure des échantillons était bien biphasée (Figure 5 - 19). Les lattes de ferrite et d'austénite sont très fines (10 à 20 µm) et de forme plutôt aciculaire (contour des lattes anguleux) ce qui indique un gradient thermique et une vitesse de refroidissement supérieurs à la vitesse de refroidissement d'un coude réel. De plus, il semblerait qu'il n'y ait qu'un seul grain ferritique dans l'échantillon d'ATD. Il y aurait donc eu des problèmes de germination au cours de la solidification, ce qui pourrait expliquer la forte recalescence observée sur les graphes d'ATD.

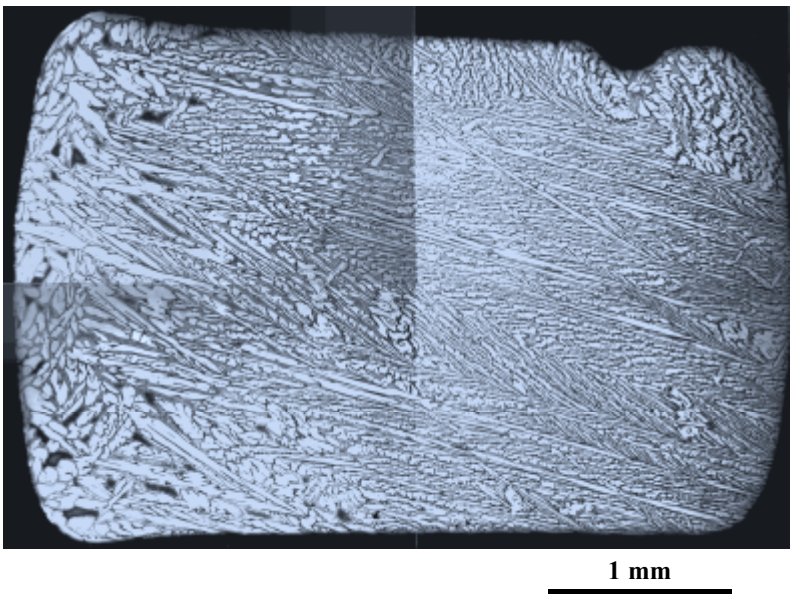


Figure 5 - 19 : Microstructure d'un échantillon de coude EK après deux cyclages thermiques en ATD (ferrite : sombre, austénite : clair).

b) Trempe en Solidification Dirigée

- **Principe**

Au cours de l'essai de Trempe en Solidification Dirigée, le matériau est chauffé à une température supérieure à celle du liquidus dans la limite des capacités de la machine. Cette température est maintenue quelques minutes, le temps qu'elle soit homogène dans tout le barreau. Puis, le barreau est tiré dans un gradient de température jusqu'à ce que la température indiquée par son thermocouple soit inférieure à la température du solidus. Le barreau est ensuite trempé. Au final, trois zones coexistent dans le barreau : une zone solide, une zone liquide (au moment de la trempe) et entre deux, une zone de transition représentative des étapes de solidification (Figure 5 - 20).

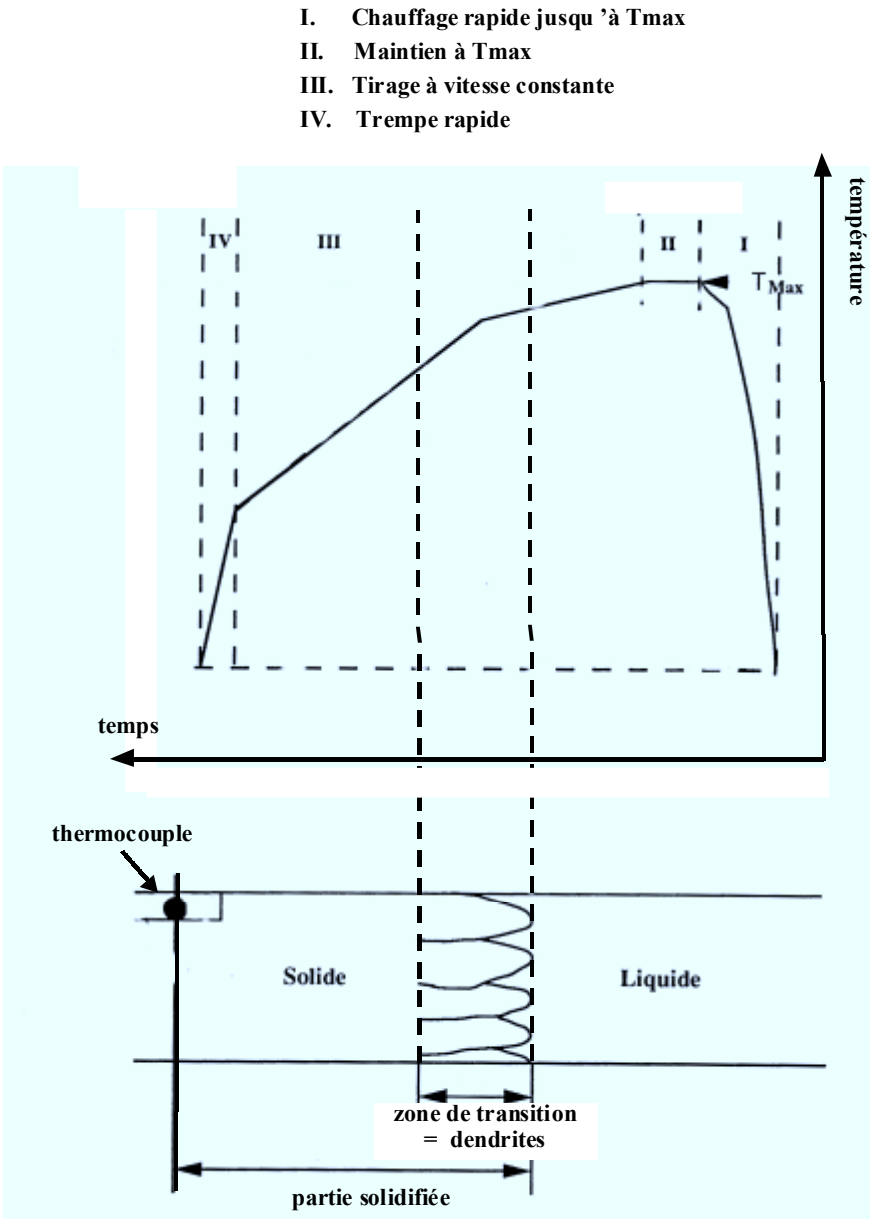


Figure 5 - 20 : Profils de températures types relevés par les thermocouples de l'échantillon et de régulation et structure métallurgique associée. D'après [Cheng, 1992].

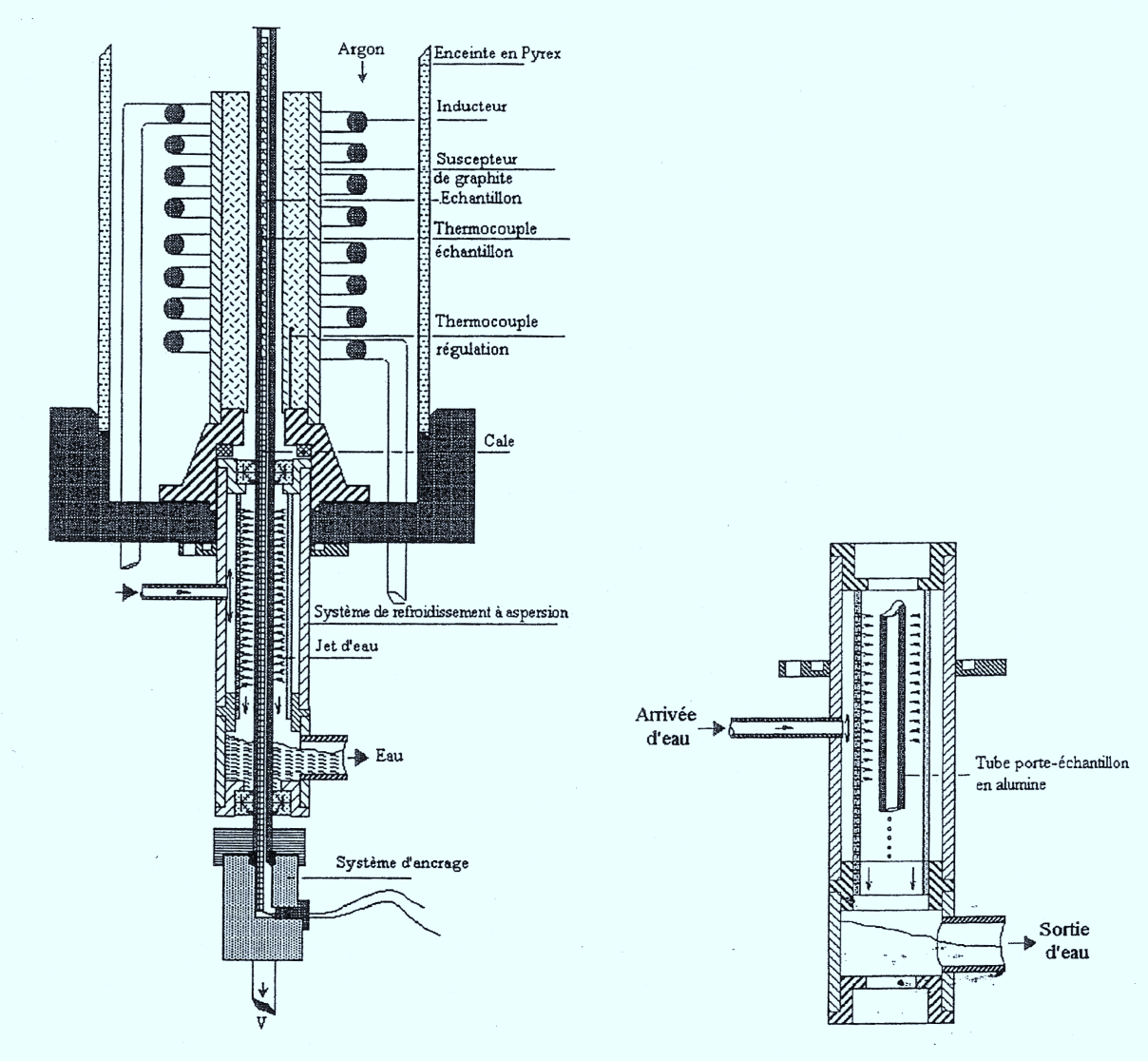


Figure 5 - 21 : Schéma du four et du système de trempe de l'appareil de solidification [Bartout, 1992].

Le schéma de principe de la manipulation est montré sur la Figure 5 - 21. Un barreau cylindrique de métal (l = 200 mm et ϕ = 4.8 mm) est placé dans un tube en alumine lui-même placé dans un suscepteur en graphite. Un inducteur chauffe l'ensemble par rayonnement et conduction. La température du barreau métallique est directement mesurée par un thermocouple placé dans le barreau. Cette température est régulée grâce à un second thermocouple situé dans le suscepteur. Le tube en alumine est relié à un moteur qui permet de le déplacer à une vitesse de 4 mm/min afin de pouvoir imposer au barreau un gradient de température. La vitesse de solidification du métal (en °C/min) sera donc estimée par la formule $V_r = G.V$ où G est le gradient thermique en °C/mm et V, la vitesse de tirage en mm/min. Ce tube est également relié à un vérin pneumatique qui, une fois la température voulue atteinte, permettra de figer la structure par trempe dans la boîte à eau située dans la partie inférieure du montage. La vitesse de trempe est estimée à 70°C/s.

- **Résultats expérimentaux**

Quatre barreaux de matière ont été testés. Cependant, en raison de divers problèmes techniques, seul le dernier barreau de coude n°1 a pu fournir des résultats satisfaisants.

Ce barreau de matière a été porté à la température de 1 500°C et maintenu à cette température pendant 40 min afin que le liquide soit homogénéisé. Puis, le barreau, déplacé à la vitesse de 4 mm/min, a été refroidi à 15°C/min. **Cette vitesse de refroidissement est 50 fois supérieure à la vitesse de refroidissement d'un coude qui est estimée à 0.3°C/min. L'accroissement de la vitesse de solidification a pour conséquence de favoriser la formation d'austénite primaire aux dépens de la ferrite** ([Stjerndahl et Dacker 1980], [Suutala, 1983], [Siegel et al., 1986] et [Bobadilla et al., 1988]). **Il ne faudra donc s'interroger sur l'incidence du choix de la vitesse de solidification sur la nature du solide primaire que si ce dernier est de l'austénite**.

Une fois la température de 1350°C atteinte au niveau du thermocouple de contrôle, le barreau a été trempé à l'eau. La microstructure de solidification a donc été figée sur 40 mm avec, sur cette distance, un gradient de température d'environ 4°C/mm. Cette microstructure est présentée à la Figure 5 - 22.

Cinq zones peuvent être distinguées :

- Zone 1 : **liquide trempé de structure biphasée** dans lequel de nombreuses fissures et défauts de solidification sont visibles (Figure 5 - 22). La réaction $\alpha \rightarrow \alpha + \gamma$ peut donc se faire même à une vitesse de refroidissement élevée (70°C/s).

- Zone 2 : **zone homogène correspondant à de la ferrite** et dans laquelle quelques lattes isolées d'austénite peuvent être observées (Figure 5 - 23.a). On remarque également en filigrane, sur les micrographies optiques, les traces de bras primaires et secondaires de dendrites (non visibles ici, sur la reproduction). L'espacement entre bras secondaires est estimée à 25 µm. Les bras primaires sont en revanche plus difficiles à distinguer.

- Zone 3 : **zone dendritique biphasée** (Figure 5 - 23.b). Les dendrites sont décorées de fines lattes aciculaires d'austénite. Les interfaces sont donc nombreuses, ce qui est surprenant car une interface est théoriquement « coûteuse » en énergie. L'austénite formée est péritectique car elle se forme dans la zone de transition entre le liquide et le solide. Les dendrites ont un tronc primaire

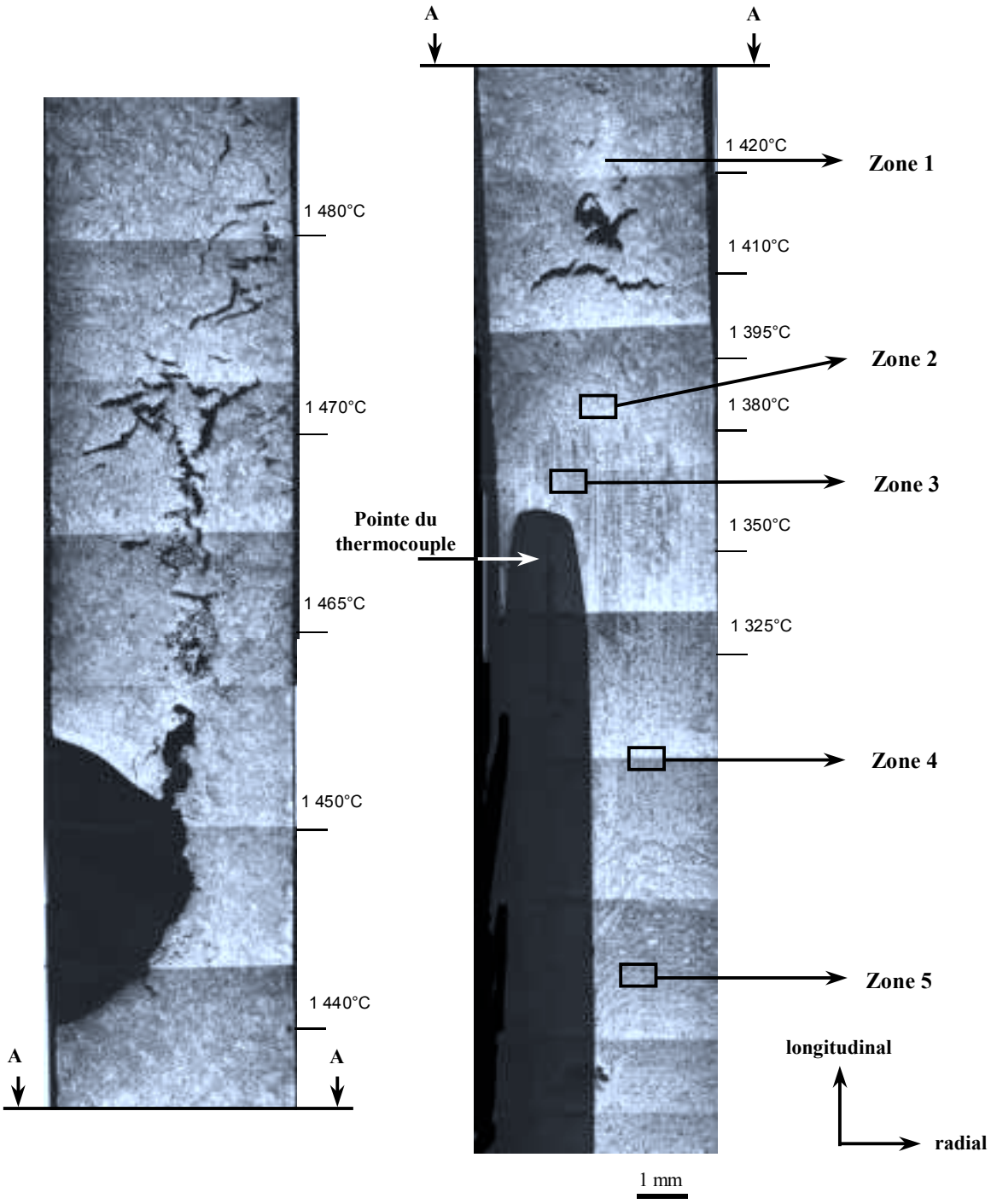
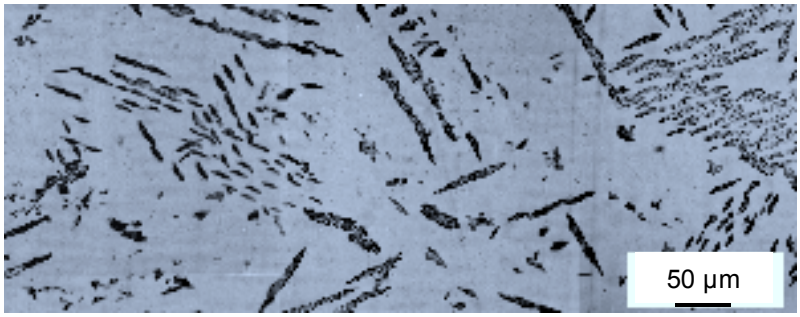


Figure 5 - 22 : Coupe longitudinale d'un barreau de coude n°1 ayant subi une expérience de Trempe en Solidification Dirigée. La microstructure est révélée par attaque au réactif de Murakami (austénite en sombre et ferrite en clair). La photographie de droite est le prolongement de celle de gauche. Les températures indiquées correspondent aux températures locales du métal au moment de la trempe.

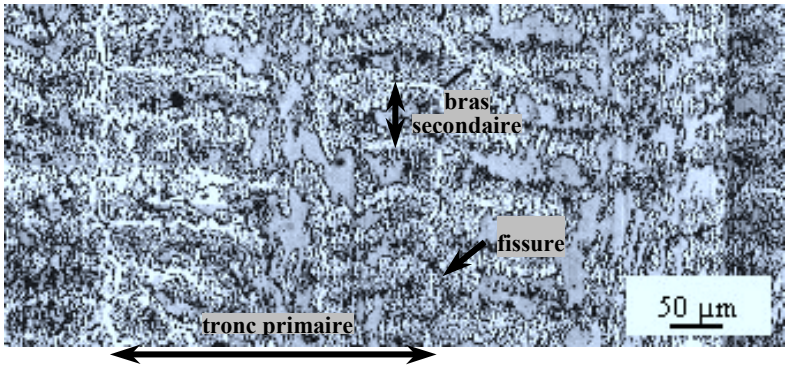
a) Zone 2

Ferrite : clair
Austénite : sombre



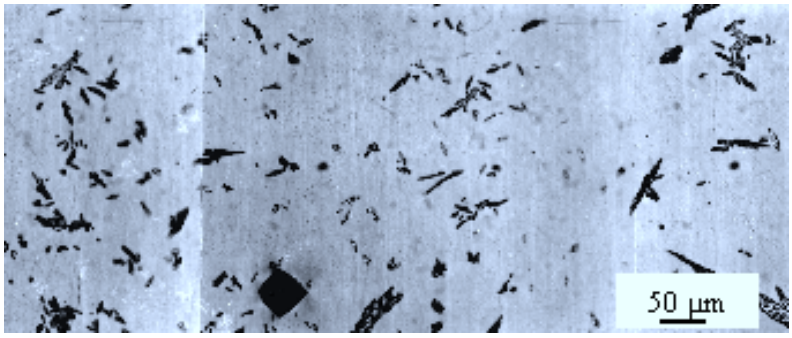
b) Zone 3

Ferrite : sombre
Austénite : clair



c) Zone 4

Ferrite : clair
Austénite : sombre



d) Zone 5

Ferrite : sombre
Austénite : clair

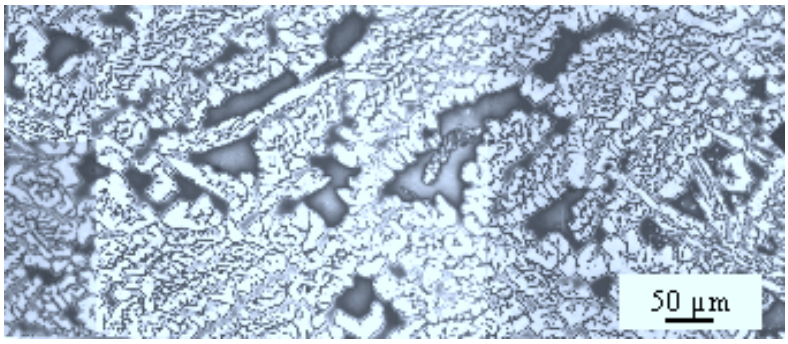


Figure 5 - 23 : Microstructures des zones 2, 3, 4 et 5. Microscopie optique.

d'environ 400 µm et il est fréquent d'observer des fissures aux interfaces entre deux d'entre elles. Les bras secondaires sont espacés d'environ 50 µm. Ceci est en assez bon accord avec la littérature qui prévoit un espacement entre les bras primaires de dendrites de 400 µm et de dendrites secondaires de 150 µm pour une vitesse de refroidissement de 15°C/min [Flemings et al., 1970].

- Zone 4 : on retrouve à nouveau une **zone homogène constituée de ferrite** dans laquelle quelques lattes isolées d'austénite sont observées (Figure 5 - 23.c). En revanche, cette fois-ci, les traces de dendrites ne sont pas visibles.

- Zone 5 : **zone biphasée austénite + ferrite** (Figure 5 - 23.d). Les lattes d'austénite et de ferrite sont très fines (10 à 20 µm) et de forme aciculaire en raison de la vitesse de refroidissement élevée. De plus, elles sont toutes orientées radialement indiquant la présence d'un flux de chaleur dans cette direction.

A partir de l'observation de la microstructure du barreau de TSD, les étapes de solidification du coude n°1 peuvent être déterminées dans ces conditions de refroidissement.
La solidification se fait donc tout d'abord en ferrite. La ferrite primaire se transforme ensuite partiellement en austénite péritectique qui décore les dendrites de ferrite. C'est par la formation d'austénite que ces dendrites deviennent visibles car, au préalable, elles n'étaient visibles qu'en filigrane. En effet, l'attaque au réactif de Murakami ne permet que de distinguer l'austénite de la ferrite par coloration de cette dernière. Elle ne permet pas de révéler les joints de grains ferritiques.
Par la suite, la réhomogénéisation du matériau en ferrite, ce qui n'est pas prévu par les diagrammmes de phases, peut s'expliquer par le fait que la solidification, qui est exothermique, a pu réchauffer le barreau et donc replacer le matériau à l'état ferritique. C'est ce le phénomène de recalescence qui a déjà été observé en ATD.
L'austénite continue ensuite à se former par transformation à l'état solide de la ferrite en austénite, ce qui donne lieu à une microstructure de type Widmanstätten légèrement perturbée par le flux radial de chaleur.

Le thermocouple placé dans le barreau de matière permet de relever la température locale pendant toute la durée de l'expérience. Il est donc possible de connaître la température à laquelle chaque zone du barreau a été trempée. Ainsi, l'extrémité du thermocouple correspond à la température de 1 350°C. La limite entre le liquide trempé et l'apparition des dendrites de ferrite en filigrane est estimée à 1 395°C. La température du liquidus serait donc de 1 395°C. Les dendrites disparaissent après 1 340°C, ce qui correspondrait à la température de solidus. L'austénite apparaît pour des températures proches de 1 380°C. **Ces températures de transformation semblent plus proches de celles calculées par Thermo-Calc® que de celles déterminées expérimentalement par ATD sans que l'on puisse l'expliquer.** Cependant, la TSD est un refroidissement, ce qui explique que les températures mesurées soient plus basses qu'en ATD où les températures sont mesurées à la chauffe.

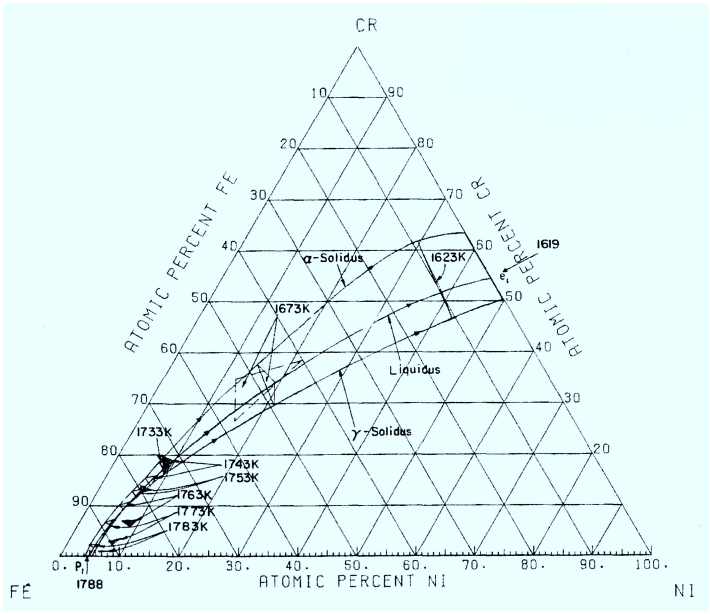


Figure 5 - 24 : Diagramme de phases Fe-Ni-Cr montrant l'équilibre des phases liquide, ferritique et austénitique dans le domaine de températures de 1 515°C à 1 346°C.

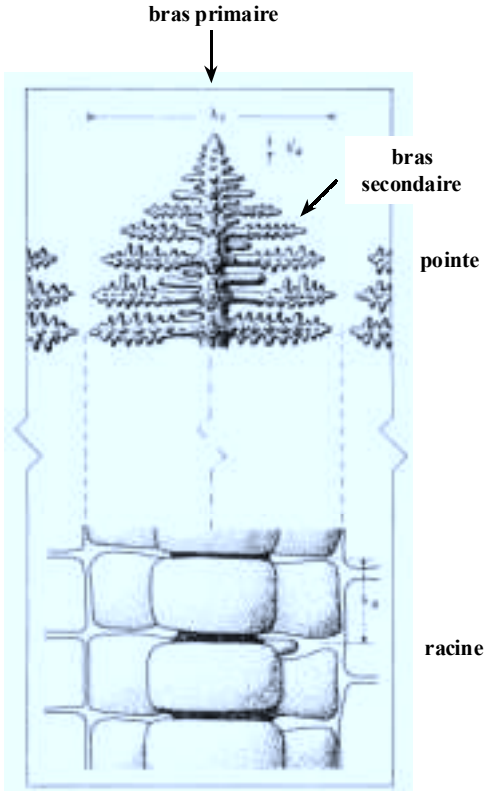


Figure 5 - 25 : Schématisation de la croissance d'une dendrite : la pointe et la racine sont représentées à la même échelle [Kurz et Fisher, 1986].

Les zones caractéristiques ont été étudiées à la microsonde de Castaing avec un pas de 4 µm dans le sens radial et avec un pas de 2 µm dans le sens longitudinal (Figure 5 - 26).

- Dans la zone 2, des fluctuations inversées en nickel et en fer ont été observées. Ces fluctuations sont insignifiantes dans le sens radial et ne permettent donc pas de retrouver les bras primaires de dendrites. En revanche, dans le sens longitudinal, les fluctuations ont une période de 30 µm, ce qui correspond aux bras secondaires des dendrites observés sur les micrographies. **La teneur en chrome est constante dans toute cette zone ce qui laisse supposer que la solidification se fait sur une conode à chrome constant**. C'est d'ailleurs ce que Chuang et Chang avaient calculé de manière thermodynamique (Figure 5 - 24).

- Dans la zone 3, des fluctuations marquées en fer, nickel et chrome sont observées. Dans la direction radiale, la période de fluctuation est de 100 µm, ce qui ne correspond pas à la distance entre les bras primaires de dendrites qui est estimée à 350-400 µm sur les micrographies optiques. Les bras primaires sont cependant difficiles à observer sur des coupes longitudinales de barreaux de TSD. Ils sont en effet davantage visibles sur des coupes radiales. Dans la direction longitudinale, la distance moyenne entre les pics est de 50 µm environ, ce qui correspond bien aux bras secondaires de dendrites vus sur les micrographies optiques. Les bras secondaires de dendrites s'épaississent donc au cours de la solidification. C'est ce qu'on appelle la maturation des dendrites : alors que la distance entre les bras primaires de ferrite reste constante, les bras secondaires s'épaississent suite à un contact prolongé avec le liquide (Figure 5 - 25).

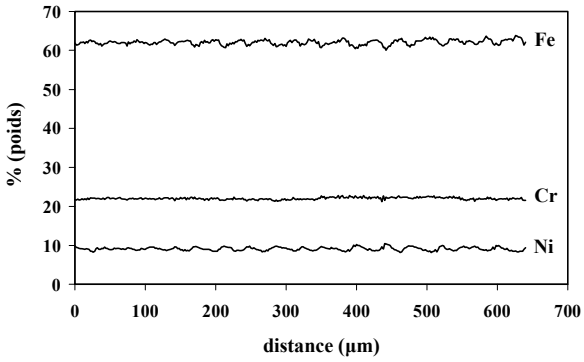
- Dans la zone 4, la teneur en chrome est de nouveau constante alors que le nickel et le fer présentent de légères fluctuations inversées uniquement dans la direction radiale. La distance entre les fluctuations est de 150 à 250 µm, ce qui correspondrait au prolongement des bras primaires de dendrites bien que ceux-ci ne soient pas visibles sur les microscopies optiques. Dans le sens longitudinal, l'absence de fluctuations tendrait à indiquer que les bras secondaires auraient été homogénéisés. Globalement, le matériau présente dans cette zone une composition homogène.

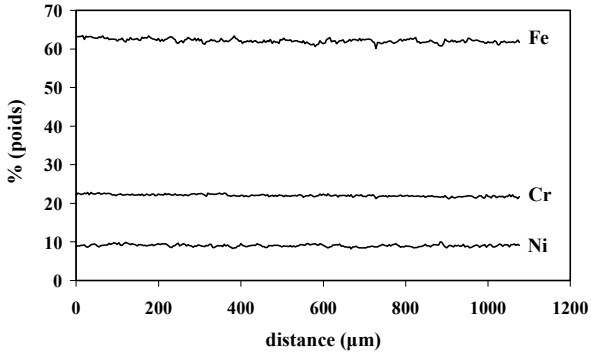
- Dans la zone 5, les fluctuations classiques en nickel et en chrome dans les aciers austéno-ferritiques sont observées. On constate, de plus, un maximum en nickel et un minimum en chrome au centre des lattes ce qui est caractéristique de la transformation à l'état solide de la ferrite en austénite (Figure 4 - 2).

Les zones 2, 3 4 et 5 ont été étudiées en EBSD. Une cartographie de la zone dendritique est montrée sur la Figure 5 - 27. On observe un seul grain ferritique (rouge) et deux grains austénitiques (bleu et vert) en relations KS avec la ferrite. Il a d'ailleurs été montré que **le barreau correspond bien à un monocristal de ferrite et que, dans chaque zone, les lattes d'austénite sont en relations KS avec la ferrite.**

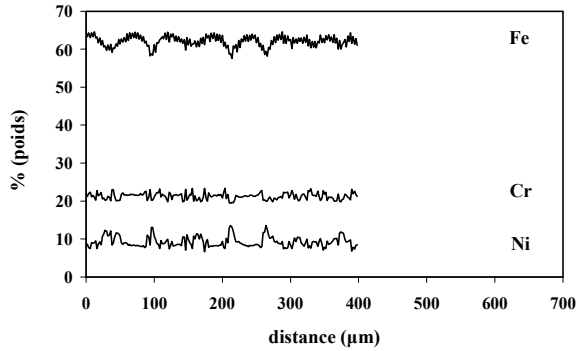
Il y a donc solidification primaire en ferrite suivie d'une transformation péritectique $L + \alpha \rightarrow \gamma$; puis, une fois que tout est solidifié, transformation à l'état solide de la ferrite en austénite. A chaque instant, nous avons vérifié que la ferrite et l'austénite obéissent à des relations de type KS. Donc, contrairement à ce qui est dit dans la littérature [Brooks et Thompson, 1991], **il n'y a pas que l'austénite résultant d'une transformation à l'état solide de la ferrite en austénite qui est en relations KS avec la ferrite.**

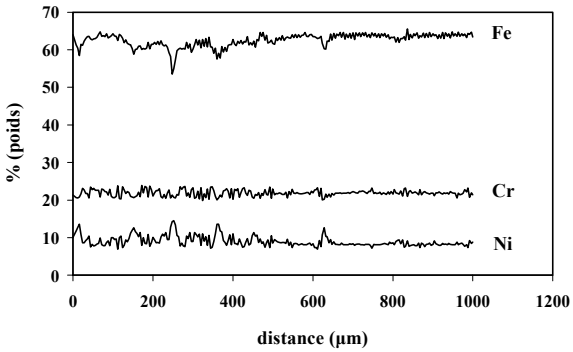
Zone 2



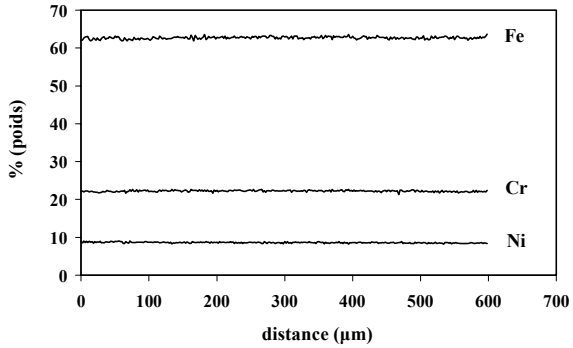


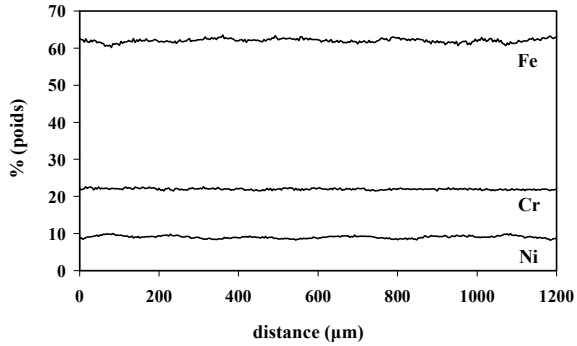
- ***Zone 3***



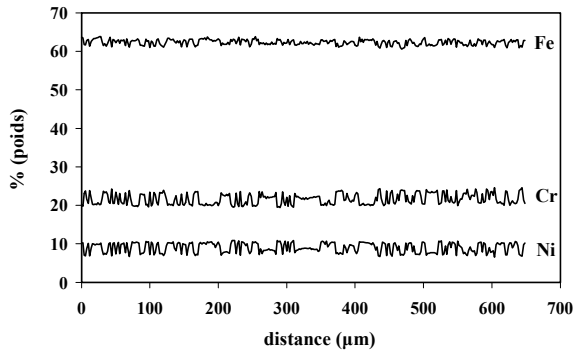


- ***Zone 4***





- ***Zone 5***



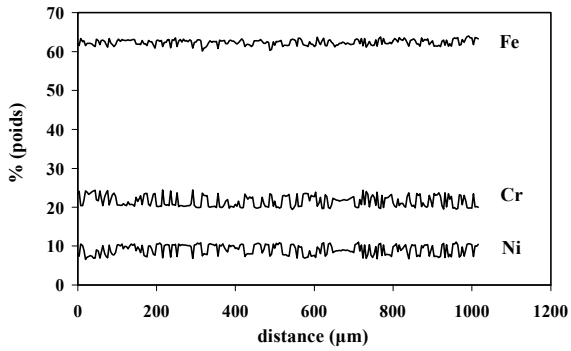
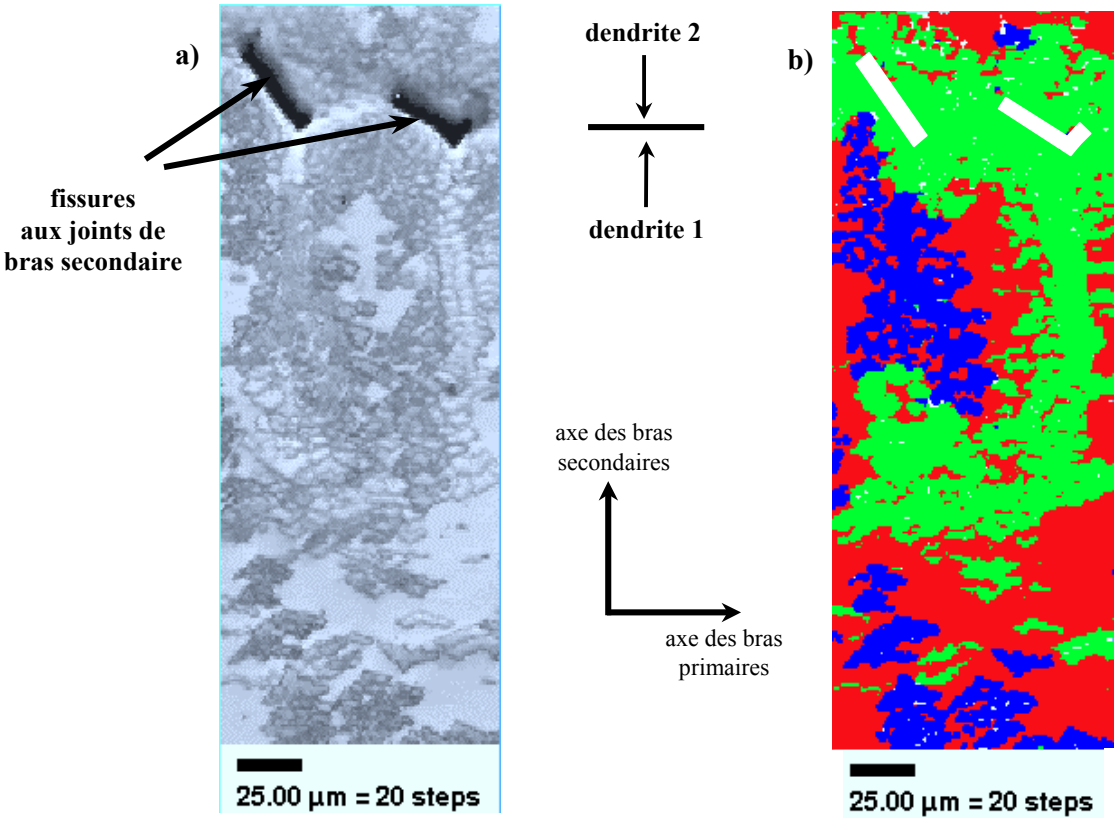


Figure 5 - 26 : Profils établis à la microsonde de Castaing sur les zones 2 , 3, 4 et 5 du barreau de TSD. ***Profils longitudinaux à gauche et radiaux à droite*** .



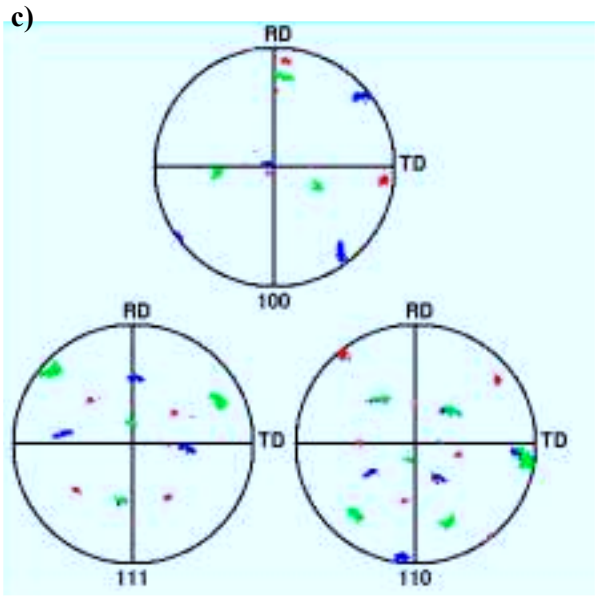


Figure 5 - 27 : Cartographie EBSD d'une partie de la zone 3 (zone dendritique). a)Image en niveaux de gris (clair : ferrite, sombre : austénite) ; b) cartographie EBSD (chaque couleur correspond à une orientation cristalline) ; c) figures de pôles {100}, {111} et {110} associées.

Conclusions :

L'expérience de TSD est une expérience délicate accompagnée de phénomènes thermiques comme la recalescence qui perturbent la solidification. Un coude réel, qui est refroidi beaucoup plus lentement, a peut-être un chemin de solidification plus simple. Cette expérience a cependant permis de mettre en évidence la solidification primaire du coude n°1 en ferrite pour une température de 1 395°C. La solidification se fait à teneur constante en chrome. L'austénite apparaît ensuite à 1380°C par transformation péritectique. En revanche, suite peut-être à la recalescence, l'austénite péritectique ne se retrouve pas telle quelle dans les coudes moulés, où toute l'austénite résulte d'une transformation à l'état solide par germination et croissance à partir des joints de grains ferritiques. Les deux phases sont en relations cristallographiques de type Kurdjumov-Sachs dans tout le barreau de TSD.

6. PROPRIETES MECANIQUES DES MATERIAUX

6.1. DURETE…….....155

6.1.1. Microdureté

6.1.2. Cinétique de durcissement

6.2. TRACTION…….….157

6.2.1. Acier austénitique 316 LN

6.2.2. Coude EK

6.2.3. Coude n°1

6.2.4. Conclusions

6.3. RESILIENCE…….167

		$Hv_{0.05}$ (ferrite)	$Hv_{0.05}$ (austénite)
coude n°1	**défragilisé**	244 (27)	180 (14)
	vieilli 2 400 h à 400°C	634 (62)	187 (15)
coude EK	**état initial**	283 (23)	179 (7)
	défragilisé	248 (21)	182 (17)
	vieilli 10 000 h à 400°C	760 (88)	199 (15)

Tableau 6 - 1 : Microdurété Vickers sous 50 g des phases ferritique et austénitique des coudes n°1 et EK à différents niveaux de vieillissement. Moyennes sur 20 empreintes, l'écart type est donné entre parenthèses.

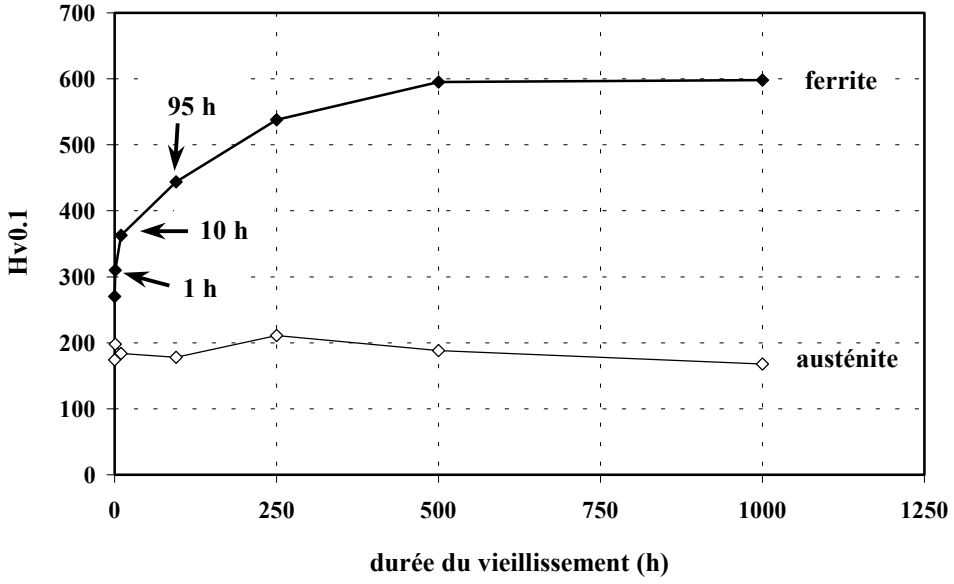


Figure 6 - 1 : Microdureté Vickers sous 100 g des phases ferritique et austénitique d'échantillons de coude n°1 remis en solution à 1 100°C puis vieillis à 475°C pendant des durées variant de 1 h à 1 000 h (un point correspond à la moyenne de 10 mesures).

Les caractéristiques mécaniques des matériaux ont été déterminées : dureté de chaque phase, caractéristiques de traction et résistance à la propagation d'une fissure sous chargement monotone. **Les objectifs de ces essais sont d'évaluer la fragilisation du matériau et de le resituer par rapport aux autres matériaux de la littérature**. **Ils permettent également de comparer le comportement et les mécanismes d'endommagement et de rupture obtenus sous sollicitations monotone et cyclique**.

6.1. DURETE

Dans le but de **caractériser la fragilisation des matériaux**, la dureté des phases ferritique et austénitique a été mesurée par indentation Vickers sur des échantillons polis et légèrement attaqués pour révéler les phases.

6.1.1. Microdureté

Les duretés de chaque phase du coude n°1 vieilli et défragilisé ainsi que du coude EK vieilli, défragilisé et à l'état initial sont regroupées dans le Tableau 6 - 1. Ces mesures réalisées sous une charge de 50 g correspondent à la moyenne de 20 mesures par donnée.

La dureté de l'austénite n'est pas affectée par le vieillissement thermique. En revanche, **celle de la ferrite, similaire à celle de l'austénite quand non vieillie, augmente avec le vieillissement** et atteint un maximum pour un traitement thermique de 10 000 h à 400°C. On constate que la ferrite du coude n°1 vieilli est moins dure que celle du coude EK vieilli. De plus, **les duretés des matériaux défragilisés et à l'état initial sont très proches**, ce qui laisse supposer que le traitement de défragilisation a donc bien remis en solution les phases responsables du durcissement de la ferrite.

On notera que la dispersion est supérieure dans la ferrite par rapport à l'austénite. En effet, la taille des empreintes étant d'environ 20 µm et la taille de latte de ferrite de 30 à 40 µm, il est possible que l'indenteur pénètre parfois à la fois dans la ferrite et dans l'austénite. Cette dispersion augmente avec le vieillissement du matériau car la différence de dureté entre ferrite et austénite s'accroît.

6.1.2. Cinétique de durcissement

Des échantillons de coude n°1 ayant subi au préalable un traitement thermique d'homogénéisation à 1 100°C pendant 3 h, donc défragilisés, ont été vieillis à 475°C pendant des durées variant de 1 h à 1 000 h. La dureté Vickers de chaque phase sous une charge de 100 g a alors été mesurée afin d'établir la cinétique de durcissement du matériau (Figure 6 - 1).

L'austénite, non affectée par le vieillissement, présente une dureté quasiment constante. En revanche, **la dureté de la ferrite augmente fortement pour les durées de vieillissement comprises entre 10 et 500 h puis se stabilise**. Au bout de 500 h à 475°C, la dureté de la ferrite a doublé et atteint une valeur plateau de 600 $Hv_{0.1}$.

Connaissant la cinétique de durcissement à 475°C, il est possible de dire qu'après 3 heures à 350°C, la dureté de la ferrite n'est pas fortement modifiée, car, à cette température, la cinétique de durcissement est beaucoup plus lente qu'à 475°C. Par conséquent, **le traitement thermique de 3 heures à 350°C utilisé pour marquer les fronts de fissure en fin de préfissuration lors des essais**

de propagation de fissure ne devrait pas modifier de manière notoire le comportement mécanique du matériau.

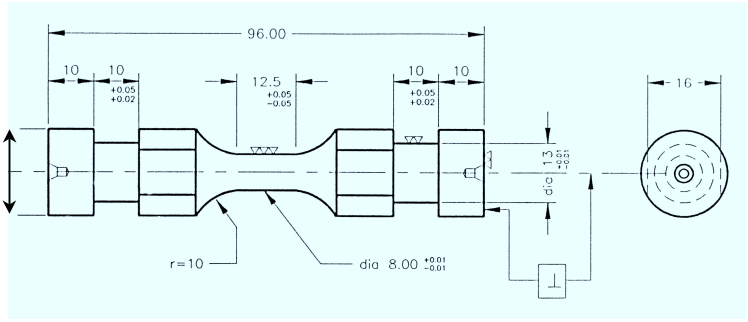


Figure 6 - 2 : Plan des éprouvettes de traction utilisées pour l'acier Virgo.

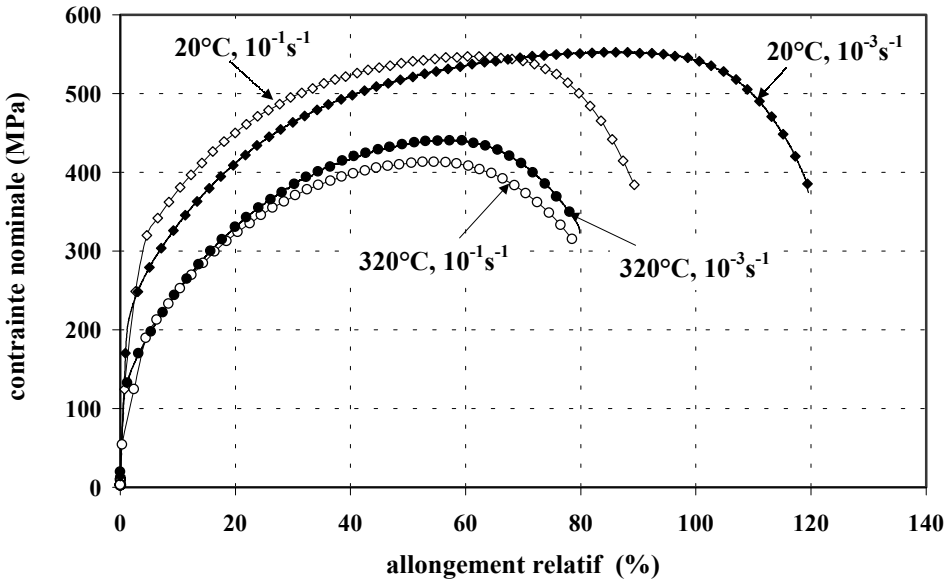


Figure 6 - 3 : Courbes de traction contrainte nominale (F/S_0) – allongement relatif ($\Delta l/l_0$) de ***l'acier Virgo****.*

	éprouvette	dε/dt (s^{-1})	E (GPa)	$R_{p0.2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A (%)	Z (%)	$R_m/R_{p0.2}$
20°C	**1**	10^{-3}	176	248	550	120	76	2.22
	2	10^{-1}	176	204	545	90	71	2.67
320°C	**3**	10^{-3}	164	120	440	80	66	3.67
	4	10^{-1}	164	135	415	76	63	3.07

Tableau 6 - 2 : Module d'Young , limite d'élasticité à 0.2%, résistance maximale à la traction, allongement à rupture, striction et écrouissage en traction de ***l'acier Virgo*** *testé à 20°C et à 320°C.*

6.2. TRACTION

Dans ce paragraphe, sont présentées **les caractéristiques de traction à l'ambiante et à 320°C d'un acier austénitique de type 316 LN, du coude EK et du coude n°1**. L'acier austénitique 316 LN possède une composition chimique et un comportement mécanique proches de ceux de la phase austénitique des aciers duplex. **L'objectif de ces essais est donc d'accéder au comportement des phases ferritique et austénitique de l'acier biphasé par comparaison avec celui du matériau austénitique.**

6.2.1. Acier austénitique 316 LN

- Présentation du 316 LN

La nuance d'acier 316 LN étudiée est la nuance Virgo (Z2 CND 17-13). Sa composition chimique est donnée dans le Tableau 6 - 3. Par rapport à la composition de la phase austénitique du duplex (Tableau 4 – 3), la teneur en chrome de l'acier austénitique est plus faible et sa teneur en nickel, plus forte. De plus, la teneur en azote de l'acier monophasé est inférieure à celle de l'acier biphasé, ce qui laisse supposer une dureté plus faible. Le matériau se présente sous forme d'une tôle laminée d'épaisseur 15 mm ayant subi un traitement d'homogénéisation à 1 100°C suivi d'une hyper trempe à l'eau. Il contient moins de 1% de ferrite au cœur de la tôle. La taille des grains est de l'ordre de 50 µm. Des inclusions de sulfures de manganèse de forme allongée peuvent être observées dans le sens du laminage.

C	Cr	Ni	Mo	S	Mn	Si	N	B	Co	Cu	P
0.033	16.4	13.6	2.12	0.022	1.55	0.44	0.025	0.0012	0.18	0.07	0.0022

Tableau 6 - 3 : Composition chimique (% massique) de l'acier austénitique Virgo.

- Méthode expérimentale

Les essais sont réalisés sur une machine servohydraulique MTS 100 kN pilotée en déplacement vérin. Un extensomètre longitudinal est utilisé pour déterminer le module d'Young du matériau. Cependant la très grande ductilité du matériau n'a pas permis de conserver l'extensomètre pour les essais à rupture. Nous ne disposons donc que des courbes charge = f (déplacement vérin). Néanmoins ces courbes sont considérées comme représentatives du comportement du matériau, la rigidité de la machine vis-à-vis des éprouvettes étant suffisante.

Quatre éprouvettes sont testées. Elles ont un diamètre de 8 mm et une longueur utile de 12.5 mm (Figure 6 - 2).

Au cours de ces essais, **deux paramètres sont considérés : la température d'essai (20°C et 320°C) et la vitesse de déformation (10^{-1} s^{-1} et 10^{-3} s^{-1}).**

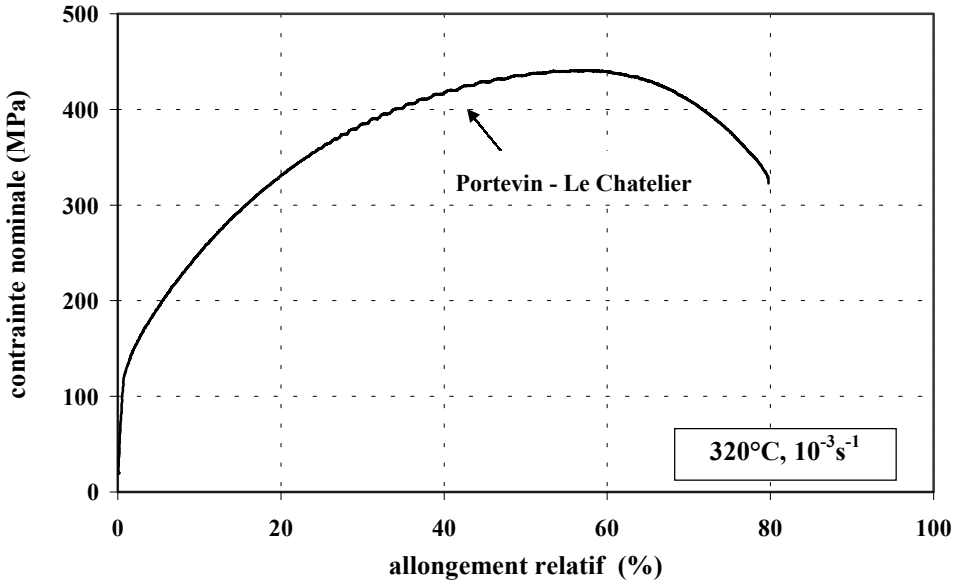


*Figure 6 - 4 : Courbe de traction contrainte nominale – allongement relatif de **l'acier Virgo** à 320°C et avec une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1}. Apparition d'effet Portevin - Le Chatelier.*

		E (GPa)	$R_{p0.2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A (%)	Z (%)	$R_m/R_{p0.2}$
20°C	Etat initial	175	346	612	32	59	1.77
	Vieilli 10 000 h à 400°C	?	356	644	5	?	1.81
320°C	Etat initial	?	217	512	35	60	2.36
	Vieilli 10 000 h à 400°C	?	222	608	19	?	2.74

*Tableau 6 - 4 : Module d'Young , limite d'élasticité à 0.2%, résistance maximale à la traction, allongement à rupture, striction et écrouissage en traction **du coude EK** testé à l'ambiante et à 320°C (données EDF).*

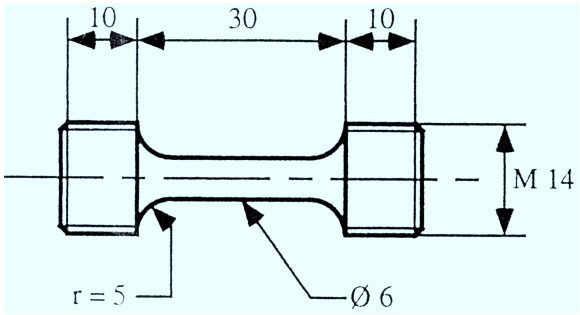


Figure 6 - 5 : Plan des éprouvettes de traction utilisées pour le coude n°1.

➢ Résultats expérimentaux

Les courbes contrainte nominale (F/S_0) – allongement relatif ($\Delta l/l_0$) obtenues à partir des courbes force – déplacement vérin sont présentées Figure 6 - 3. Les résultats en termes de module d'Young (E), limite d'élasticité conventionnelle à 0.2% de déformation ($R_{p0.2}$), résistance maximale à la traction (R_m), allongement à rupture (A) et striction (Z) sont regroupés dans le Tableau 6 - 2.

De manière générale, **l'acier austénitique présente une limite d'élasticité faible** (≈ 200 MPa à 20°C et 120 MPa à 320°C), une **très forte ductilité** (A ≈ 100%, Z ≈ 70%), et **un fort écrouissage** ($R_m/R_{p0.2} \approx 3$).

A même vitesse de déformation, **lorsque la température d'essai augmente, le module de Young, les contraintes caractéristiques et la ductilité diminuent, mais l'écrouissage du matériau augmente légèrement.**

Lorsque la vitesse de déformation augmente la ductilité diminue à 20°C comme à 320°C. En revanche, **l'écrouissage du matériau augmente à 20°C** (sensibilité positive à la vitesse de déformation) **et diminue à 320°C** (sensibilité négative à la vitesse de déformation).

En température (320°C) et à faible vitesse de déformation (10^{-3} s^{-1}), un écoulement saccadé ou effet Portevin - Le Chatelier est observé à partir d'une déformation d'environ 25% (Figure 6 - 4). En effet, si la température d'essai est assez élevée et la vitesse de déformation plastique pas trop grande, les dislocations glissent jusqu'à un obstacle où elles s'arrêtent et sont ancrées par des atomes interstitiels (atomes de type C, P, O, N) [Mulford et Kocks, 1979]. Il faut alors augmenter la contrainte pour faire repartir les dislocations. Ce phénomène n'est observé qu'à partir d'un certain taux de déformation nécessaire à la création de lacunes qui augmentent la diffusion des atomes mobiles de soluté. Ce phénomène est couramment observé dans les aciers austénitiques sollicités en traction dans le domaine de température de 200 à 550°C [Delobelle, 1993]. D'ailleurs, une sensibilité négative à la vitesse de déformation serait caractéristique des matériaux pouvant présenter un effet Portevin - Le Chatelier.

6.2.2. Coude EK

Nous n'avons pas réalisé d'essai de traction sur le coude EK. **Nous ne disposons donc que des données fournies par EDF** (Tableau 6 - 4).

La limite d'élasticité du matériau est faible (≈ 350 MPa à 20°C et ≈ 220 MPa à 320°C) et **l'écrouissage plutôt fort** (≈ 2).

6.2.3. Coude n°1

➢ Méthode expérimentale

Les essais ont été réalisés sur une machine électromécanique Zwick de capacité 100 kN pilotée en déplacement traverse. Les courbes charge = f (déplacement extensomètre) n'ont pu être tracées que

		Eprouvette	dε/dt (s^{-1})	$R_{p0.2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A (%)	Z (%)	$R_m/R_{p0.2}$
20°C	Défra	1	10^{-3}	354	630	60	75	1.78
		7	10^{-3}	381	621	51	78	1.63
	Vieilli	9	10^{-3}	482	765	17	33.9	1.59
		10	10^{-3}	444	742	15	17.9	1.67
320°C	Défragilisé	8	10^{-3}	238	529	51	61.6	2.22
		4	10^{-3}	238	380	40	68.9	1.59
		6	10^{-2}	240	497	43	61.6	2.1
		2	10^{-2}	240	485	38	68.9	2.03
		5	10^{-1}					
		3	10^{-1}	305	498	34	67.8	1.63
	Vieilli	15	10^{-4}	274	623	21	22.6	2.27
		11	10^{-3}	286	600	21	24.4	2.1
		14	10^{-3}	276	618	23	14.12	2.24
		12	10^{-2}	282	623	23	18.6	2.21
		16	10^{-2}	316	607	24	20.2	1.92
		13	10^{-1}	282	623	24	26	2.21

*Tableau 6 - 5 : Module d'Young , limite d'élasticité à 0.2%, résistance maximale à la traction, allongement à rupture, striction et écrouissage en traction du **coude n°1** testé à l'ambiante et à 320°C avec différentes vitesses de déformation.*

		$R_{p0.2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A (%)	Z (%)	$R_m/R_{p0.2}$
20°C	Etat initial	331	616	41.6	71.9	1.89
	Vieilli	357	727	11	21	2.03
		355	796	16	18	2.24
343°C	Etat initial	213	497	30	?	2.33

*Tableau 6 - 6 : Limite d'élasticité à 0.2%, résistance maximale à la traction, allongement à rupture, striction et écrouissage en traction du **coude n°1** déterminés par Framatome.*

pour quelques éprouvettes. Pour les autres éprouvettes, seules les courbes charge = f (déplacement traverse) ont été relevées. La rigidité de la machine n'étant pas suffisante vis-à-vis de la rigidité de l'éprouvette, les déformations lues sur ces courbes prennent en compte la déformation élastique de la ligne de la machine. Cependant, pour l'estimation des déformations à rupture (>20%), la déformation de la ligne est considérée comme négligeable (déformation élastique de l'éprouvette calculée à partir du déplacement traverse ≈ 4% au lieu de ≈ 2% calculés à partir du déplacement extensomètre).

16 éprouvettes sont prélevées en zone équiaxe du coude n°1 de telle façon que la direction de traction corresponde à la direction radiale du coude. Leur diamètre est de 6 mm et leur longueur utile de 20 mm (Figure 6 - 5). **La moitié des éprouvettes était vieillie 2 400 h à 400°C, l'autre moitié était défragilisée.**

Les essais sont réalisés à différentes températures (20°C et 320°C) et à différentes vitesses de déformation (10^{-4}, 10^{-3},10^{-2}, 10^{-1} s^{-1}).

Pour les essais en température, un four à radiations est utilisé, l'asservissement en température se faisant à partir de deux thermocouples soudés aux extrémités de la zone utile de l'éprouvette. Il a été vérifié que le gradient thermique dans cette zone n'était pas supérieur à 5°C.

- Résultats expérimentaux

Les propriétés en traction sont regroupées dans le Tableau 6 - 5.

Les résultats expérimentaux obtenus sont proches de ceux obtenus par Framatome sauf pour la limite d'élasticité à l'ambiante du matériau vieilli qui est supérieure (Tableau 6 - 6). Cette limite d'élasticité étant anormalement élevée (la limite d'élasticité d'un duplex est inférieure à 350 MPa), nous prendrons la limite d'élasticité et l'écrouissage déterminés par Framatome pour les comparaisons qui suivent. De manière générale**, l'acier austéno-ferritique coude n°1 présente une limite d'élasticité faible** (≈ 350 - 450 MPa à 20°C et 280 MPa à 320°C) et un fort écrouissage ($R_m/R_{p0.2} \approx 2$).

6.2.4. Conclusions

- Influence de la phase ferritique

La comparaison entre les courbes obtenues à $d\varepsilon/dt=10^{-3}$ s^{-1} pour l'acier austénitique et l'acier austéno-ferritique permet de mettre en valeur l'influence de la phase ferritique sur le comportement en traction du matériau (Figure 6 - 6). Ceci suppose que les deux austénites aient le même comportement mécanique et qu'on néglige l'effet de taille et de morphologie des grains. **La phase ferritique provoque une augmentation de la limite d'élasticité et une diminution importante de la ductilité du matériau, cette tendance étant accentuée lorsque la ferrite est vieillie**. La phase ferritique limite donc la déformation plastique du biphasé. L'observation des surfaces de rupture souligne les conclusions établies à partir des courbes de traction (Figure 6 - 7)

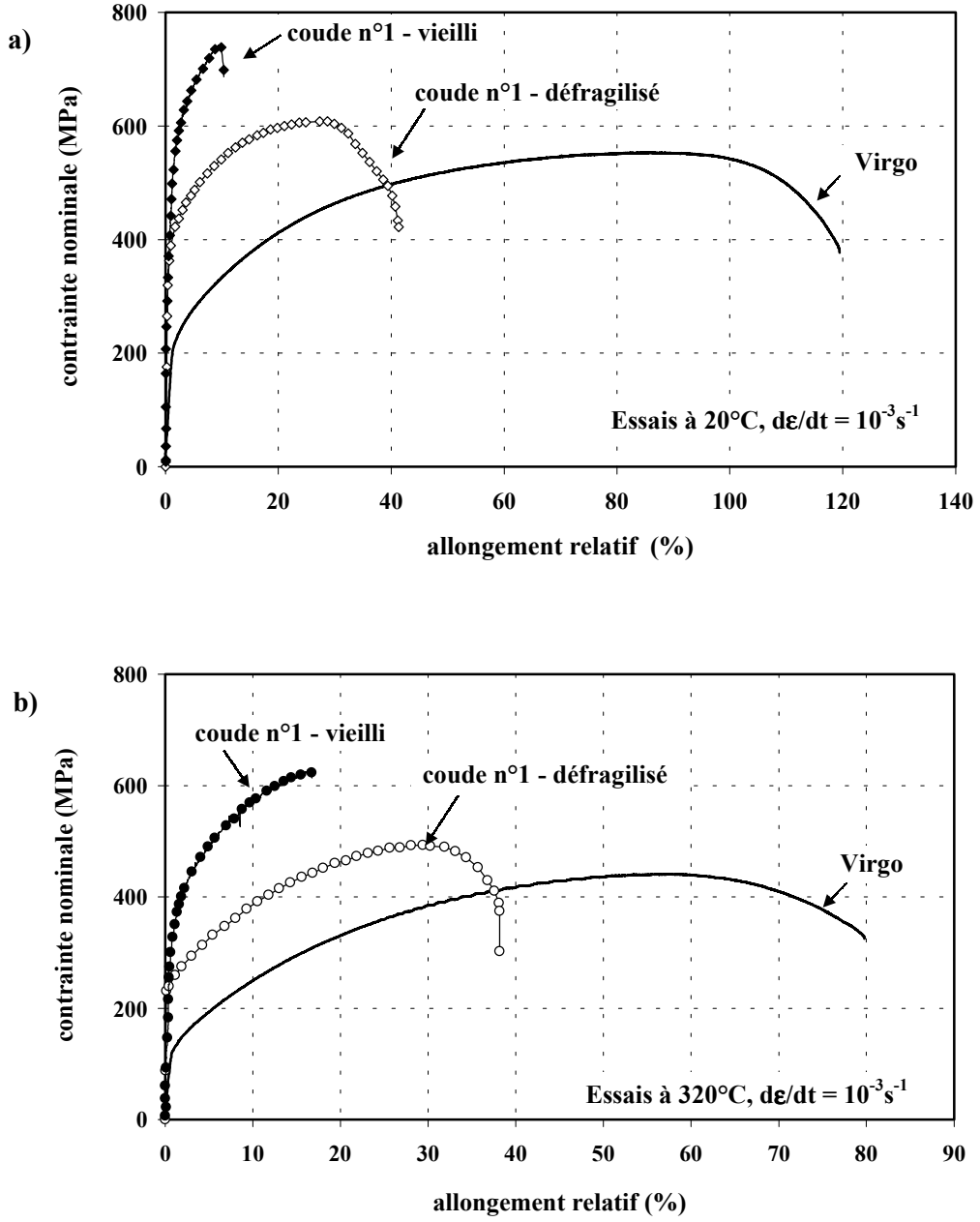
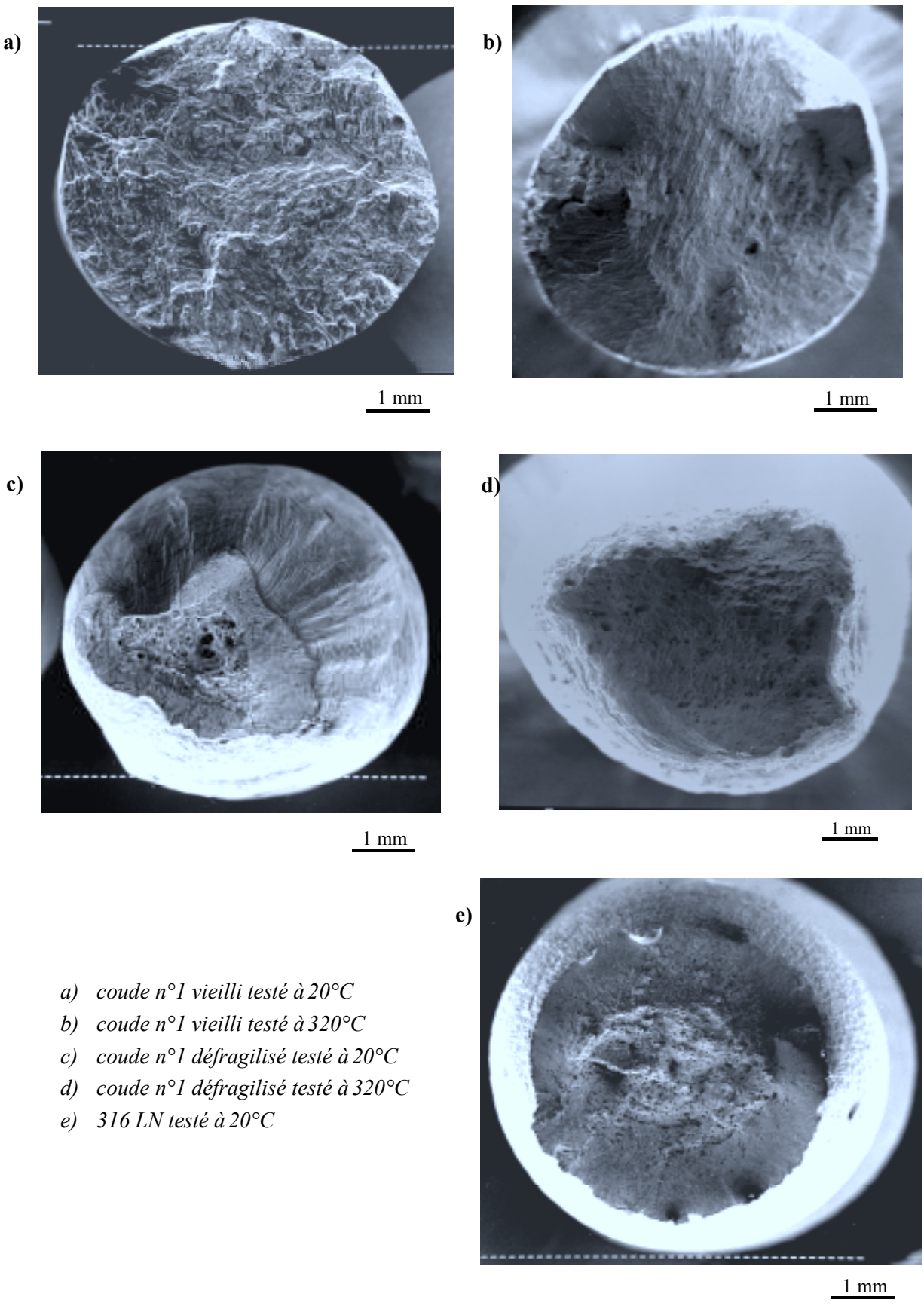


Figure 6 - 6 : Courbes de traction contrainte nominale-allongement relatif de ***l'acier Virgo et du coude n°1****. Vitesses de déformation de 10^{-3} s^{-1}. Courbes obtenues à partir de l'extensomètre pour l'acier austéno-ferritique. a) essais à 20°C ; b) essais 320°C.*



a) coude n°1 vieilli testé à 20°C
b) coude n°1 vieilli testé à 320°C
c) coude n°1 défragilisé testé à 20°C
d) coude n°1 défragilisé testé à 320°C
e) 316 LN testé à 20°C

Figure 6 - 7 : Observation en microscopie électronique à balayage des surfaces de rupture des éprouvettes de 316 LN testées à 20°C, et de coude n°1 vieilli et défragilisé testées à 20°C et 320°C.

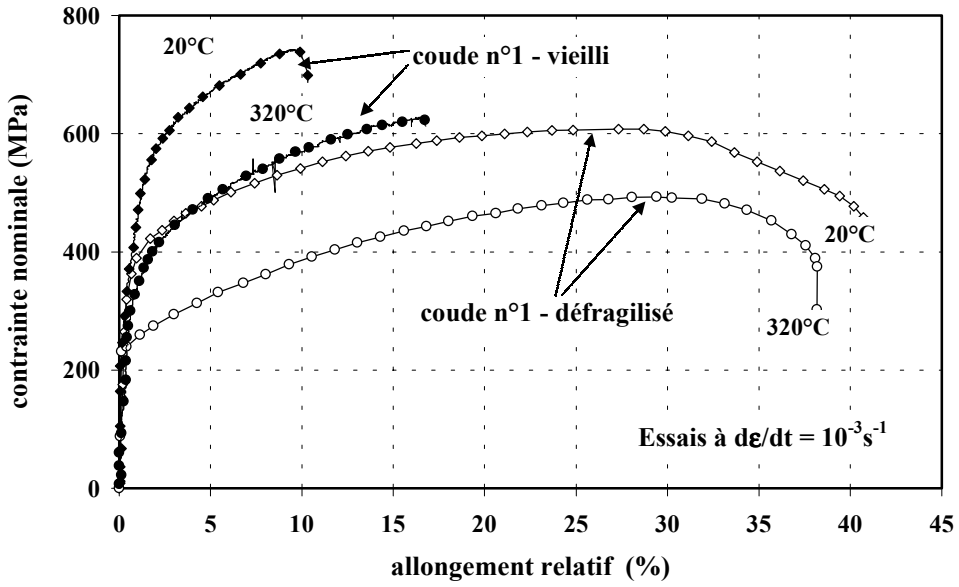


*Figure 6 - 8 : Courbes de traction contrainte nominale – allongement relatif du **coude n°1** vieilli et défragilisé à l'ambiante et à 320°C. Vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1}. Courbes obtenues à partir de l'extensomètre.*

➢ Influence du vieillissement

Le vieillissement de la ferrite provoque **une légère augmentation de la limite d'élasticité et une forte augmentation de la résistance maximale à la traction, ce qui a pour conséquence d'augmenter l'écrouissage du matériau** (Figure 6 - 8). En effet, la différence de comportement entre les deux phases croissant suite au durcissement de la ferrite, l'écrouissage « interphase » augmente. Il est cependant possible que l'écrouissage interne de la ferrite augmente également, contribuant à l'augmentation globale.

La phase ferritique, devenue fragile, provoque une **chute de la ductilité du matériau**.

Etant données les dispersions, il est **difficile de comparer les matériaux à l'état initial, défragilisé et vieilli.** Il semblerait cependant que la ductilité du coude n°1 soit supérieure à celle du coude EK.

➢ Influence de la température d'essai

L'augmentation de la température d'essai est responsable d'une **légère diminution de la limite d'élasticité du matériau.**

En ce qui concerne l'écrouissage, les tendances ne sont pas similaires pour le coude n°1 et pour le coude EK : alors que pour le coude EK, l'écrouissage augmente avec la température, pour le coude n°1, il diminue. **Une diminution de l'écrouissage semblerait plus logique** car la différence de comportement entre les deux phases s'estompe avec l'augmentation de température.

La ductilité du matériau non vieilli n'est quasiment pas affectée par la variation de température. En revanche, **celle du matériau vieilli augmente fortement**. En effet, la ferrite vieillie, beaucoup plus ductile à 320°C, ne rompt plus de manière fragile et donc limite beaucoup moins la déformation du matériau.

Toutes ces tendances sont mises en évidence à la Figure 6 - 8.

➢ Influence de la vitesse de déformation

L'effet de la vitesse de déformation sur le comportement du matériau **n'est pas identique sur matériau vieilli et non vieilli**.

Pour le matériau vieilli, l'augmentation de la vitesse de déformation n'a pas d'influence sur le comportement comme on peut le voir sur la Figure 6 - 9. Les variations d'allongement à rupture entrent dans la dispersion des essais expérimentaux. Cette dispersion est liée à la taille des grains par rapport à la section du fût de l'éprouvette (dans une éprouvette, il n'y a qu'un ou deux grains). Un écoulement saccadé ou effet Portevin - Le Chatelier apparaît pour des vitesses de déformation inférieures à 10^{-3} s^{-1}.

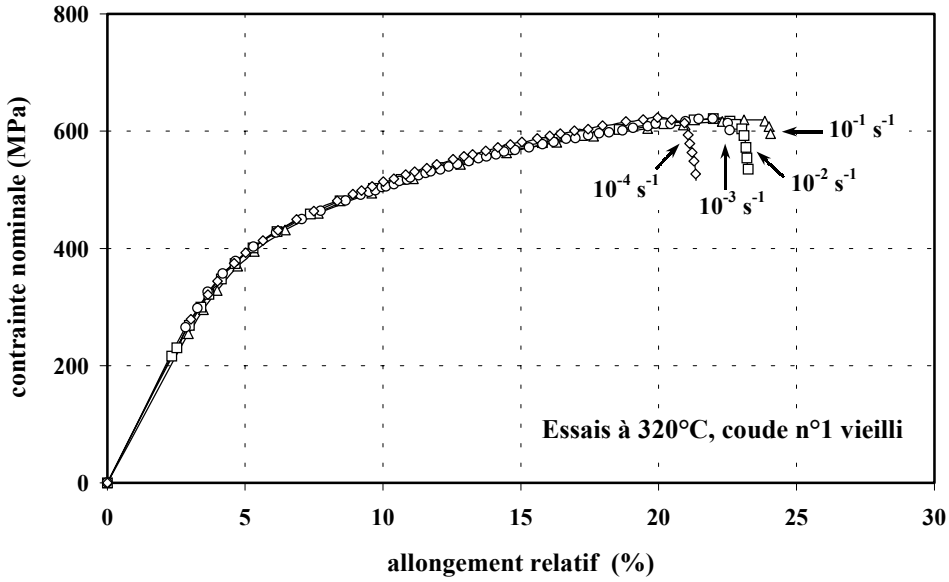


*Figure 6 - 9 : Courbes de traction contrainte nominale – allongement relatif du **coude n°1** vieilli testé à 320°C pour différentes vitesses de déformation. Courbes obtenues à partir du déplacement traverse.*

Contrairement au matériau vieilli, la vitesse de déformation a une influence sur le comportement en traction du **matériau défragilisé testé à 320°C** (Figure 6 - 10). En effet, **l'écrouissage et la ductilité du matériau diminuent avec l'accroissement de la vitesse**. Dans le matériau défragilisé, un effet « Portevin - Le Chatelier » apparaît pour des vitesses de déformation inférieures à 10^{-2} s^{-1}. Ce phénomène d'écoulement saccadé serait attribué à la phase austénitique.

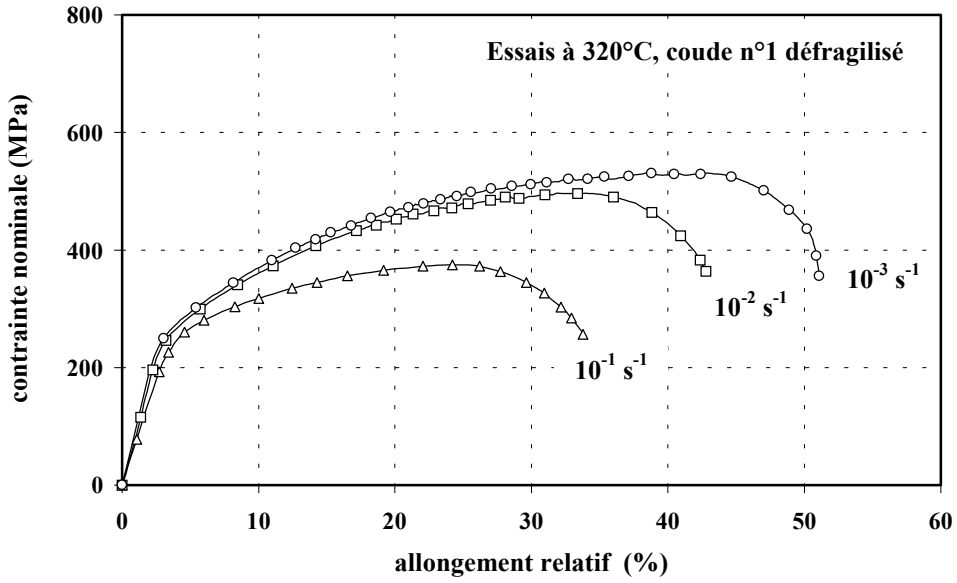


Figure 6 - 10 : Courbes de traction contrainte nominale – allongement relatif du ***coude n°1*** *défragilisé testé à 320°C pour différentes vitesses de déformation. Courbes obtenues à partir du déplacement traverse.*

Conclusions :

- ***Sous sollicitation de traction, les aciers austéno-ferritiques présentent une faible limite d'élasticité (≈ 350 MPa) et un fort écrouissage (≈ 2).***
- ***La présence de la phase ferritique provoque une augmentation de la limite d'élasticité et de l'écrouissage du matériau par rapport à un acier austénitique. En revanche, la ductilité du matériau diminue. Ces phénomènes sont amplifiés lorsque la phase ferritique est vieillie.***
- ***Le vieillissement du matériau provoque une faible augmentation de la limite d'élasticité, une augmentation de l'écrouissage mais surtout une diminution de la ductilité.***
- ***L'augmentation de la température d'essai a pour conséquence la diminution de la limite d'élasticité. La ductilité augmente pour le matériau vieilli mais reste inchangée pour le matériau défragilisé. L'écrouissage du coude EK augmente alors que celui du coude n°1 diminue. Une diminution de l'écrouissage semble cependant plus plausible.***
- ***La diminution de la vitesse de déformation n'a pas de conséquence pour les matériaux vieillis. En revanche, pour le matériau défragilisé, une diminution de vitesse provoque l'augmentation de la ductilité et de l'écrouissage. A 320°C, un effet Portevin - Le Chatelier apparaît pour des vitesses de déformation inférieures à $10^{-3}s^{-1}$.***

6.3. RESILIENCE

La résistance à la propagation d'une fissure sous chargement monotone a été mesurée par essai de flexion trois points lente. L'essai classiquement employé pour mesurer les énergies à rupture est l'essai Charpy. Cependant, Devillers-Guerville [1998] a montré qu'il y avait équivalence à température ambiante, en termes d'énergie à rupture, entre l'essai dynamique Charpy et l'essai de flexion trois points lente. Nous avons donc utilisé l'essai de flexion car celui-ci est plus facile à interpréter que l'essai Charpy.

➢ Procédure expérimentale

Les éprouvettes utilisées sont des éprouvettes KCU de type Charpy ayant une section de 10 x 10 mm^2 (Figure 6 - 11) pour les éprouvettes de coude n°1 et ayant une section de 5.5 x 5.5 mm (Figure 6 - 12) pour les éprouvettes de coude EK. Les éprouvettes de section 5.5 x 5.5 mm sont, dans leur section, homothétiques aux éprouvettes de section 10 x 10 mm. L'entaille ayant une profondeur de 2.75 mm, le ligament de l'éprouvette est de taille fortement réduite (ce qui correspond à la taille d'un grain ferritique).

Les éprouvettes à section réduite ont été utilisées pour le coude EK dans le but de comparer la résilience du matériau brut de prédéformation à la résilience du matériau prédéformé en fatigue (voir Chapitre 7). Les éprouvettes prédéformées étaient prélevées dans le fût d'éprouvettes de fatigue oligocyclique ayant un diamètre de 8.6 mm, d'où la nécessité de réduire la section des éprouvettes KCU.

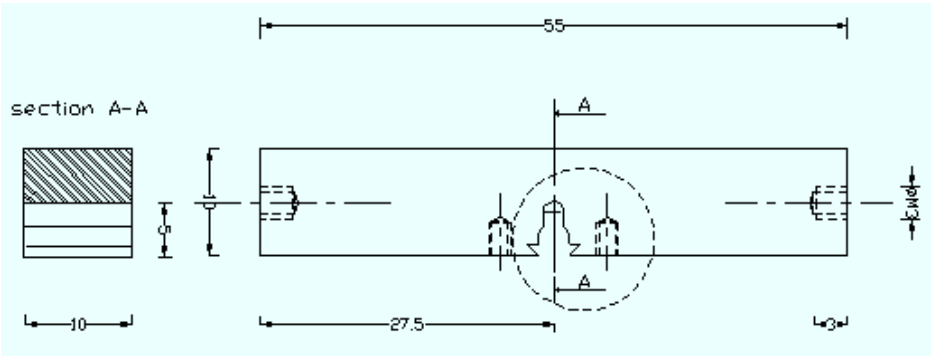


Figure 6 - 11 : Plan des éprouvettes KCU de section 10 x 10 mm^2.

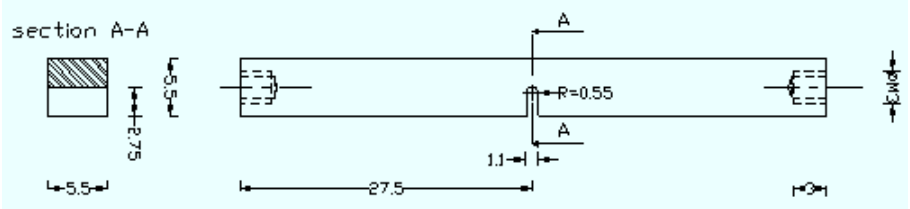


Figure 6 - 12 : Plan des éprouvettes KCU de section 5.5 x 5.5 mm^2.

Toutes ces éprouvettes sont prélevées en zone équiaxe des matériaux. **Six éprouvettes sont prélevées dans le coude n°1 : quatre vieillies et deux défragilisées. En ce qui concerne le coude EK, 10 éprouvettes du matériau vieilli sont testées.**

Les essais sont réalisés **à l'ambiante** sur une machine servohydraulique Instron de capacité 250 kN. L'éprouvette est placée sur deux appuis distants de 40 mm et le vérin descend à une vitesse de 5 µm/s comme indiqué sur la Figure 6 - 13.

Au cours de l'essai, l'évolution de la charge en fonction du déplacement vérin est relevée. L'énergie à rupture correspond à l'aire sous la courbe. Cette surface a été mesurée par la méthode de la pesée.

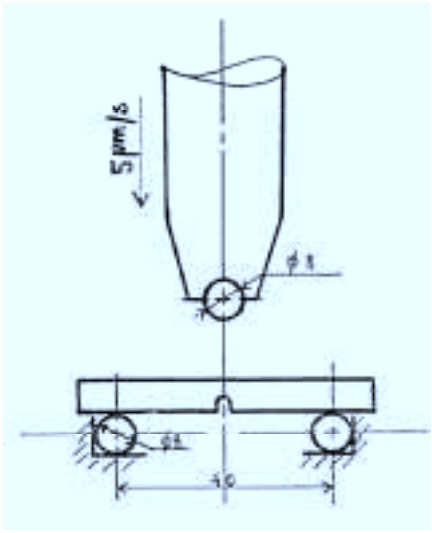


Figure 6 - 13 : Dispositif expérimental des essais de flexion trois points lente.

➢ Résultats expérimentaux

La Figure 6 - 14 permet de comparer les courbes charge – déplacement vérin des trois matériaux. Les éprouvettes défragilisées n'ont pas pu être rompues au cours de ces essais. En effet, ces éprouvettes se sont déformées mais aucune fissure macroscopique n'est apparue, le matériau étant très ductile. Dans ce cas, seule une minoration de l'énergie à rupture a pu être déterminée.

Les énergies à rupture mesurées expérimentalement sont regroupées dans le Tableau 6 - 7 et comparées aux données EDF et Framatome. **Les résiliences des deux matériaux non vieillis sont identiques et chutent avec le vieillissement. On constatera que la résilience du coude n°1 vieilli et légèrement supérieure à celle du coude EK vieilli**.

Les essais sur coude EK et sur coude n°1 ayant été réalisés sur deux géométries d'éprouvettes distinctes, il est possible de s'interroger sur la validité de la comparaison des résultats.

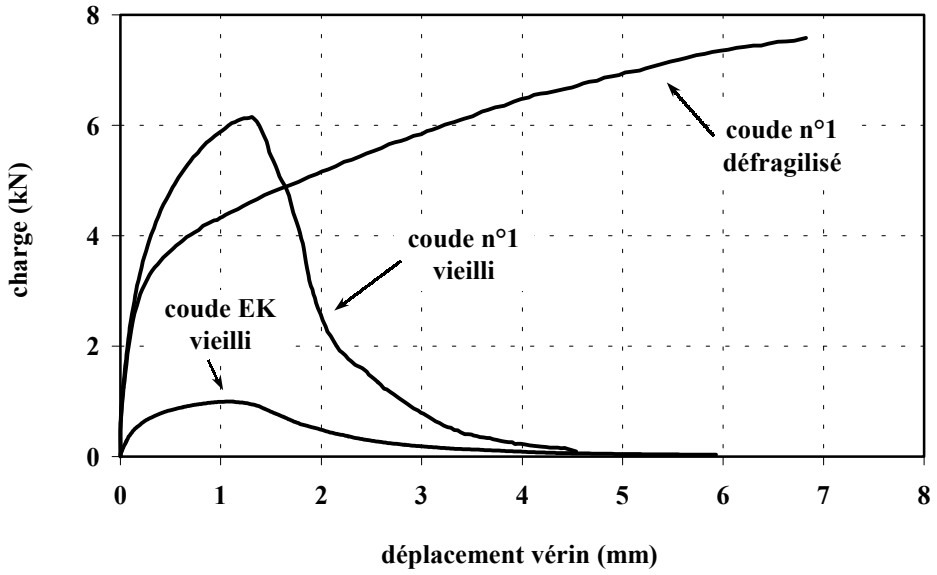


Figure 6 - 14 : Courbes charge – déplacement vérin du coude n°1 vieilli et défragilisé et du coude EK vieilli.

		énergie à rupture (daJ/cm^2)	
		mesures expérimentales	**données**
coude n°1	**non vieilli**	> 9.1	22.9
	vieilli 2 400 h à 400°C	2.5 ± 0.1	2
coude EK	**état initial**	-	19.5
	vieilli 10 000 h à 400°C	1 ± 0.2	1.5

Tableau 6 - 7 : Energie à rupture à l'ambiante. Mesures expérimentales par essais de flexion trois points lente et données EDF (coude EK) et Framatome (coude n°1). ***Le coude n°1 non vieilli correspond au matériau défragilisé pour les expériences et au matériau à l'état initial pour les données Framatome.***

Dans cet objectif, Devillers-Guerville [1998] a comparé les énergies à rupture du coude EK vieilli mesurées à partir d'éprouvettes de section 10 x 10 mm à celles mesurées à partir d'éprouvettes de section 5.5 x 5.5 mm. Selon cet auteur, la dispersion sur les résultats expérimentaux est d'autant plus grande que l'épaisseur de l'éprouvette est faible. En effet, la taille du ligament diminuant, le nombre de grains présents sur celui-ci diminue. Il n'y a alors pas d'effet de moyenne sur plusieurs grains. L'énergie à rupture dépend donc fortement du fait que ces grains sont bien ou mal orientés pour rompre. Cet auteur a également constaté que l'énergie à rupture mesurée sur éprouvette à section réduite était supérieure à celle mesurée sur éprouvette à section non réduite.
Nos résultats sont cependant en correspondance avec les données de la littérature, ce qui indique qu'il n'y a pas eu de problème expérimental.

Conclusions :

L'énergie à rupture des matériaux non vieillis vaut environ 20 daJ/cm^2. Cette énergie chute avec le vieillissement du matériau jusqu'à 2 daJ/cm^2 pour le coude n°1 vieilli et 1.5 daJ/cm^2 pour le coude EK vieilli.

CONCLUSIONS

Nous avons à notre disposition 5 matériaux que nous avons étudiés et comparés au cours de cette partie :

- Le coude n°1 : défragilisé
  vieilli 2 400 h à 400°C
- Le coude EK : à l'état initial
  défragilisé
  vieilli 10 000 h à 400°C

➢ **Les compositions chimiques et inclusionnaires des coudes EK et n°1 sont similaires**. Les deux matériaux présentent de plus des teneurs en ferrite proches : 28% pour le coude EK et 32% pour le coude n°1.

➢ En ce qui concerne leurs **propriétés mécaniques**,

▪ Les duretés des phases ferritiques des matériaux à l'état initial et défragilisé sont très proches, ce qui laisse supposer que **le traitement de défragilisation a été réalisé avec succès**. La dureté de la ferrite du coude n°1 vieilli 2 400 h à 400°C est inférieure à celle du coude EK vieilli 10 000 h à 400°C. Ces résultats sont confirmés par les données de résilience : les résiliences des deux matériaux à l'état initial sont identiques et **l'énergie à rupture du coude n°1 vieilli est légèrement supérieure à celle du coude EK vieill**i.

▪ Au vu des dispersions expérimentales, il est **difficile de comparer les caractéristiques de traction des matériaux défragilisés et à l'état initial. Il en va de même pour les deux matériaux vieillis**. Il semblerait cependant que la **ductilité du coude n°1 soit supérieure à celle du coude EK**, que les matériaux soient vieillis ou non.

▪ Pour un même matériau, **le vieillissement provoque une légère augmentation de la limite d'élasticité, une forte augmentation de l'écrouissage et la chute de la ductilité**. **L'accroissement de la température d'essai est responsable d'une légère diminution de la limite d'élasticité et de l'écrouissage. En revanche, la ductilité augmente.**

➢ Les pièces obtenues par moulage statique présentent des **grains basaltiques allongés selon la direction <100>α en peau** de moule et des **grains équiaxes d'orientation cristallographique aléatoire à cœur**. **Leur microstructure est complexe**. Les deux phases sont bipercolées et obéissent à des relations cristallographiques proches de celles de Kurdjumov-Sachs (KS). La phase ferritique se présente sous forme de grains convexes de 2 à 3 mm. La phase austénitique forme également des grains ayant une taille de l'ordre du millimètre. Cependant, ceux-ci ne sont pas convexes et peuvent

être en relation KS avec deux grains ferritiques fortement désorientés. De plus, un grain austénitique est formé de paquets de lattes de morphologie et d'orientation dans l'espace très variées. On notera que l**a microstructure du coude EK est plus grossière que celle du coude n°1**.

Le fait que l'austénite puisse former des grains en relation KS avec deux grains ferritiques distincts nous a amené à nous interroger sur les étapes de solidification de ces matériaux moulés. Les étapes de solidification peuvent être suggérées par l'étude des diagrammes ternaires Fe-Cr-Ni. Cependant, nos matériaux ne contenant pas que du fer, du nickel et du chrome, il est nécessaire de calculer des teneurs en chrome et nickel équivalents. Or, il existe de nombreuses formules permettant d'effectuer ce calcul. De plus, les diagrammes ternaires ne sont pas uniques. L'étude des étapes de solidification par ce moyen est donc très approximative. La solidification a donc été étudiée par Trempe en Solidification Dirigée. Il a ainsi été prouvé que **la ferrite se forme en premier suivie par l'austénite**.

- La comparaison des propriétés mécaniques des matériaux sous sollicitation monotone sera complétée par une étude comparative sous sollicitations cycliques (Chapitre 7). Cependant, si du point de vue mécanique, les matériaux sont considérés comme homogènes, on tiendra compte de la complexité de la microstructure lors de l'étude des mécanismes d'endommagement et de rupture par fatigue (Chapitre 9 et Partie E).

Partie D :

COMPORTEMENT MECANIQUE ET MECANISMES DE PROPAGATION DE FISSURE PAR FATIGUE

Cette partie s'articule en trois chapitres. Le premier concerne l'étude du comportement du matériau et de l'évolution de la phase α' sous sollicitations cycliques. Puis, les vitesses de propagation et les niveaux de fermeture de fissure sont abordés. Un troisième chapitre est consacré aux mécanismes d'endommagement et de rupture ainsi qu'au chemin de fissuration.

Chapitre 7 : Fatigue oligocyclique……...……..154

Chapitre 8 : Vitesses de propagation de fissure par fatigue…...……213

Chapitre 9 : Mécanismes de propagation de fissure par fatigue……...…….255

7. FATIGUE OLIGOCYCLIQUE

7.1. ETUDE DU COMPORTEMENT CYCLIQUE DU MATERIAU……...…177

7.1.1. Mise en œuvre expérimentale

7.1.2. Tendances générales

7.1.3. Influence de la ferrite

7.1.4. Influence du vieillissement

7.1.5. Influence de la température d'essai

7.2. EVOLUTION DE LA PHASE α'AVEC LES SOLLICITATIONS CYCLIQUES……..200

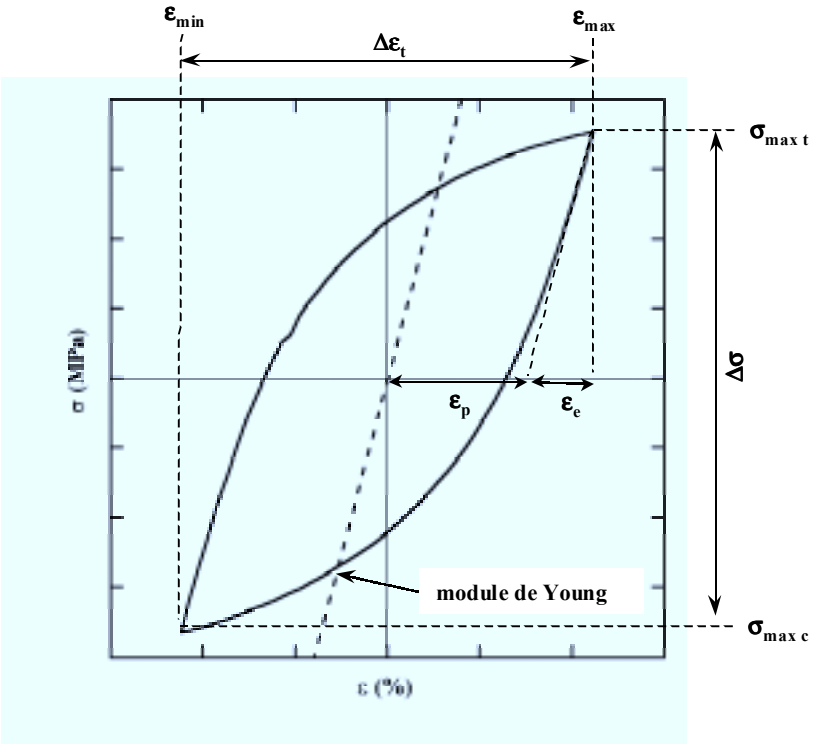
7.2.1. Mise en œuvre expérimentale

7.2.2. Conséquences de la sollicitation cyclique

7.2.3. Mesure des énergies à rupture

7.2.4. Discussion

7.3. CONCLUSIONS……...……210



σ_{maxt} : contrainte maximale de traction
σ_{maxc} : contrainte maximale de compression
$\Delta\sigma = \sigma_{maxt} - \sigma_{maxc}$: amplitude de contraintes

N : nombre de cycles appliqués

$\Delta\varepsilon_t$: amplitude de déformation totale
ε_e : déformation élastique
ε_p : déformation plastique
$\Delta\varepsilon_t / 2 = (\varepsilon_{max} - \varepsilon_{min}) / 2 = \varepsilon_p + \varepsilon_e$

Figure 7 - 1 : Nomenclature des termes et symboles utilisés pour les essais de fatigue oligocyclique.

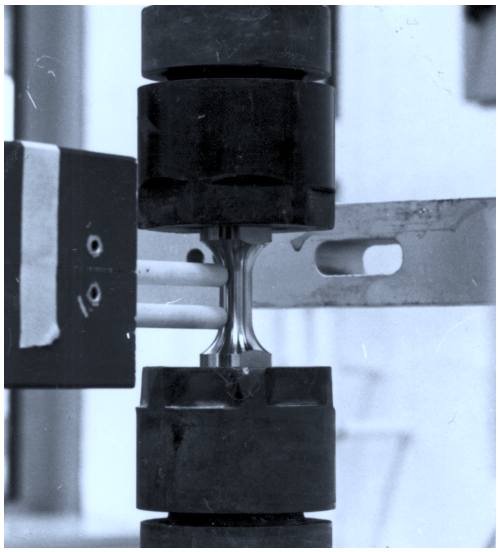


Figure 7 - 2 : Photo du dispositif expérimental : extensomètre longitudinal et fût de l'éprouvette.

Dans ce chapitre, deux aspects seront abordés. Le premier sera **l'étude du comportement cyclique du matériau** et plus particulièrement de son **écrouissage** afin d'expliquer, entre autres, la fermeture de fissure dans la Partie E « Discussion ». Le second concerne **l'évolution de la phase α' sous sollicitations cycliques**, le but étant de définir si cette phase peut être cisaillée ce qui « supprimerait » localement le vieillissement du matériau.

7.1. ETUDE DU COMPORTEMENT CYCLIQUE DU MATERIAU

Des essais de fatigue oligocyclique ont été réalisés afin de déterminer le comportement cyclique des aciers austéno-ferritiques **en fonction de leur niveau de vieillissement et de la température d'essai**. Les notations utilisées au cours de ce paragraphe sont présentées à la Figure 7 - 1.

7.1.1. Mise en œuvre expérimentale

Les éprouvettes de fatigue oligocyclique présentent un diamètre de 8 mm et une longueur utile de 12.5 mm (Figure 7 - 3). Selon les dimensions des tronçons de coudes mis à notre disposition, les éprouvettes ont été prélevées de telle sorte que leur direction de sollicitation corresponde à la direction radiale (coude EK) ou à la direction tangentielle (coude n°1). Cependant, le fût des éprouvettes étant situé en zone équiaxe, le sens de prélèvement des éprouvettes n'a a priori aucune influence sur le comportement cyclique du matériau.
Les matériaux étudiés sont le **coude n°1 défragilisé** (3 h à 1 100°C + WQ) et **vieilli 2 400 h à 400°C** ainsi que le **coude EK à l'état initial et vieilli 10 000 h à 400°C** [Bugat, 2000]. Nous présenterons également les résultats que Bugat [2000] a obtenu sur un **acier austénitique**, l'acier 316 LN présenté au Chapitre 6, le but étant de mettre en évidence **l'influence de la ferrite sur le comportement cyclique**.

Les essais sont réalisés **à l'ambiante et à 320°C** sous des sollicitations de traction compression triangulaires ($R = \varepsilon_{max} / \varepsilon_{min} = -1$). Les deux machines servohydrauliques MTS que nous avons utilisées, de capacité 100 kN et 250 kN, sont pilotées en déformation totale à l'aide d'un extensomètre longitudinal appliqué sur le fût de l'éprouvette (Figure 7 - 2).

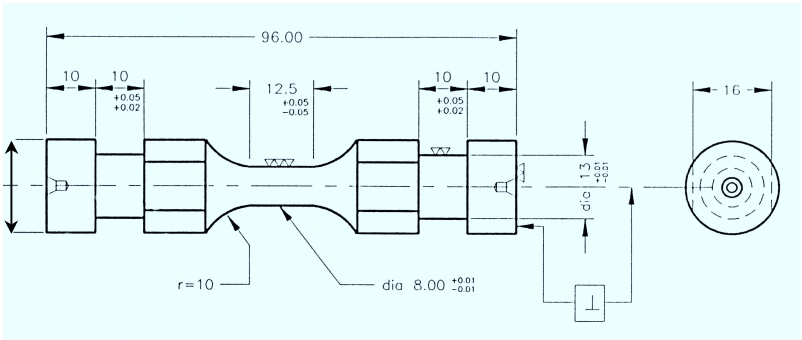


Figure 7 - 3 : Plan des éprouvettes de fatigue oligocyclique.

	vieilli		**défragilisé**	
	Ep 3	Ep 4	Ep 1	Ep 2
(N_1, $\Delta\varepsilon_{t1}/2$)	(18, 0.5%)	(20, 0.35%)	(20, 0.5%)	(20, 0.35%)
(N_2, $\Delta\varepsilon_{t2}/2$)	(10, 1%)	(10, 0.75%)	(10, 1%)	(10, 0.75%)
(N_3, $\Delta\varepsilon_{t3}/2$)	(20, 1.5%)	(20, 1%)	(20, 1.5%)	(20, 1%)

Tableau 7 - 1 : Etat et niveaux de déformation totale subis par chaque éprouvette de ***coude n°1 testée à l'ambiante****. $\Delta\varepsilon_{ti} / 2$ = amplitude de déformation totale. N_i = nombre de cycles pour lesquels $\Delta\varepsilon_{ti} / 2$ est appliquée.*

	vieilli		**défragilisé**	
	Ep 5	Ep 9	Ep 6	Ep 7
(N_1, $\Delta\varepsilon_{t1}/2$)	(20, 0.25%)	(20, 0.5%)	(20, 0.25%)	(20, 0.5%)
(N_2, $\Delta\varepsilon_{t2}/2$)	(20, 0.75%)	(20, 1%)	(20, 0.75%)	(20, 1%)
(N_3, $\Delta\varepsilon_{t3}/2$)	(20, 1.25%)	(20, 1.5%)	(20, 1.25%)	(20, 1.5%)

Tableau 7 - 2 : Etat et niveaux de déformation totale subis par chaque éprouvette de ***coude n°1 testée à 320°C****.*

	vieilli			**état initial**		
	Ep 1	Ep 2	Ep 3	Ep A	Ep B	Ep C
(N_1, $\Delta\varepsilon_{t1}/2$)	(20, 0.15%)	(20, 0.6%)	(20, 0.65%)	(20, 0.25%)	(20, 0.5%)	(20, 0.75%)
(N_2, $\Delta\varepsilon_{t2}/2$)	(20, 0.3%)	(20, 0.9%)	(20, 0.95%)	(20, 0.75%)	(20, 1%)	(20, 1.25%)
(N_3, $\Delta\varepsilon_{t3}/2$)	(20, 0.45%)	(20, 1.2%)	(20, 1.35%)	(20, 1.25%)	(20, 1.5%)	(20, 1.75%)

Tableau 7 - 3 : Etat et niveaux de déformation totale subis par chaque éprouvette de ***coude EK testée à l'ambiante****.*

	état initial	
	Ep D	Ep E
(N_1, $\Delta\varepsilon_{t1}/2$)	(20, 0.25%)	(20, 0.5%)
(N_2, $\Delta\varepsilon_{t2}/2$)	(20, 0.75%)	(20, 1%)
(N_3, $\Delta\varepsilon_{t3}/2$)	(20, 1.25%)	(20, 1.5%)

Tableau 7 - 4 : Etat et niveaux de déformation totale subis par chaque éprouvette de ***coude EK testée à 320°C****.*

La vitesse de déformation totale imposée est de 10^{-3} s^{-1}. Afin de réduire le nombre d'éprouvettes utilisées, **trois niveaux de déformation différents ($\Delta\varepsilon_{ti}$ / 2) sont imposés à chaque éprouvette en acier austéno-ferritique et deux niveaux, aux éprouvettes en acier austénitique**. Ces niveaux de déformation varient de 0.15% à 1.5%. Le nombre de cycles (N_i) appliqués par niveau de déformation est suffisant pour permettre la stabilisation du comportement cyclique du matériau.

Les courbes charge en fonction de l'ouverture de l'extensomètre sont acquises sur table traçante ainsi que sur ordinateur pour certaines éprouvettes.

Les différents types d'essais sont récapitulés dans les Tableau 7 - 1, Tableau 7 - 2, Tableau 7 - 3, Tableau 7 - 4 et Tableau 7 - 5.

	Ep 1	Ep 2
(N_1, $\Delta\varepsilon_{t1}$/2)	(20, 0.4%)	(20, 0.5%)
(N_2, $\Delta\varepsilon_{t2}$/2)	(20, 1.2%)	(20, 1.6%)

*Tableau 7 - 5 : Niveaux de déformation totale subis par chaque éprouvette de **316 LN testée à l'ambiante**.*

7.1.2. Tendances générales

Le comportement cyclique des aciers austéno-ferritiques présente des tendances générales qui sont plus ou moins accentuées en fonction du vieillissement et de la température d'essai.

- La première remarque que l'on puisse faire, au vu des boucles d'hystérésis contrainte – déformation stabilisées, est que ces matériaux présentent un **fort effet Bauschinger** caractéristique de l'écrouissage cinématique (Figure 7 - 4). En effet, contrairement à l'écrouissage isotrope pour lequel les limites d'élasticité en traction et en compression sont symétriques, un matériau ayant un comportement cinématique se déforme plastiquement en compression avant d'atteindre l'opposé de la limite d'élasticité de traction. Pour les aciers austéno-ferritiques, l'écrouissage cinématique est tellement marqué que le matériau peut se déformer plastiquement, à la décharge, avant même d'entrer en compression.

- En traçant, pour un essai, la courbe σ_{max} en fonction du nombre de cycles appliqués (Figure 7 - 5), on constate que le matériau **s'accommode rapidement**. En effet, en moins de vingt cycles, les contraintes maximales de traction et de compression n'évoluent plus.

- On notera également qu'à chaque cycle, **la contrainte maximale de compression est supérieure à la contrainte maximale de traction**, la différence pouvant atteindre 40 MPa. La résistance supérieure du matériau en compression n'est pas principalement liée au fait que les fissures de clivage soient fermées en compression et ouvertes en traction. En effet, pour ces essais à faible nombre de cycles et à faible amplitude de déformation, l'endommagement de la ferrite par clivage est faible (§ 7.2.2).

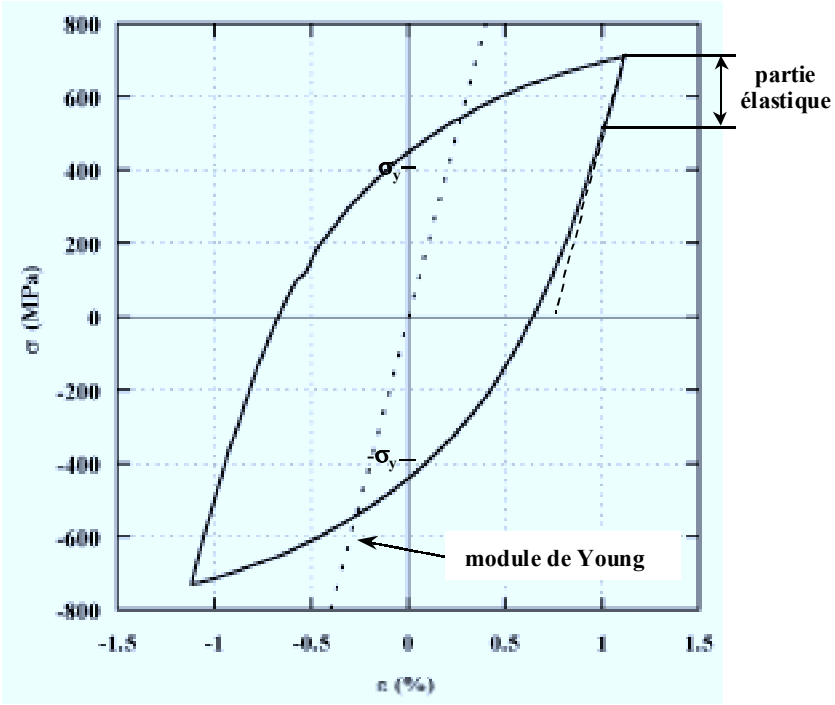


Figure 7 - 4 : Mise en évidence de l'effet Bauschinger. Coude n°1 vieilli testé à l'ambiante.

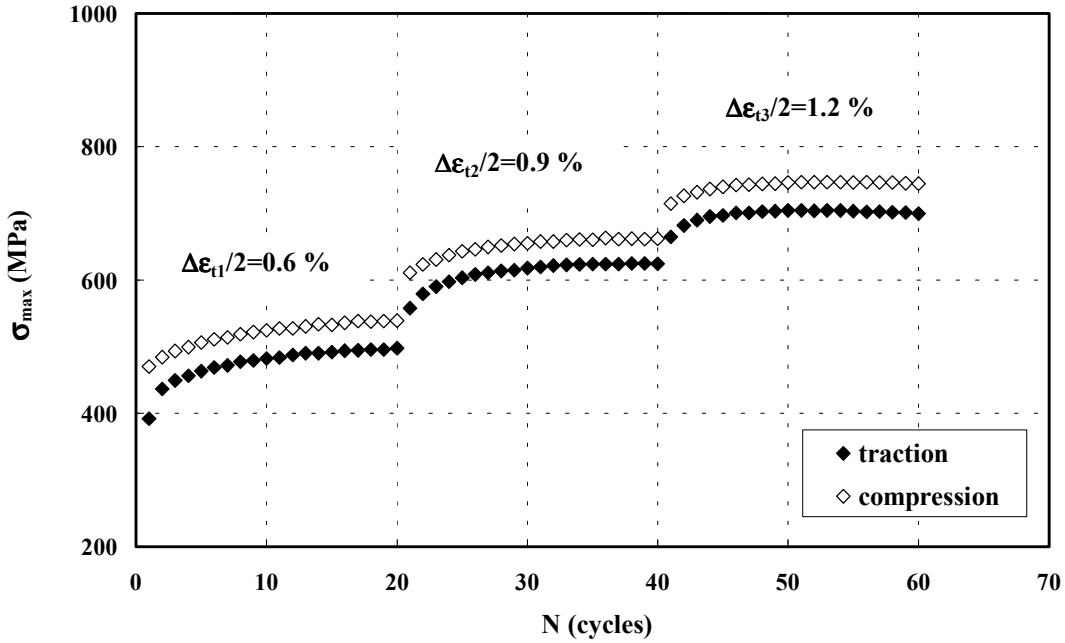


Figure 7 - 5 : Evolution des contraintes maximales de traction et de compression en fonction du nombre de cycles appliqués. Coude EK vieilli testé à l'ambiante.

La dissymétrie entre les contraintes de traction et de compression est plutôt **liée à un effet caractéristique de la structure cubique centrée de la ferrite** [François et al., 1995]. Dans les cubiques centrés, le cœur des dislocations vis est dissocié sur plusieurs plans. Il en résulte une dissymétrie entre les limites d'élasticité en traction et en compression, comme cela est expliqué au paragraphe 2.2.

➢ La courbe d'écrouissage cyclique relie la demi amplitude de contrainte à la demi amplitude de déformation plastique des cycles stabilisés. Elle peut être décrite par une loi du type $\sigma = \sigma_0 + K\varepsilon_p^n$.
A la Figure 7 - 6, la courbe d'écrouissage cyclique est comparée à la courbe d'écrouissage monotone obtenue en traction. Cette comparaison met en évidence la **consolidation cyclique du matériau** qui apparaissait déjà à la Figure 7 - 5. Les coefficients d'écrouissage cyclique n valent environ 0.35 pour le matériau vieilli et 0.20 pour le matériau non vieilli à l'ambiante. En traction, ce coefficient vaut 0.21 pour le matériau vieilli et 0.15 pour le matériau non vieilli.
Le durcissement cyclique est lié à la multiplication des dislocations avec la déformation plastique. Les cellules de dislocations typiques de la fatigue à forte amplitude ont des caractéristiques différentes de celles formées en déformation monotone : leurs parois sont plus étroites. La taille des cellules diminuant lorsque l'amplitude de déformation imposée augmente, la contrainte à saturation s'accroît, d'où un durcissement cyclique [Bathias et Baïlon, 1980].

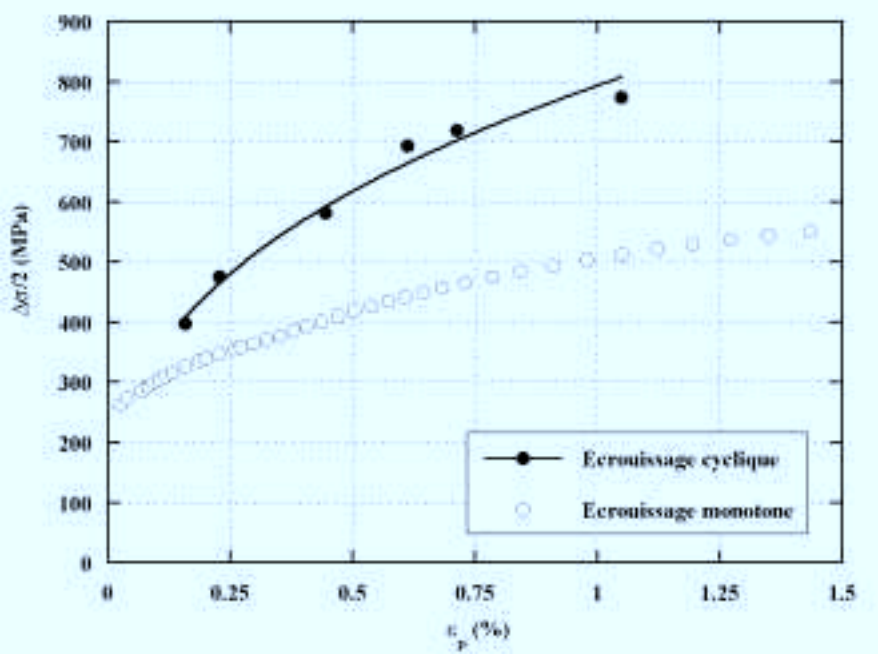


Figure 7 - 6 : Comparaison des écrouissages cyclique et monotone. Mise en évidence de la consolidation cyclique. Coude n°1 vieilli testé à 20°C.

➢ L'écrouissage cyclique peut se décomposer en une partie isotrope et une partie cinématique comme le montre la Figure 7 - 7. Pour un cycle, l'écrouissage isotrope ($\Delta\sigma_i$) est évalué par la contrainte correspondant à la demi-décharge élastique et l'écrouissage cinématique ($\Delta\sigma_c$), par la contrainte complémentaire à la contrainte maximale de traction ($\Delta\sigma_c = \sigma_{maxt} - \Delta\sigma_i$).

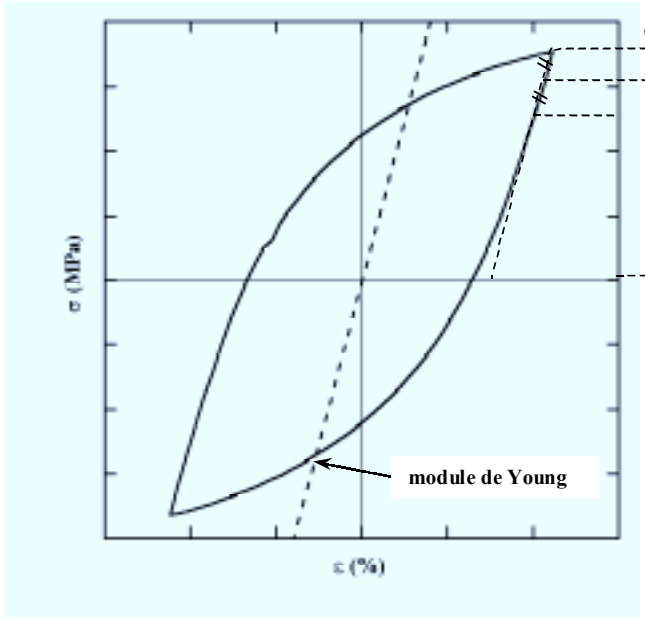


Figure 7 - 7 : Définition de l'écrouissage cinématique ($\Delta\sigma_c$) et isotrope ($\Delta\sigma_i$) à partir d'une boucle d'hystérésis contrainte – déformation.

L'écrouissage isotrope correspond à une dilatation simple du critère initial, le domaine de plasticité restant centré sur $\sigma = 0$ (Figure 7 - 8). La limite d'élasticité reste donc identique en traction et en compression, ce qui donne une forme de boucles d'hystérésis carrée.

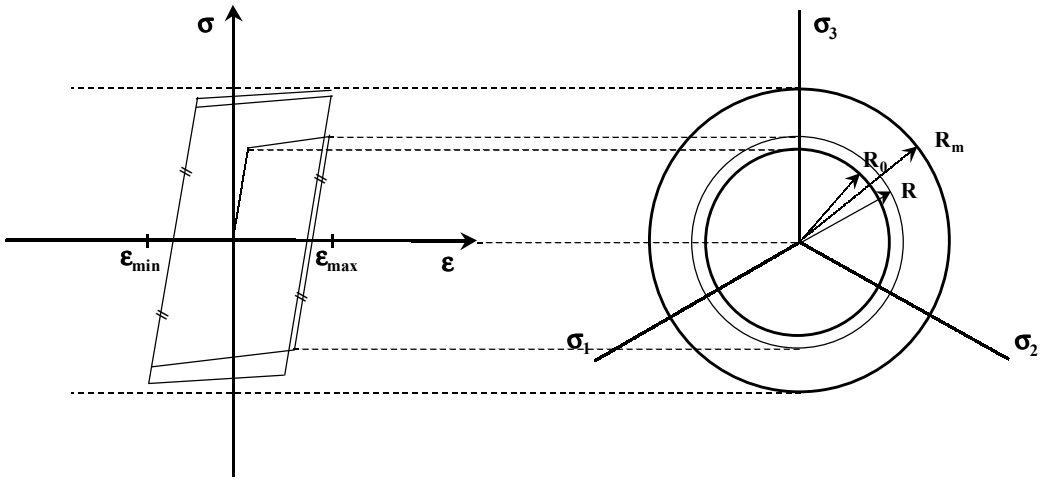


Figure 7 - 8 : Ecrouissage isotrope linéaire. Cas d'un essai à déformation imposée symétrique.

L'écrouissage cinématique correspond à une translation du centre du domaine de plasticité, l'amplitude du domaine restant constante (Figure 7 - 9). La limite d'élasticité est donc moins grande en traction qu'en compression, ce qui donne une forme de boucles d'hystérésis élancée.

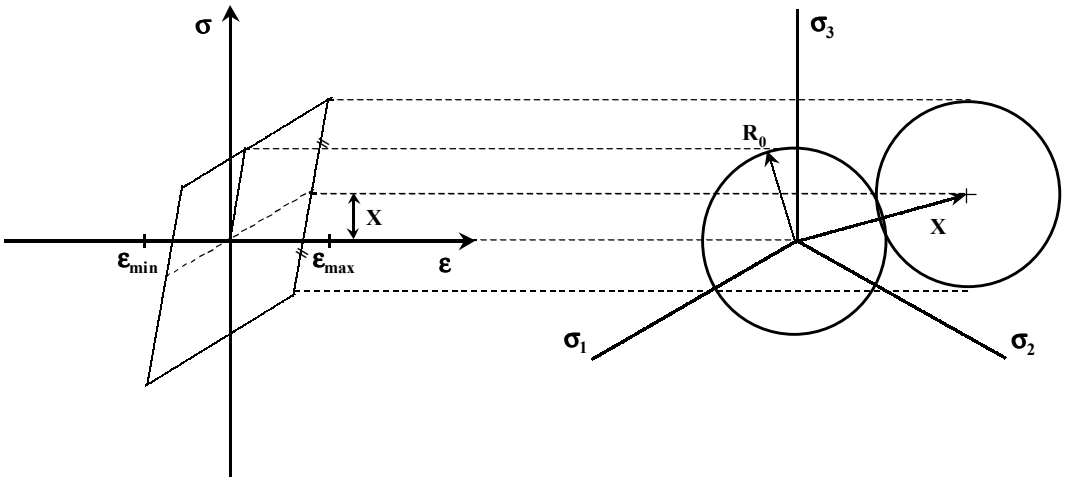


Figure 7 - 9 : Ecrouissage cinématique linéaire (D = 0). Cas d'un essai à déformation imposée symétrique.

L'effet Bauschinger étant élevé pour ces matériaux, il n'est pas surprenant de constater que **l'écrouissage cinématique soit dominant** (Figure 7 - 10). De plus, **alors que l'écrouissage isotrope reste constant en fonction de la déformation plastique imposée, l'écrouissage cinématique augmente**. Ceci signifie que la partie élastique du cycle reste inchangée lorsque la déformation plastique augmente, et que, suite à une augmentation de l'écrouissage cinématique, la contrainte maximale de traction augmente. Ces résultats concordent avec ce que Le Roux [2000] a observé sur le même matériau.

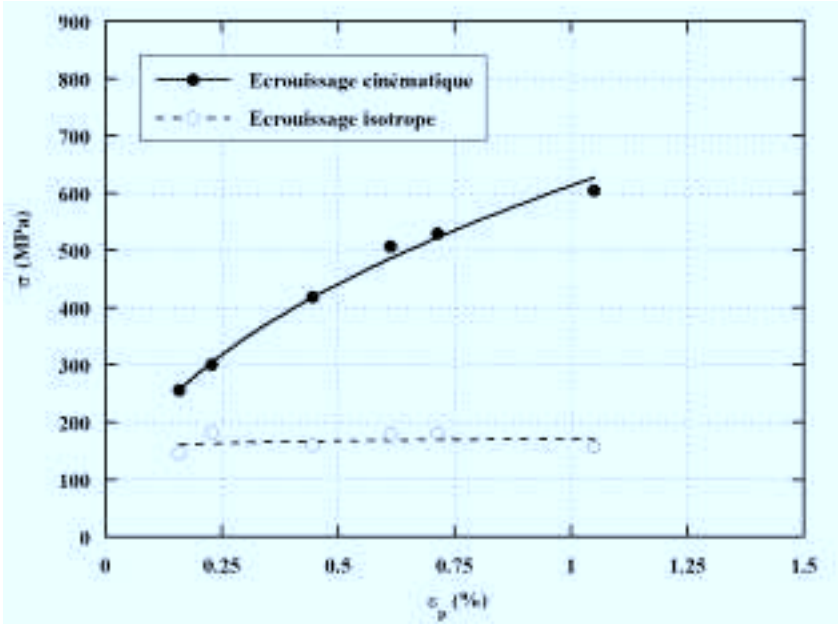


Figure 7 - 10 : Evolution de l'écrouissage cinématique et isotrope en fonction de la déformation plastique. Coude n°1 vieilli testé à l'ambiante.

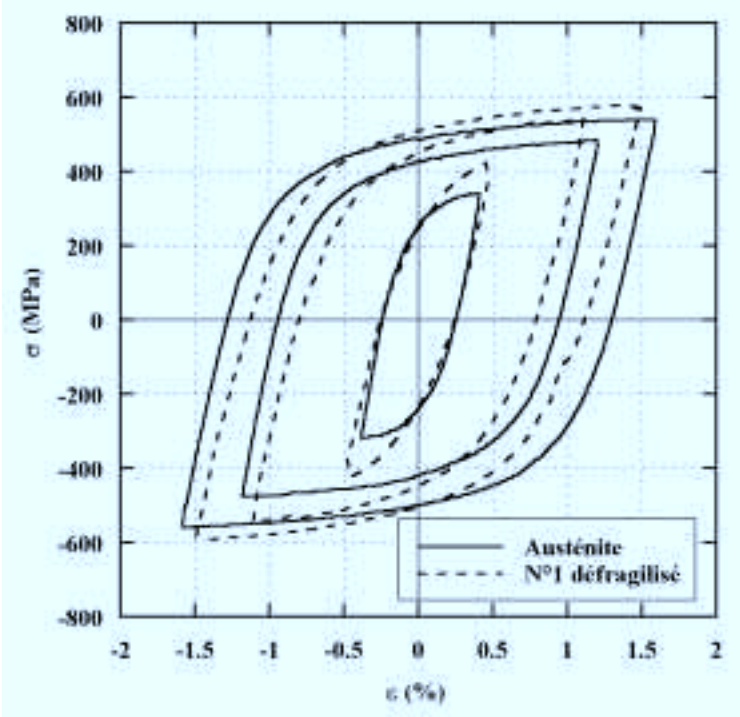


Figure 7 - 11 : Influence de la ferrite sur le comportement cyclique du matériau à l'ambiante.

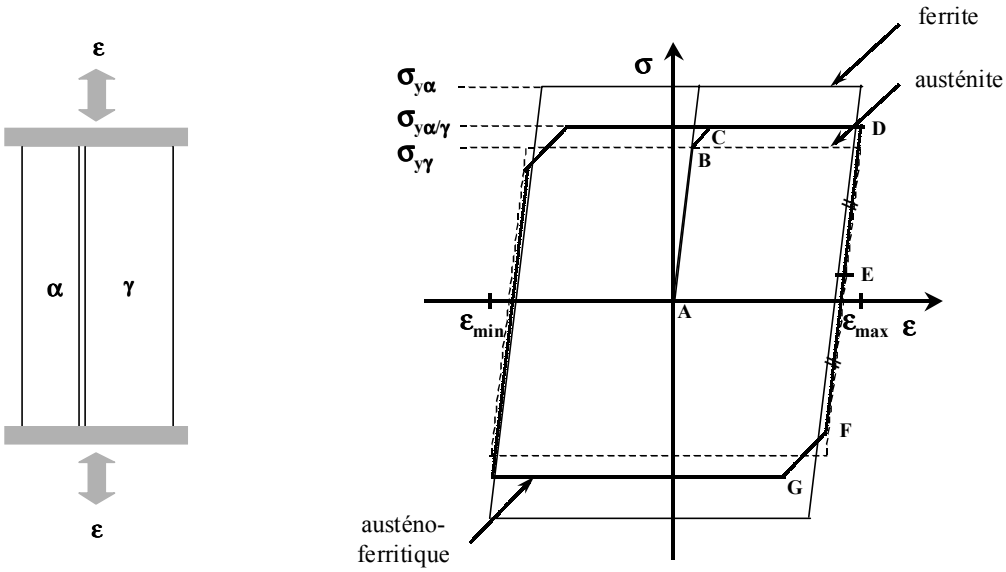


Figure 7 - 12 : Courbe de contrainte – déformation d'un élément à deux barres (contenant 30% de α et 70% de γ) sollicité à amplitude de déformation constante. Hypothèse de comportement élasto-plastique isotrope pour chaque barre.

7.1.3. Influence de la ferrite

Le comportement cyclique à l'ambiante **de l'acier 316 LN a été comparé à celui du coude n°1 défragilisé**. Cependant, la comparaison possède ses limites. En effet, l'acier austénitique étudié n'est pas exactement identique à la phase austénitique du duplex (composition chimique différente, petite taille de grains…). D'autre part, dans l'acier duplex, ferrite et austénite sont bipercolées et ne peuvent donc pas se déformer aussi librement que si les lattes étaient placées en parallèle. Cette comparaison permet néanmoins de donner une idée qualitative du rôle de la ferrite dans le comportement cyclique d'un acier austéno-ferritique.

➢ Pour une même amplitude de déformation, $\Delta\varepsilon_t / 2$ variant de 0.4 à 1.5 %, **le niveau de contrainte atteint dans le biphasé est supérieur à celui atteint dans l'acier austénitique**, comme le montre la Figure 7 - 11. Ceci est dû à la **présence d'une phase dure de ferrite** ($\sigma_{y\alpha} \approx 290$ MPa pour un acier ferritique) **dans une phase molle d'austénite** ($\sigma_{y\gamma} \approx 200$ MPa pour un acier austénitique). Le mécanisme est **illustré par un modèle de deux barres α et γ placées en parallèle** et subissant des sollicitations cycliques à amplitude de déformation constante (Figure 7 - 12). Pour simplifier, les barres ont un comportement élasto-plastique parfait. En raison de l'arrangement en parallèle, chacune d'elle subit la même déformation que le composite α / γ et une contrainte égale à celle du composite pondérée par la fraction surfacique de la barre, soit 30% pour la ferrite et 70% pour l'austénite. Rappelons que ce modèle est simplifié par rapport à ce qui se passe dans un matériau bipercolé.
En partant d'une contrainte et d'une déformation nulles (A), la déformation du composite α / γ est purement élastique (module d'Young E) jusqu'à ce γ atteigne sa limite d'élasticité (B). Ensuite, la contrainte augmente à nouveau avec une pente plus faible de 3E/7 étant donné que γ ne participe plus à l'augmentation de contrainte. Dès que la limite d'élasticité de α est atteinte (C), le composite subit une déformation plastique parfaite. La contrainte du composite vaut alors $0.3\ \sigma_{y\alpha} + 0.7\ \sigma_{y\gamma}$., ce qui est supérieur à $\sigma_{y\gamma}$. Lorsque la déformation appliquée aux deux barres diminue, la déformation du composite reste élastique (module d'Young E) jusqu'à ce que γ rentre en plasticité (F) et ainsi de suite.
Il faut noter également que la présence de **deux barres de limite d'élasticité différentes introduit systématiquement un effet Bauschinger.**

Les écrouissages cycliques des aciers biphasé et monophasé sont cependant analogues comme on le voit à la Figure 7 - 13 même si les valeurs K et n de la loi d'écrouissage cyclique $\sigma = \sigma_0 + K\varepsilon_p^n$ sont légèrement différentes (Tableau 7 - 6).

	σ_0 (MPa)	**K (MPa)**	**n**
Acier austénitique	230	488	0.29
Coude n°1 défragilisé	300	560	0.21

Tableau 7 - 6 : Valeurs des coefficients d'écrouissage cyclique de la loi $\sigma = \sigma_0 + K\varepsilon_p^n$ pour l'acier austénitique et pour le coude n°1 défragilisé.

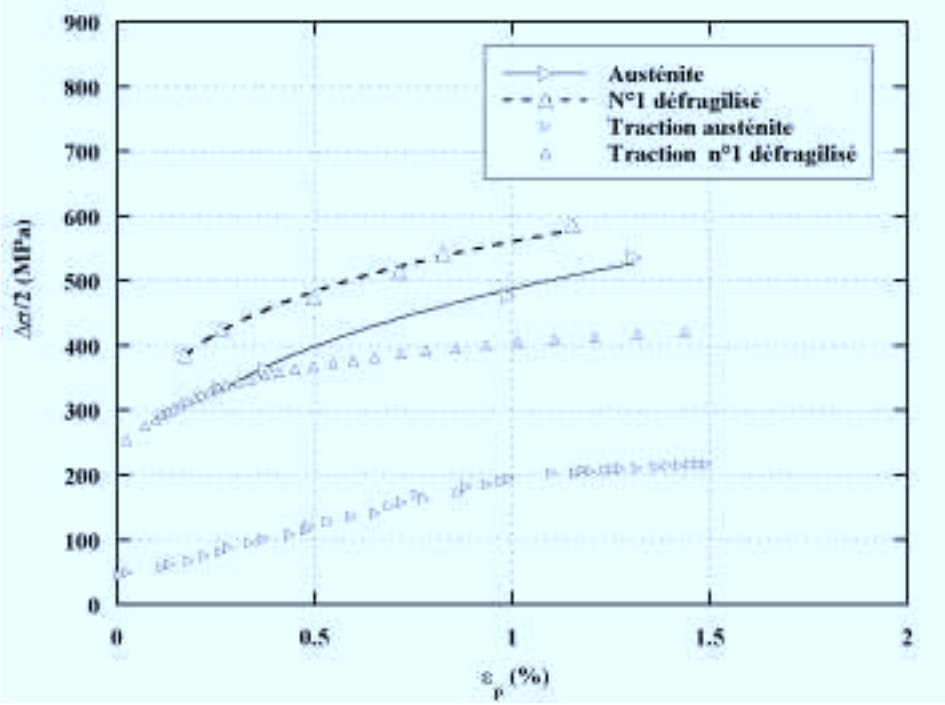


Figure 7 - 13 : Comparaison entre les écrouissages cyclique et monotone d'un acier austénitique et d'un acier austéno-ferritique à l'ambiante.

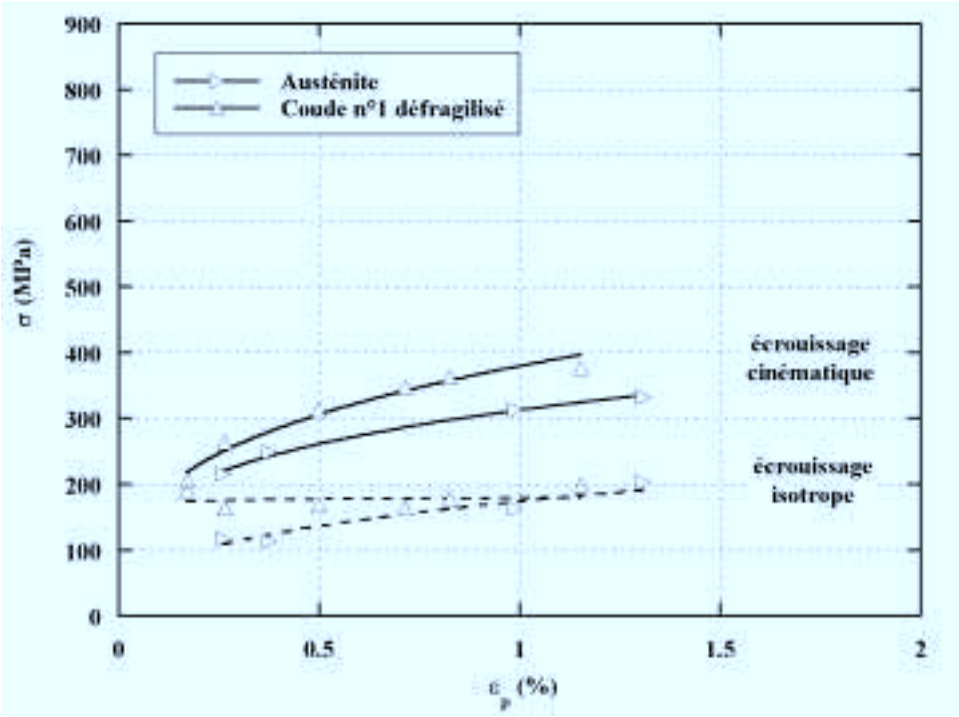


Figure 7 - 14 : Influence de la ferrite sur les écrouissages cinématique et isotrope.

Ceci indique **que l'influence de la ferrite sur le niveau de contrainte global n'évolue pas avec la déformation plastique.** On notera que l'austénite se consolide cycliquement.

➢ La décomposition de l'écrouissage global en une partie cinématique et une partie isotrope met en évidence que, **pour les deux types de matériaux, l'écrouissage cinématique prédomine vis-à-vis de l'écrouissage isotrope** (Figure 7 - 14).

Comme cela est illustré par le modèle à deux barres**, l'écrouissage cinématique du matériau biphasé est supérieur à celui de l'austénite. Il en va de même pour l'écrouissage isotrope, même si la différence s'estompe avec la déformation plastique**. Trois raisons sont à l'origine de cela : les **écrouissages intraphase, interphase et intergranulaire**.

▪ ***A l'échelle de la phase***, les écrouissages de la ferrite et de l'austénite sont différents. Bugat [2000] a identifié, à l'aide d'une approche micro-mécanique multi-échelle et en tenant compte de la bipercolation, les coefficients d'écrouissage de chaque phase. L'identification a été faite pour le coude EK vieilli 3 000 h à 350°C, donc pour un niveau de vieillissement faible.

La loi d'écrouissage isotrope identifiée par Bugat est une loi de type Chaboche (Figure 7 - 8) :

$R(p) = R_0 + Q\,(1 - e^{-bp})$ avec $dR = b\,(R_m - R)\,dp$

Où p = déformation plastique cumulée

R = rayon de la surface de plasticité pour la déformation plastique cumulée p

R_0 = valeur initiale du rayon de la surface de plasticité = scission critique initiale

$R_m = R_0 + Q$ = valeur asymptotique du rayon de la surface de plasticité qui est atteinte lorsque la déformation plastique cumulée est grande

b = constante caractéristique du matériau qui exprime la vitesse à laquelle l'écrouissage sature (plus b est grand, plus la saturation est rapide)

Q = constante caractéristique du matériau

La loi d'écrouissage cinématique identifiée est également une loi de type Chaboche (Figure 7 - 9) :

$dX = C\,d\varepsilon_p - D\,X\,dp$

Où p = déformation plastique cumulée

ε_p = déformation plastique

X = déplacement du centre du cercle

C et D = constantes caractéristiques du matériau

Dans le cas d'un chargement uniaxial, lorsque le régime de saturation est établi, l'écrouissage atteint une valeur C / D, D étant la pente à l'origine de l'évolution de X en fonction de la déformation plastique ε_p. Le rapport C / D représente donc l'importance de l'écrouissage cinématique.

Cela fait cinq coefficients d'écrouissage par phase : trois coefficients pour l'écrouissage isotrope (R_0, Q et b) et deux pour le cinématique (C et D). Ils sont regroupés dans le Tableau 7 - 7.

	isotrope				cinématique		
	R_0 (MPa)	**Q (MPa)**	**R_0+Q (MPa)**	**b**	**C (MPa)**	**D**	**C / D (MPa)**
Austénite	59	10	69	16.4	2180	100	21.8
Ferrite	260	75	335	11	7220	57	126.7

Tableau 7 - 7 : Coefficients d'écrouissage isotrope et cinématique pour la ferrite et l'austénite du coude EK vieilli 3 000 h à 350°C [Bugat, 2000].

L'austénite présente un écrouissage isotrope très faible atteignant rapidement son seuil de saturation et **un écrouissage cinématique faible vis-à-vis de celui de la ferrite. L'écrouissage de la ferrite est, quant à lui, non négligeable en ce qui concerne la composante isotrope et conséquent en ce qui concerne la composante cinématique.**
Dans le matériau biphasé, la présence de la ferrite provoque donc une augmentation non seulement de l'écrouissage isotrope mais surtout de l'écrouissage cinématique global par rapport à l'acier austénitique.

- D'autre part, **la différence de limite d'élasticité entre la ferrite et l'austénite a pour conséquence de créer des contraintes internes qui accentuent l'écrouissage cinématique du matériau**. Cet écrouissage interphase est illustré de manière simplifiée par un modèle à deux barres.

- Enfin, **les différences de déformations entre grains ferritiques** du duplex d'orientation cristallographique différentes sont une troisième source d'écrouissage cinématique.

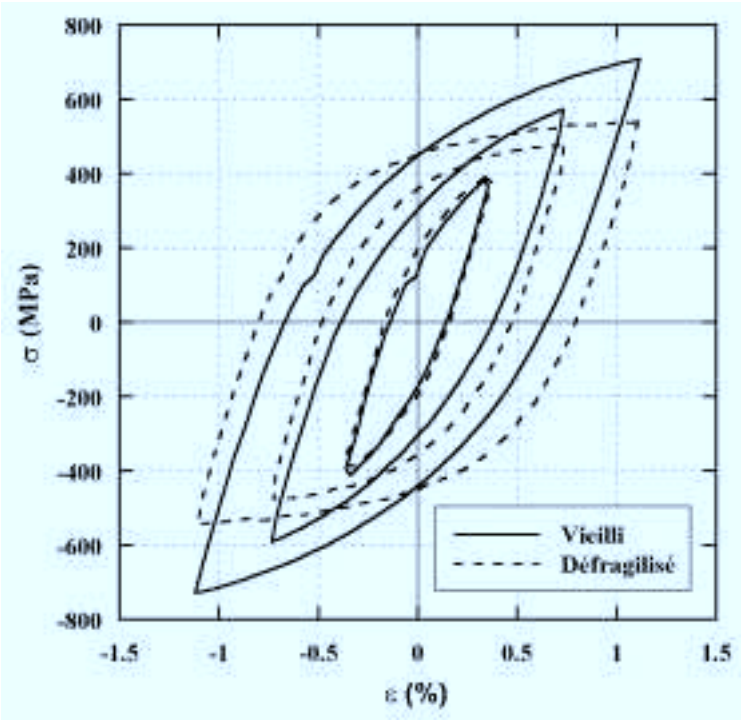


Figure 7 - 15 : Influence du vieillissement sur le comportement cyclique à l'ambiante du ***coude n°1****.*

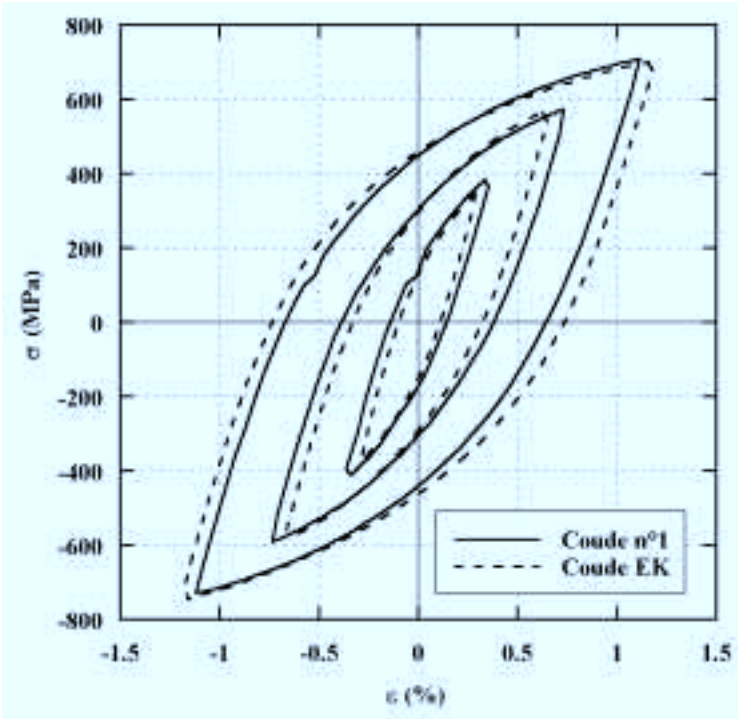


Figure 7 - 16 : Comparaison du ***coude n°1 vieilli 2 400 h à 400°C et du coude EK vieilli 10 000 h à 400°C****, matériaux testés à l'ambiante.*

7.1.4. Influence du vieillissement

L'influence du vieillissement sur le comportement cyclique du matériau à 320°C est très proche de celle observée à l'ambiante. C'est pourquoi, pour ne pas surcharger le texte, certaines courbes établies à 320°C ont été reportées en Annexe 2.

La Figure 7 - 15 permet la comparaison entre les boucles d'hystérésis des coudes n°1 vieilli et défragilisé à l'ambiante. **Pour les amplitudes de déformation totale inférieures à ± 0.5%, le vieillissement de la ferrite n'a pas d'effet. En revanche, pour des amplitudes de déformation supérieures, les contraintes maximales du matériau vieilli sont supérieures à celles du matériau non vieilli.** Ceci met en évidence que, pour les faibles amplitudes de déformation, seule l'austénite se déforme plastiquement, la déformation plastique de la ferrite restant très faible ou nulle. Aux amplitudes de déformation supérieures à ± 0.5%, la ferrite se déforme plastiquement. Elle intervient alors dans le comportement du biphasé. On retrouve ce que Magnin et Lardon [1988] ont mis en évidence sur un matériau contenant 50% de ferrite. Ces auteurs ont cependant déterminé une déformation de transition supérieure (de l'ordre de 1%).

La comparaison des courbes contrainte - déformation du coude n°1 vieilli 2 400 h à 400°C et du coude EK vieilli 10 000 h à 400°C montre qu'il n'y a pas **de différence de comportement entre les deux niveaux de vieillissement** (Figure 7 - 16). De même, **le coude EK à l'état initial et le coude n°1 défragilisé ont des comportements cycliques très proches** (Figure 7 - 17).

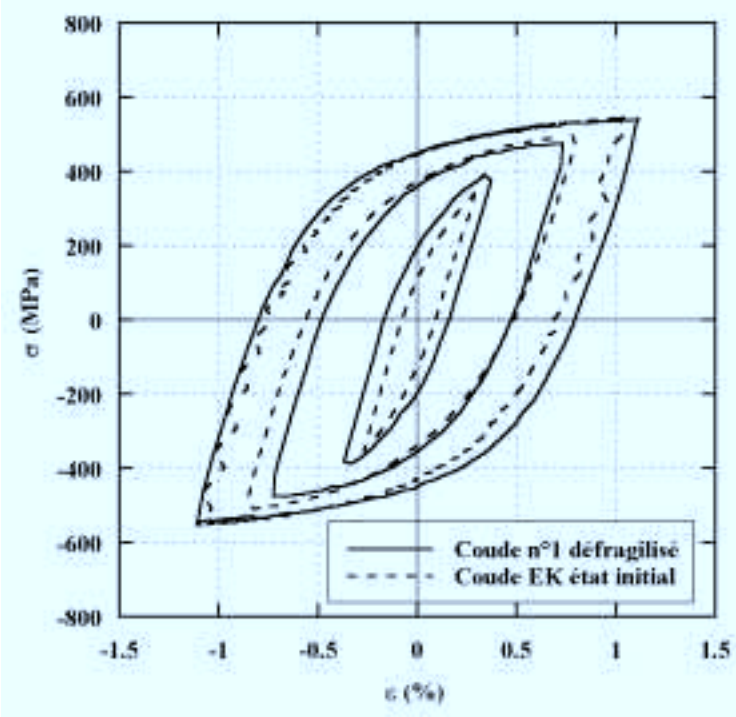


*Figure 7 - 17 : Comparaison du **coude n°1 défragilisé et du coude EK à l'état initial** testés à l'ambiante.*

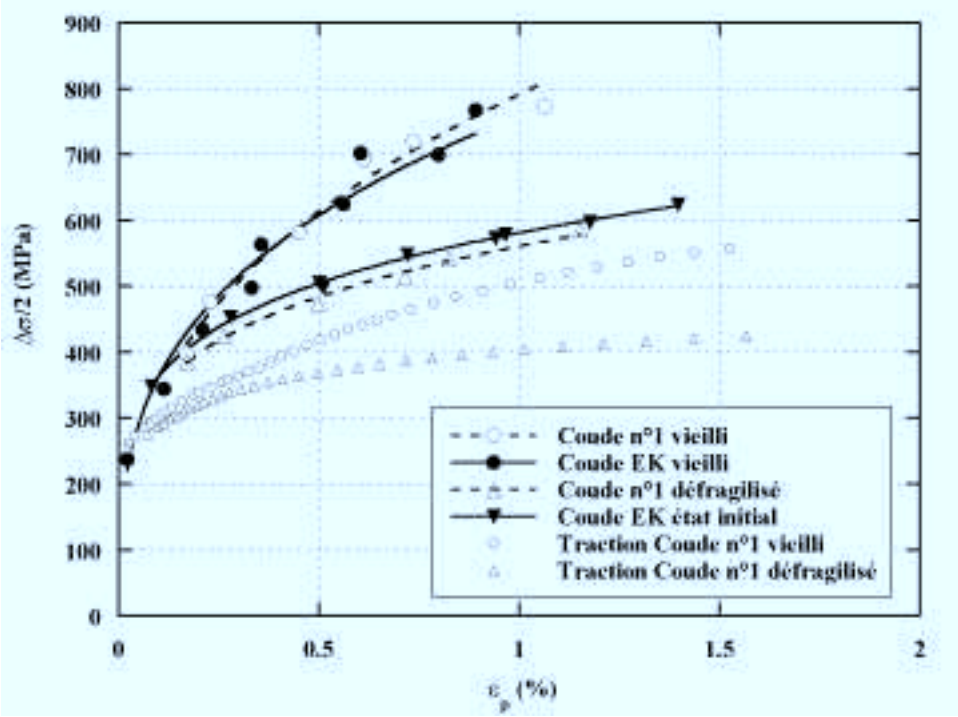


*Figure 7 - 18 : Influence du vieillissement sur les **écrouissages cyclique** et monotone à l'ambiante.*

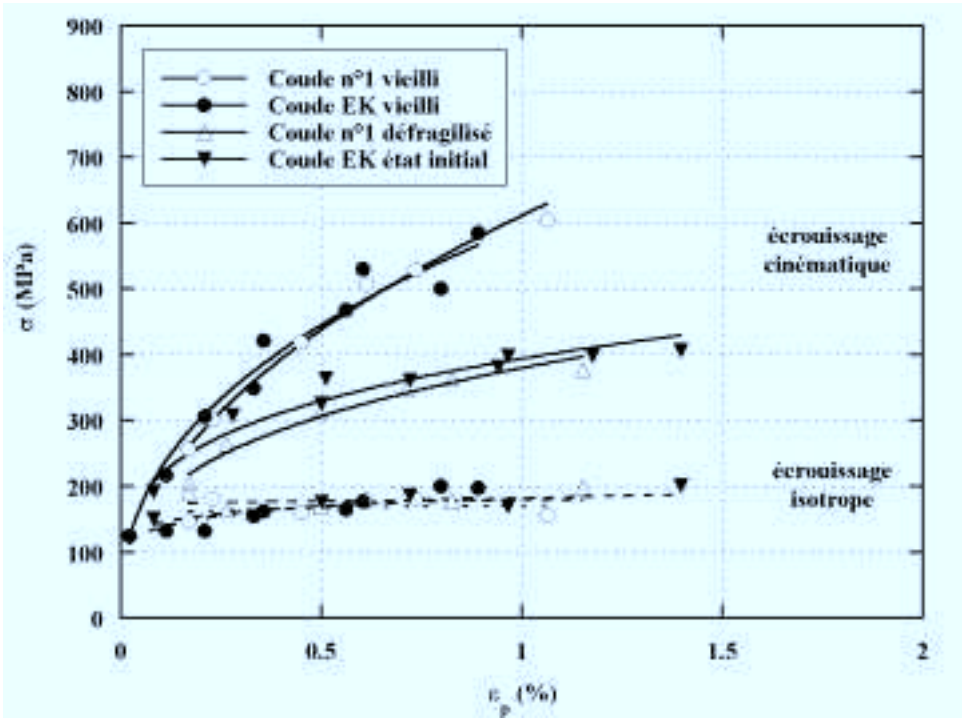


*Figure 7 - 19 : Influence du vieillissement sur **les écrouissages cinématique et isotrope à l'ambiante.***

Ces similitudes de comportement entre matériaux vieillis à différents niveaux et entre matériaux non vieillis apparaît à nouveau sur les courbes d'écrouissage (Figure 7 - 18) et sur les coefficients des courbes d'écrouissage cyclique qui sont regroupés dans le Tableau 7 - 8.

	σ_0 (MPa)	K (MPa)	n
Coude n°1 vieilli	230	790	0.37
Coude EK vieilli	230	760	0.32
Coude n°1 défragilisé	230	560	0.21
Coude EK à l'état initial	230	580	0.20

Tableau 7 - 8 : Valeurs des coefficients d'écrouissage cycliques de la loi $\sigma = \sigma_0 + K\varepsilon_p^n$ pour les matériaux vieillis et non vieillis testés à l'ambiante.

Tout se passe comme s'il y **avait saturation de l'écrouissage cyclique à partir d'un certain niveau de vieillissement.** En traction cependant, l'écrouissage n'atteint pas de valeur asymptotique.

Aux Figure 7 - 19 et Figure 7 - 20, les parties cinématique et isotrope de l'écrouissage à 20°C et à 320°C sont tracées en fonction de ε_p. Pour **les matériaux vieillis et non vieillis, l'écrouissage isotrope est identique**. Il est **quasiment constant** à 20°C et augmente légèrement de 50 à 100 MPa avec la déformation plastique à 320°C. En revanche, **l'écrouissage cinématique augmente avec la déformation plastique et est supérieur pour les matériaux vieillis par rapport aux matériaux non vieillis**. Là encore, une fois le matériau vieilli, l'écrouissage cinématique n'évolue plus avec le niveau de vieillissement.

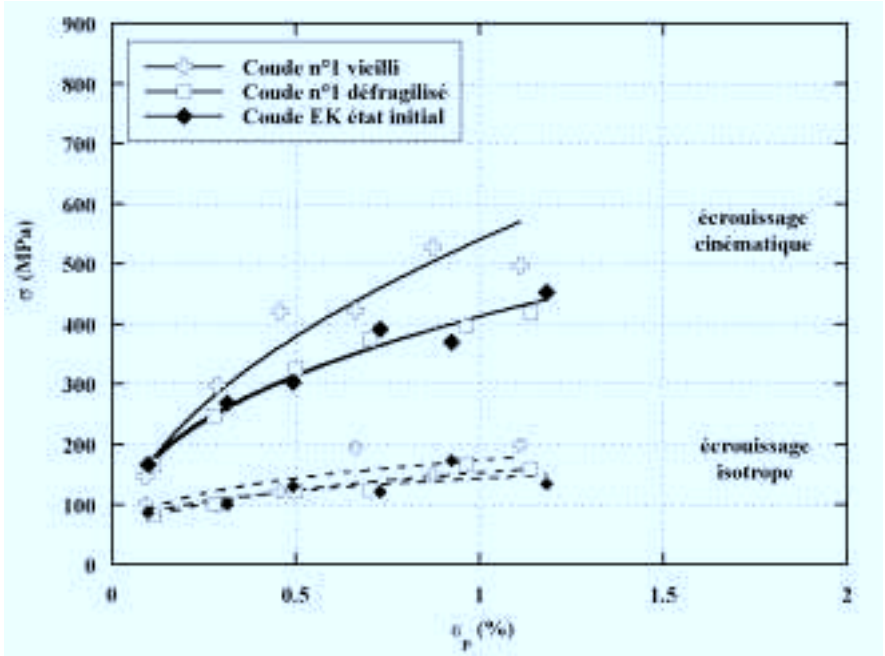


*Figure 7 - 20 : Influence du vieillissement sur les **écrouissages cinématique et isotrope à 320°C**.*

Bugat [2000] a étudié, en fonction du vieillissement, l'évolution à l'ambiante des écrouissages cinématique et isotrope de la ferrite pour le coude EK.

		isotrope				cinématique		
		R_0 (MPa)	**Q (MPa)**	**R_0+Q (MPa)**	**b**	**C (MPa)**	**D**	**C/D (MPa)**
austénite		59	10	69	16.4	2180	100	21.8
ferrite	**vieillie 3 000 h à 350°C**	260	75	335	11	7220	57	126.7
	vieillie 2 400 h à 400°C	339	92	431	11	11280	68	165.9
	vieillie 10 000 h à 400°C	343	40	383	2.2	30470	186	164

Tableau 7 - 9 : Coefficients d'écrouissage isotrope et cinématique pour la ferrite et l'austénite du coude EK [Bugat, 2000].

Il a principalement constaté que la **cission critique initiale (R_0) de la ferrite augmente fortement**. La valeur à saturation de l'écrouissage isotrope ($R_0 + Q$) augmente mais sa vitesse de saturation (b) diminue. En revanche, **en ce qui concerne l'écrouissage cinématique, sa valeur à saturation (C / D) ainsi que sa vitesse de saturation (D) augmentent avec le vieillissement**. L'écrouissage cinématique global du matériau augmente donc avec le vieillissement suite à l'augmentation de l'écrouissage intraphase, interphase et intergranulaire.

L'évolution de l'écrouissage de la phase ferritique avec le vieillissement est cependant à moduler. En effet, R_0 augmente beaucoup suite à de faibles vieillissements, puis cette valeur stagne entre les vieillissements de 2 400 h à 400°C et de 10 000 h à 400°C. Il en va de même pour le rapport C / D. C'est pourquoi, les écrouissages du coude EK vieilli et du coude n°1 vieilli sont identiques bien que le niveau de vieillissement du coude EK soit supérieur à celui du coude n°1.

A 320°C, la différence entre les écrouissages cinématiques des matériaux vieillis et non vieillis diminue. A cette température, les coefficients d'écrouissage isotrope et cinématique de chaque phase n'ont pas été identifiés. On suppose cependant que la modification de l'écrouissage intraphase est principalement à l'origine de cette diminution de différence entre les écrouissages cinématiques. En effet, l'écrouissage interphase ne varie pas avec la température car les différences de limite d'élasticité entre ferrite et austénite sont quasiment identiques à 20°C ($\sigma_{y\alpha}$ = 300 MPa et $\sigma_{y\gamma}$ = 200 MPa) et à 320°C ($\sigma_{y\alpha}$ = 275 MPa et $\sigma_{y\gamma}$ = 175 MPa).

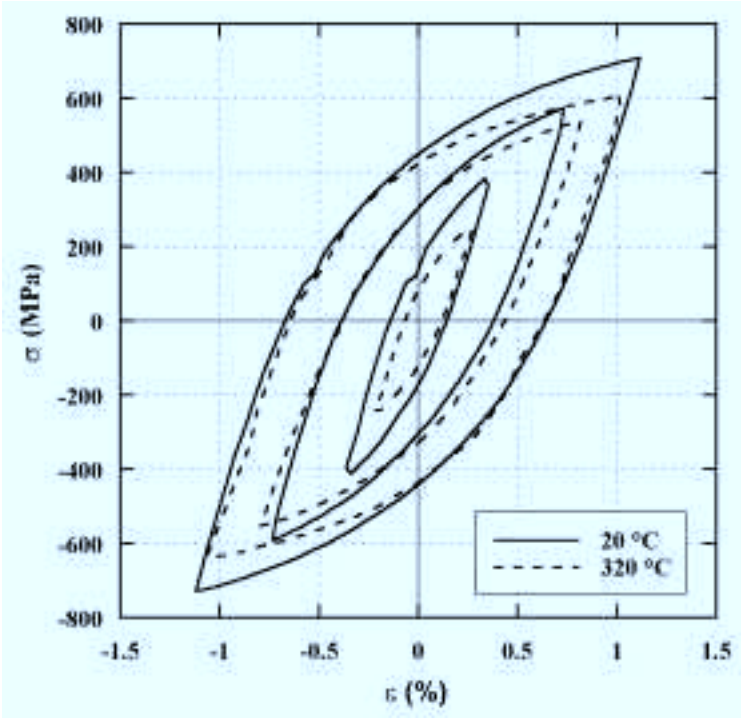


Figure 7 - 21 : Influence de la température sur le comportement cyclique du ***coude n°1 vieilli****.*

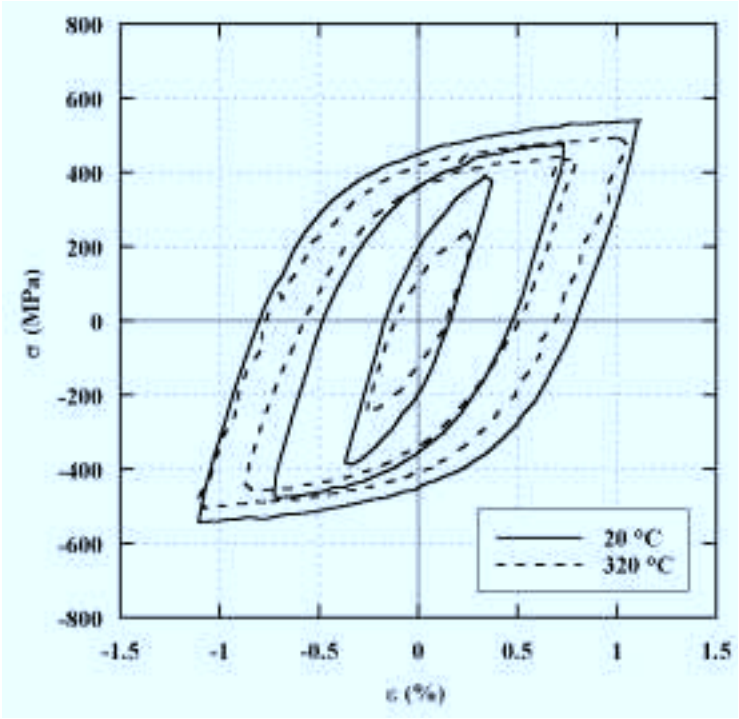


Figure 7 - 22 : Influence de la température sur le comportement cyclique du ***coude n°1 défragilisé****.*

7.1.5. Influence de la température d'essai

Quelle que soit l'amplitude de déformation totale**, les contraintes maximales des boucles d'hystérésis des matériaux vieilli** (Figure 7 - 21) **et non vieilli** (Figure 7 - 22) **sont plus faibles à 320°C qu'à 20°C.**

En ce qui concerne **l'écrouissage cyclique** (Tableau 7 - 10), **celui-ci ne varie pas avec la température d'essai pour le matériau vieilli** (Figure 7 - 23**) alors qu'il augmente avec la température pour le matériau non vieilli** (Figure 7 - 24). Slama et al. [1984] ont, quant à eux, montré sur un matériau contenant 17% de ferrite que son écrouissage n'était pas affecté par la température d'essai que celui-ci soit vieilli ou non. Ces différences de comportement **s'expliquent par l'évolution, avec la température et la déformation plastique, des parties isotrope et cinématique de l'écrouissage** (Figure 7 - 25 et Figure 7 - 26).

		σ_0 (MPa)	K (MPa)	n
Coude n°1 vieilli	**20°C**	230	790	0.37
	320°C	200	730	0.45
Coude n°1 défragilisé	**20°C**	230	580	0.20
	320°C	200	570	0.38

Tableau 7 - 10 : Valeur des coefficients d'écrouissage cycliques de la loi $\sigma = \sigma_0 + K\varepsilon_p^n$ pour les matériaux vieilli et non vieilli testés à 20°C et 320°C.

Les évolutions de l'écrouissage isotrope avec la température d'essai et la déformation plastique sont identiques pour les matériaux vieilli et non vieilli. Malgré les dispersions expérimentales, il semblerait que celui-ci soit plus faible à 320°C qu'à 20°C. La différence semble également s'amenuiser avec la déformation plastique.
L'écrouissage cinématique du matériau vieilli est plus faible à 320°C qu'à 20°C, la différence augmentant avec la déformation plastique. En revanche, l'écrouissage cinématique du matériau non vieilli varie très peu avec la température d'essai.
Par conséquent, pour le matériau vieilli, l'évolution de l'écrouissage isotrope entre 20°C et 320°C est compensée par l'évolution inverse de l'écrouissage cinématique ($\Delta\sigma = \Delta\sigma_i + \Delta\sigma_c$), d'où un écrouissage cyclique à 20°C identique à celui mesuré à 320°C. Pour le matériau non vieilli, l'évolution de l'écrouissage isotrope entre 20°C et 320°C n'est pas compensée par une évolution de l'écrouissage cinématique avec la température d'essai. Il en résulte une augmentation de l'écrouissage cyclique du matériau avec la température d'essai.

Bien que les paramètres des lois d'écrouissage cinématique et isotrope n'aient pas été identifiés à 320°C, **les différences entre les écrouissages macroscopiques des matériaux vieilli et non vieilli proviennent certainement des écrouissages intraphases car les différences de limite d'élasticité entre la ferrite et l'austénite sont identiques à 20°C et 320°C**.

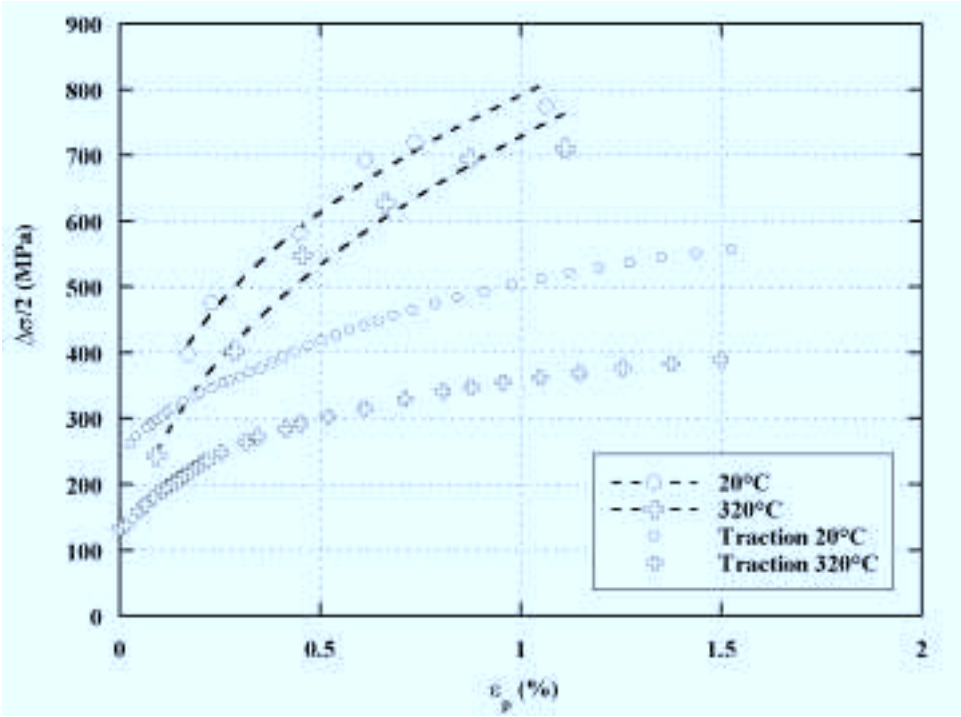


Figure 7 - 23 : Influence de la température sur les écrouissages cyclique et monotone du ***coude n°1 vieilli****.*

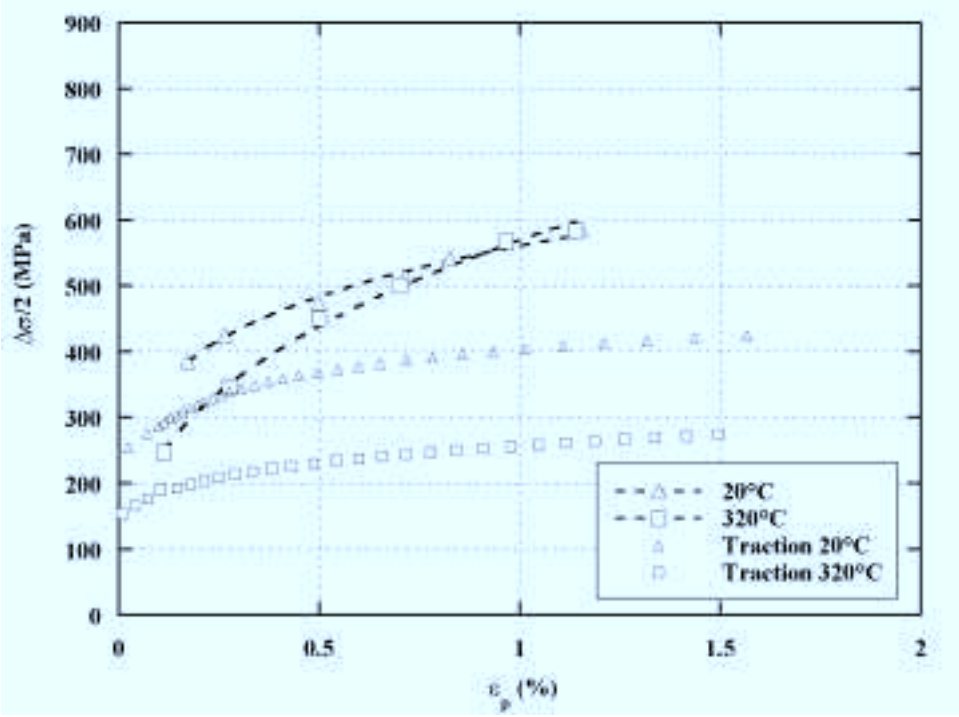


Figure 7 - 24 : Influence de la température sur les écrouissages cyclique et monotone du ***coude n°1 défragilisé.***

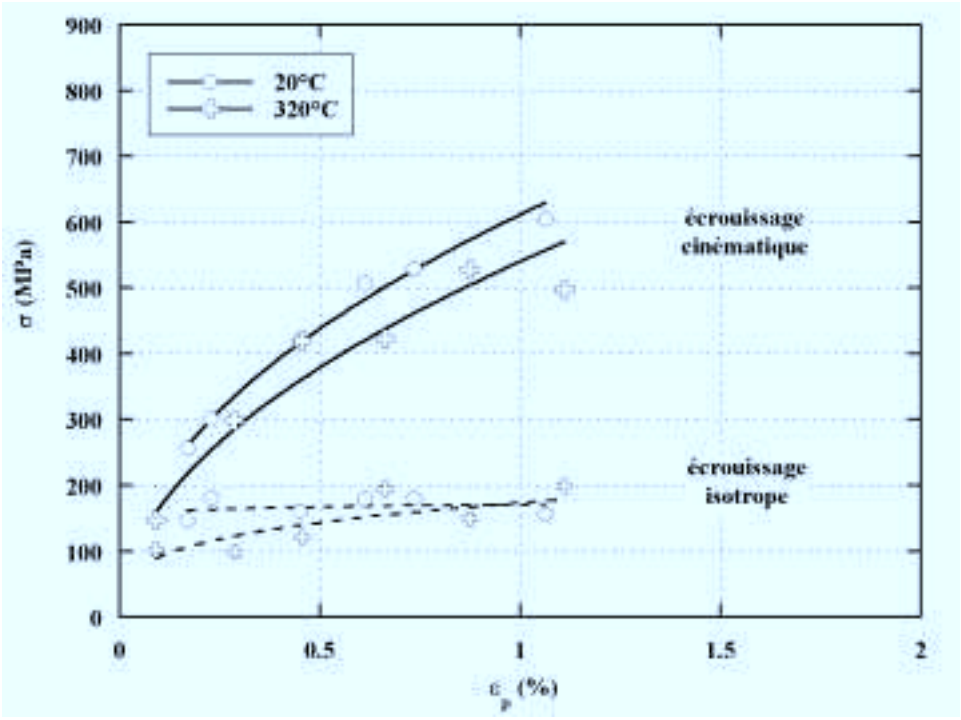


Figure 7 - 25 : Influence de la température sur les écrouissages cinématique et isotrope du ***coude n°1 vieilli****.*

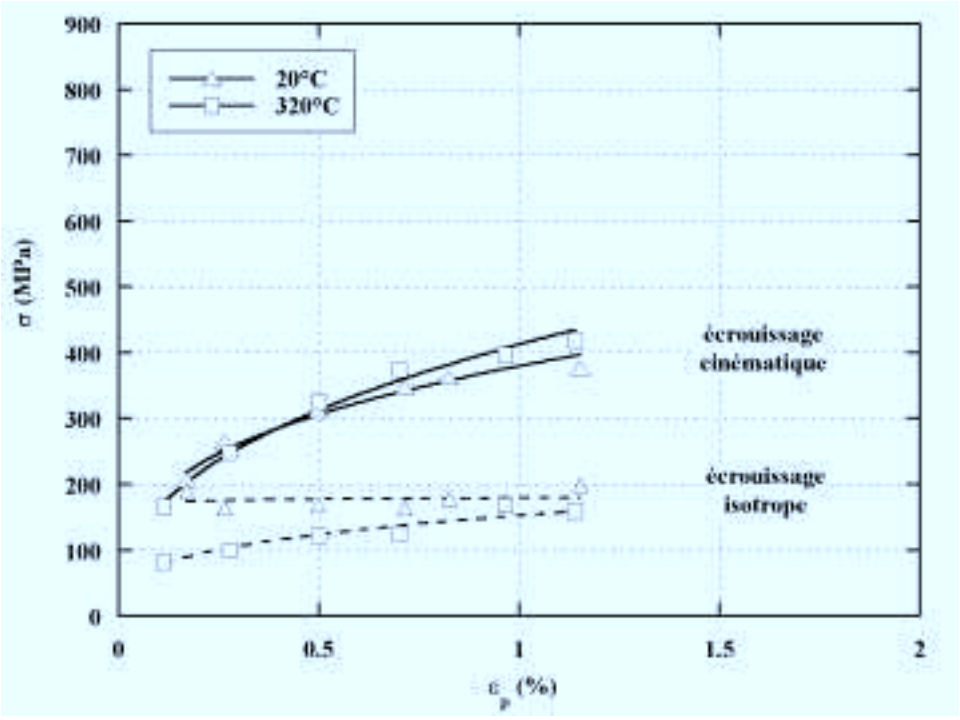


Figure 7 - 26 : Influence de la température sur les écrouissages cinématique et isotrope du ***coude n°1 défragilisé****.*

Conclusions :

Sous sollicitations cycliques de traction / compression à amplitude de déformation constante variant de 0.35% à 1.75%, les aciers austéno-ferritiques présentent une accommodation rapide avec dissymétrie entre les contraintes maximales de traction et de compression, une consolidation cyclique et un fort effet Bauschinger lié à un écrouissage cinématique marqué. On a fait varier le vieillissement du matériau et la température d'essai dans le but d'évaluer leur influence sur ces différentes caractéristiques cycliques. De plus, des essais sur matériau purement austénitique ont été réalisés afin de mettre en évidence l'influence de la ferrite sur le comportement du biphasé.

- ***La ferrite provoque principalement une augmentation de l'écrouissage cinématique de l'acier duplex vis-à-vis de l'acier austénitique.***
- ***Les matériaux à l'état initial et défragilisé présentent le même comportement cyclique. Il en va de même pour les matériaux vieillis, quel que soit leur niveau de vieillissement.***

Le comportement cyclique du matériau vieilli est identique à celui du matériau non vieilli pour les amplitudes de déformation totale inférieures à $\pm 0.5\%$. En effet, dans cette gamme de déformations, la ferrite ne participe pas à la déformation plastique macroscopique. Au delà de $\pm 0.5\%$ de déformation totale, l'activité plastique de la ferrite augmente ce qui introduit un accroissement de l'écrouissage du matériau. Cet accroissement est dû à l'augmentation de l'écrouissage cinématique global car l'écrouissage isotrope global ne dépend ni de la déformation plastique, ni du vieillissement. Cependant, l'écrouissage cinématique sature une fois le matériau vieilli.

- ***L'augmentation de la température d'essai provoque une augmentation de l'écrouissage cyclique du matériau non vieilli mais n'a pas d'influence sur le matériau vieilli. Les principales conséquences de l'augmentation de la température d'essai sont une diminution de la limite d'élasticité et de l'écrouissage isotrope aux faibles déformations plastiques.***

Toutes ces informations nous seront utiles pour l'étude de la fermeture de fissure par plasticité dans la partie « Discussion » du manuscrit.

7.2. EVOLUTION DE LA PHASE α' AVEC LES SOLLICITATIONS CYCLIQUES

Nous avons vu dans la partie « Rappels Bibliographiques » (Chapitre 2) que l'activité plastique de la ferrite sous sollicitation cyclique provoquait le cisaillement de la phase α' introduite par décomposition spinodale dans la phase ferritique suite au vieillissement thermique du matériau. Le cisaillement des précipités α' (ou « démodulation ») a pour conséquence un adoucissement cyclique. **La démodulation est d'autant plus importante que la déformation plastique appliquée est grande**. La déformation plastique cumulée joue bien évidemment un rôle mais celui-ci est moindre vis-à-vis de l'amplitude de déformation plastique.

C'est dans ce but que **des essais de fatigue oligocyclique à différentes amplitudes de déformation plastique mais à déformation plastique cumulée constante ont été réalisés. La démodulation de la ferrite a ensuite été vérifiée**, non pas par Diffusion des Neutrons aux Petits Angles, mais **par mesure de l'énergie à rupture d'éprouvettes de flexion trois points lente prélevées dans le fût des éprouvettes de fatigue oligocyclique**. La démodulation de la ferrite aurait pour résultat d'avoir, dans la zone à l'avant de la pointe de fissure, un matériau au comportement identique à celui d'un matériau non vieilli. La sollicitation en fatigue des aciers duplex aurait ainsi une conséquence bénéfique sur la fragilisation par vieillissement thermique.

7.2.1. Mise en œuvre expérimentale

➢ Les éprouvettes de fatigue oligocyclique testées sont des éprouvettes classiques mis à part le fait qu'elles présentent un diamètre supérieur (8.6 mm) afin que des éprouvettes de résilience de section 5.5×5.5 mm^2 puissent en être extraites après essai. Elles sont prélevées dans le coude EK vieilli 10 000 h à 400°C de telle manière que leur partie utile soit en zone équiaxe du matériau. La direction de sollicitation correspond à la direction radiale du coude. Les fûts des éprouvettes ont été polis jusqu'à 1 µm, dans le but de limiter les sites d'amorçage de fissures par fatigue, puis attaqués au réactif de Murakami afin de distinguer les phases par microscopie électronique à balayage. Il est ainsi également possible d'observer le glissement en fin d'essai de fatigue oligocyclique.

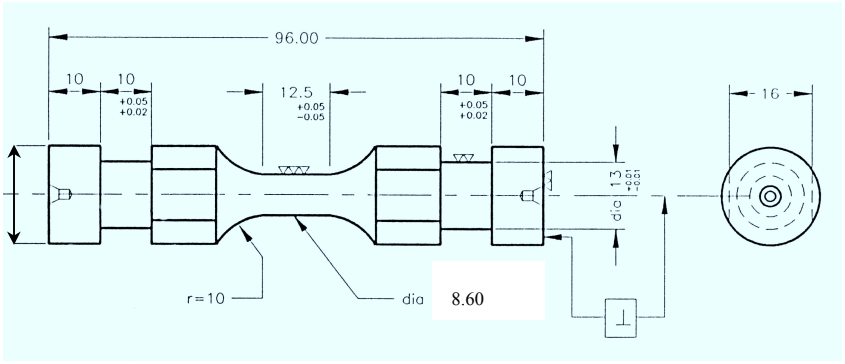


Figure 7 - 27 : Plan des éprouvettes de fatigue oligocyclique utilisées pour les expériences de « démodulation ».

➢ Les essais sont réalisés **à l'ambiante** sous sollicitations de traction / compression triangulaires ($R = \varepsilon_{pmax} / \varepsilon_{pmin} = -1$). La machine, une machine servohydraulique MTS 100 kN, est pilotée en déformation totale à l'aide d'un extensomètre longitudinal appliqué sur le fût de l'éprouvette. La vitesse de déformation est de 5.10^{-4} s^{-1}.

Trois séries d'essais (4 éprouvettes par série) sont réalisées à **des amplitudes de déformation totale initiales de ±0.5%, ±1% et ±1.5%**, de telle sorte que :

- **Pour un essai, la déformation plastique reste constante** ; ce qui signifie que la déformation totale augmente au cours de l'essai. Les amplitudes de déformation plastique valent ±0.30%, ±0.73% et ±1.20%.
- **Entre deux essais, la déformation plastique cumulée $4N\varepsilon_p$ reste constante** ($4N\varepsilon_p = 62\%$).
- Lorsque l'essai est arrêté, **l'éprouvette est ramenée à l'état neutre** ($\varepsilon = 0$ et $\sigma = 0$).

Les conditions expérimentales pour chaque type d'essai sont récapitulées dans le Tableau 7 - 11.

$\Delta\varepsilon_t / 2$ (%)	0.5	1	1.5
ε_p (%)	0.30	0.73	1.20
N	50	21	13
$4N\varepsilon_p$ (%)	62	62	62

Tableau 7 - 11 : Tableau récapitulatif des essais réalisés (4 éprouvettes par type d'essai). ε_p = déformation plastique, N = nombre de cycles et $4N\varepsilon_p$ = déformation plastique cumulée.

7.2.2. Conséquences de la sollicitation cyclique

➢ Les courbes contrainte maximale de traction en fonction du nombre de cycles mettent en évidence une consolidation cyclique pour chacune des amplitudes de déformation appliquées (Figure 7 - 28).

➢ Après les sollicitations cycliques de ±0.30% et ±1.20%, les éprouvettes sont observées en surface par microscopie électronique à balayage. Les éprouvettes sollicitées à ±0.73% n'ont pas été observées.

Sous une sollicitation cyclique de ±0.30%, seules quelques lignes de glissement simple sont observées dans l'austénite (Figure 7 - 29.a). **La ferrite ne présente quant à elle aucune trace de glissement**. En revanche, **dans les éprouvettes sollicitées à ±1.20%, la déformation concerne les deux phases**. En surface des éprouvettes, du glissement double a été introduit dans l'austénite (Figure 7 - 29.b). Des macles ainsi que des amorces de fissures au niveau des interfaces α / γ sont observées dans la ferrite (Figure 7 - 30). Ces amorces de fissures peuvent donner naissance à des fissures de cisaillement (Figure 7 - 31.a). De plus, des sections polies d'éprouvettes révèlent des **fissures de clivage** dans la ferrite (Figure 7 - 31.b). **Sous une amplitude de déformation de ±1.20%, la ferrite a donc non seulement été déformée mais également endommagée.**

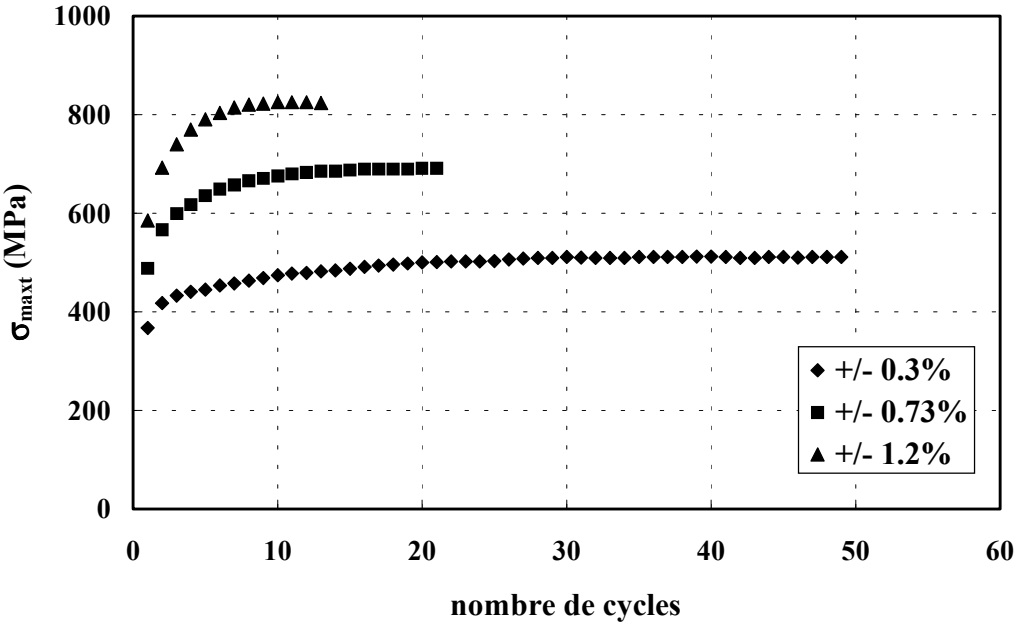


Figure 7 - 28 : Contrainte maximale de traction en fonction du nombre de cycles pour les amplitudes de déformation plastique de ±0.3%, ±0.73% et ±1.2%.

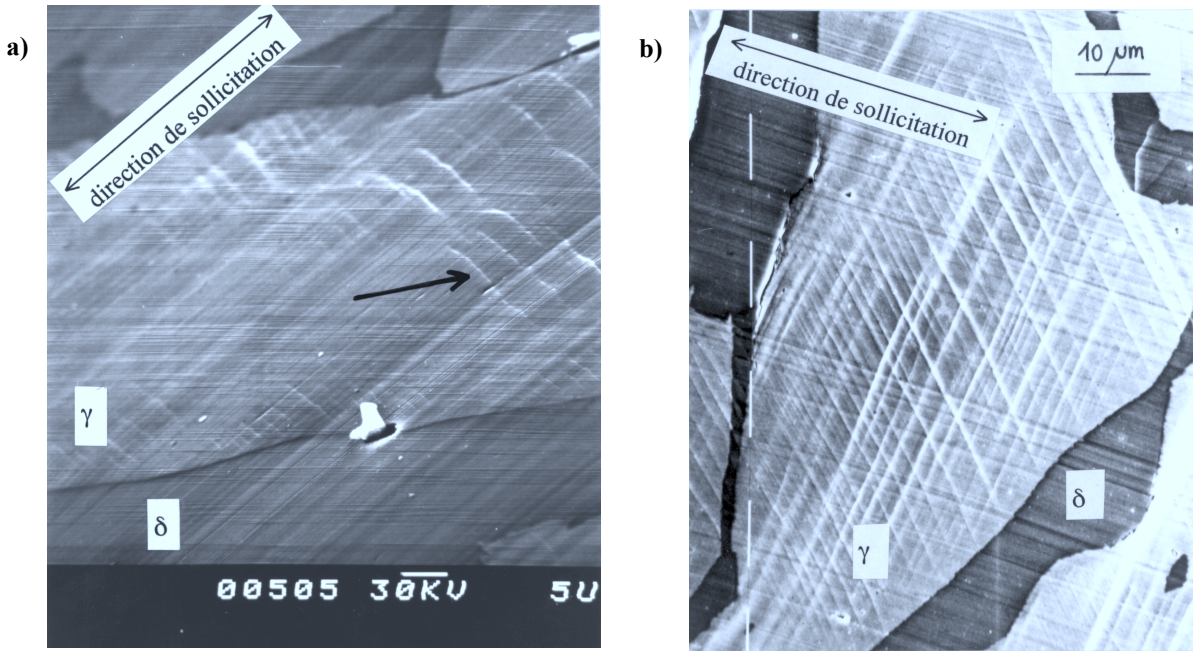


Figure 7 - 29 : Traces de glissement simple dans l'austénite pour $\Delta\varepsilon_p$ = ±0.3% (a) et glissement multiple pour $\Delta\varepsilon_p$ = ±1.2% (b). Photos MEB prises en surface d'éprouvette. La direction de sollicitation est indiquée par les traces de polissage présentes sur le fût de l'éprouvette.

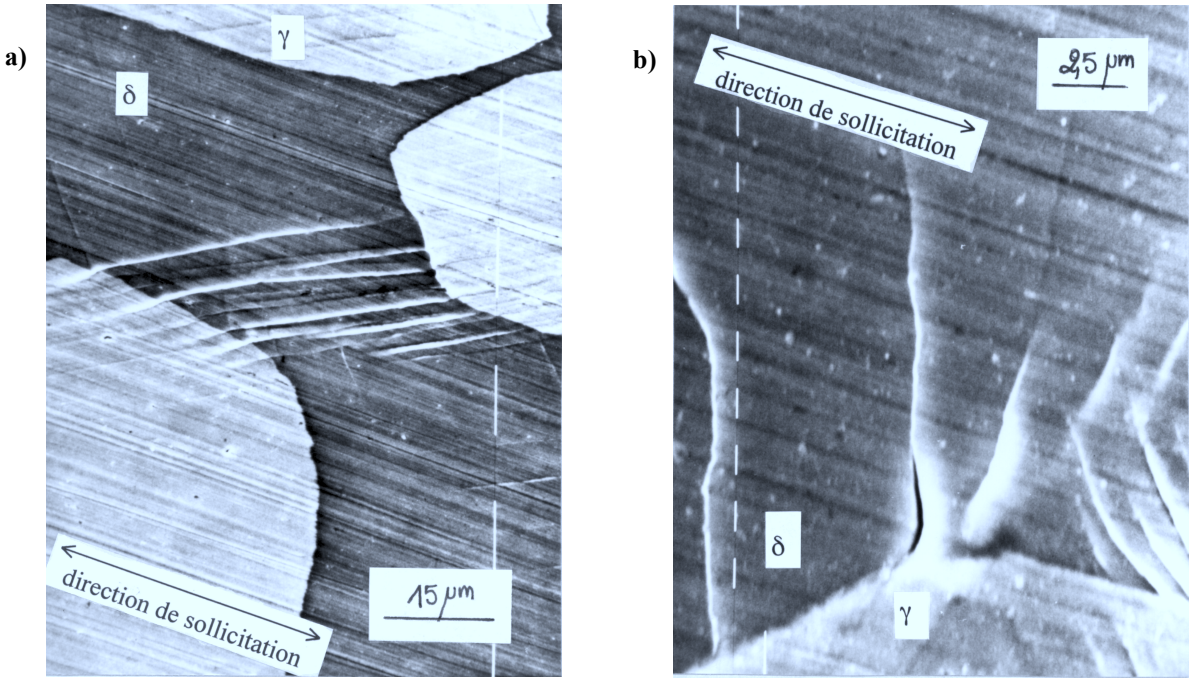


Figure 7 - 30 : Maclage dans la ferrite (a) et amorçage de fissure dans la ferrite à l'interface α / γ (b) pour $\Delta\varepsilon_p$ = ±1.2%. Photos MEB prises en surface d'éprouvette. La direction de sollicitation est indiquée par les traces de polissage présentes sur le fût de l'éprouvette.

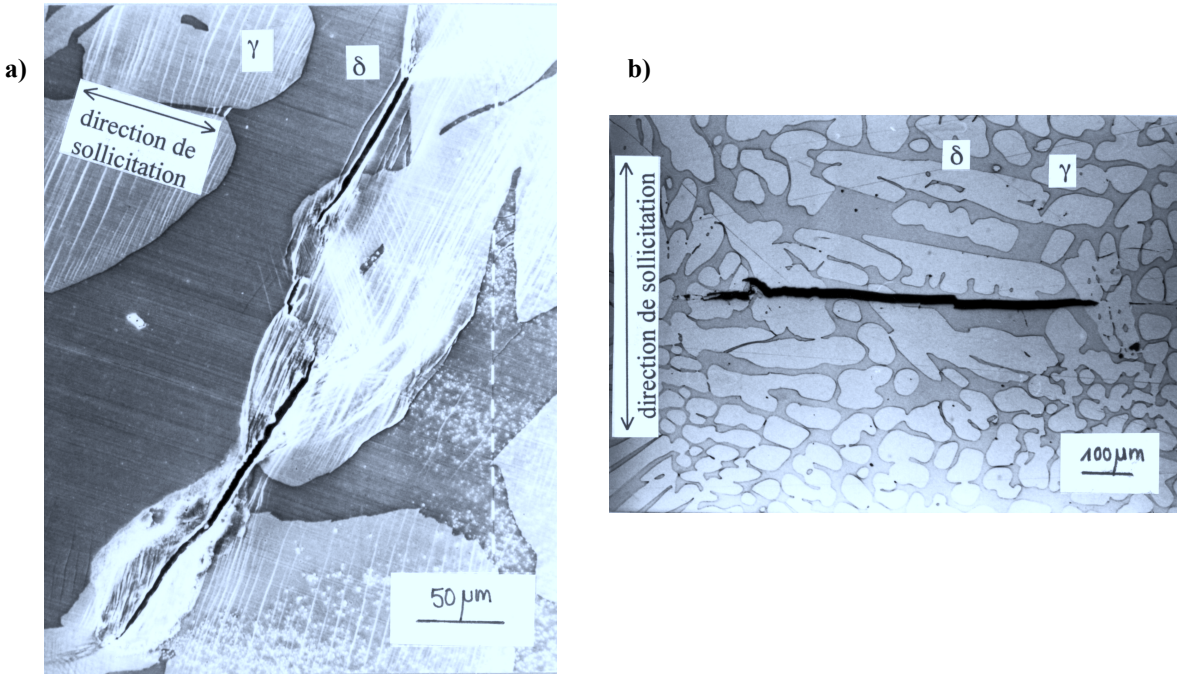


Figure 7 - 31 : Fissure de cisaillement dans la ferrite à la surface d'une éprouvette (a) et fissure de clivage au cœur (b) d'une éprouvette déformée à ±1.2%.

7.2.3. Mesure des énergies à rupture

➢ **Les énergies à rupture sont mesurées par essais de flexion trois points lente** sur des éprouvettes KCU de type Charpy. Ces éprouvettes ont une section réduite de 5.5×5.5 mm^2 afin de pouvoir être extraites des fûts d'éprouvettes de fatigue oligocyclique (Figure 7 - 32). Elles sont, dans leur section, homothétiques aux éprouvettes KCU classiques de section 10×10 mm^2, l'inconvénient étant qu'elles présentent un ligament de taille réduite (2.75 mm) vis-à-vis de la taille des grains ferritiques (5 mm). Au cours de l'essai**, seuls un ou deux grains ferritiques pourront donc être sollicités.**

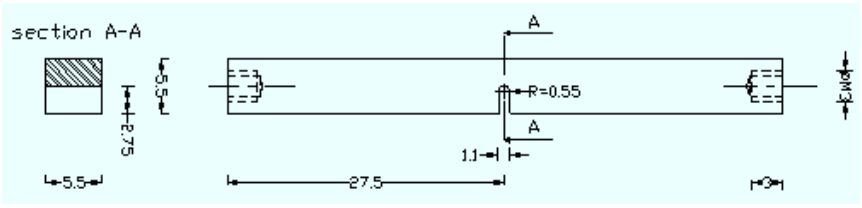


Figure 7 - 32 : Plan des éprouvettes KCU de section 5.5 x 5.5 mm^2.

Les essais sont réalisés **à l'ambiante** sur une machine servohydraulique Instron de capacité 250 kN. La mise en œuvre expérimentale a déjà été présentée au chapitre 6, §6.3.
L'évolution de la charge en fonction du déplacement du vérin est relevée au cours de l'essai**. L'énergie à rupture correspond à l'aire sous la courbe**. Cette énergie peut être divisée en deux parties : **l'énergie à amorçage de fissure et l'énergie à propagation** (Figure 7 - 33).

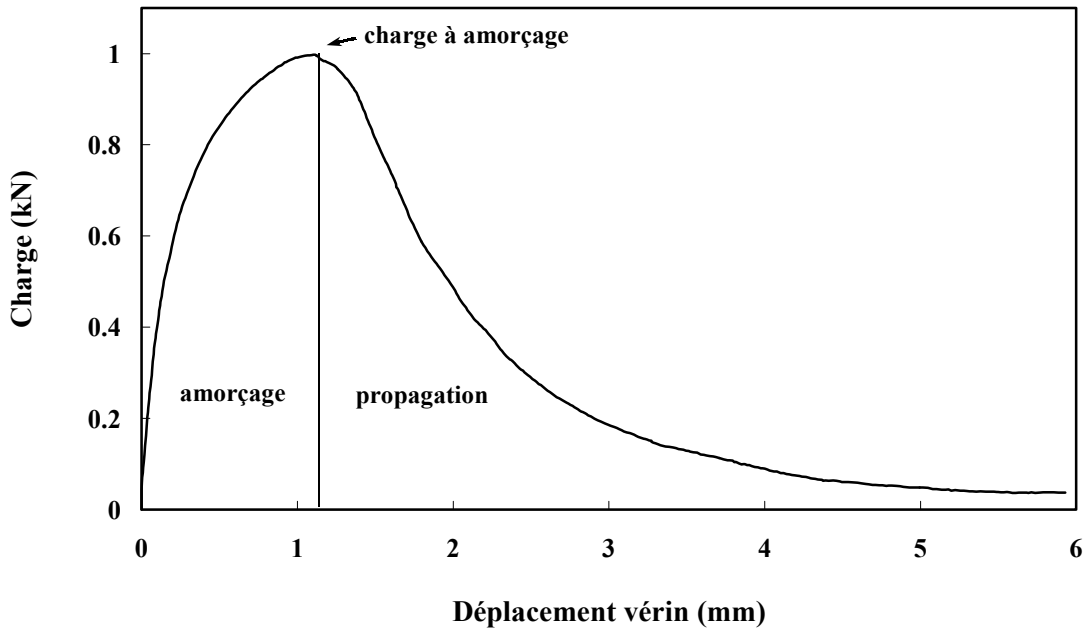


Figure 7 - 33 : Variation de la charge en fonction du déplacement vérin. Mesures des énergies à amorçage et à propagation.

En effet, Devillers-Guerville [1998] a montré par suivi électrique que, sur matériau vieilli, la charge maximale correspond à l'amorçage d'une fissure macroscopique au droit de l'entaille. Les aires correspondantes sont mesurées par la méthode de la pesée.

Les énergies à rupture des éprouvettes prédéformées à ±0.3%, ±0.73% et ±1.20% de déformation plastique sont comparées à celles d'éprouvettes non prédéformées et prélevées en zone équiaxe du coude EK vieilli (Tableau 7 - 12).

	$\Delta\varepsilon_p = \pm 0\%$	$\Delta\varepsilon_p = \pm 0.3\%$	$\Delta\varepsilon_p = \pm 0.73\%$	$\Delta\varepsilon_p = \pm 1.2\%$
Nombre d'éprouvettes KCU testées	10	4	4	3

Tableau 7 - 12 : Nombre d'éprouvettes KCU testées en fonction de l'amplitude de prédéformation.

➢ Les courbes charge – déplacement vérin en fonction de l'amplitude de prédéformation en fatigue appliquée à chaque éprouvette sont montrées à la Figure 7 - 34. On constate que **les charges relevées sont d'autant plus élevées que les éprouvettes sont prédéformées à des amplitudes de déformation élevées**. De plus, le déplacement vérin nécessaire pour amorcer une fissure diminue lorsque l'écrouissage du matériau augmente.

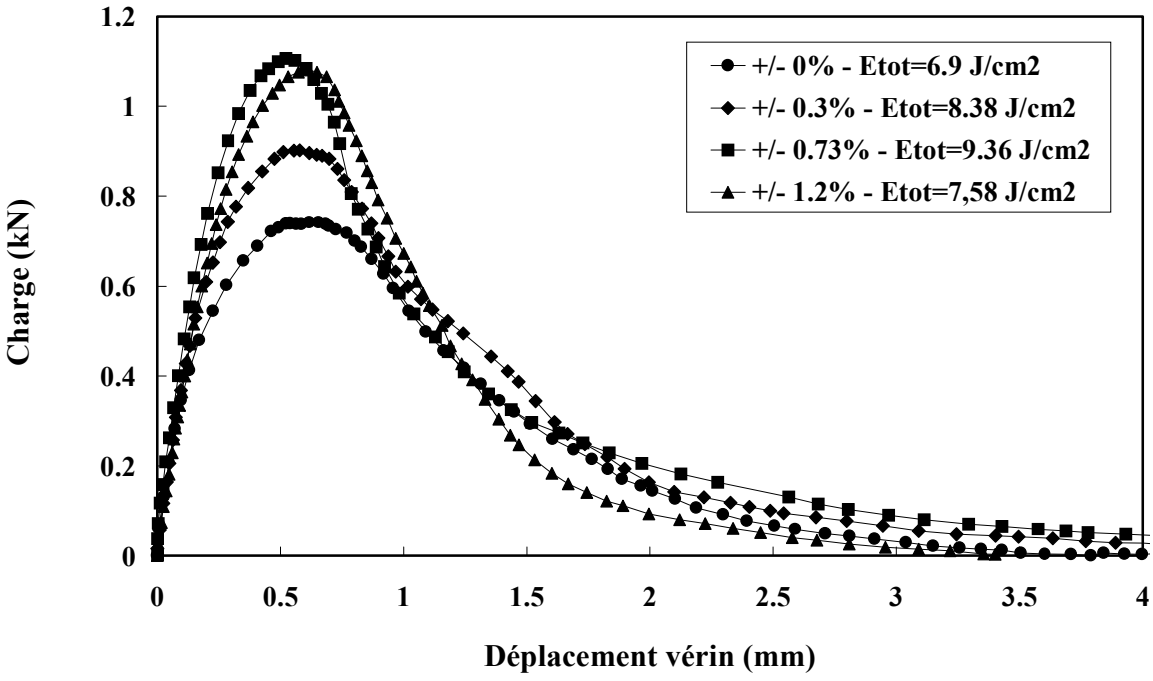


Figure 7 - 34 : Courbes charge - déplacement vérin caractéristiques de chaque amplitude de déformation et valeurs des énergies à rupture.

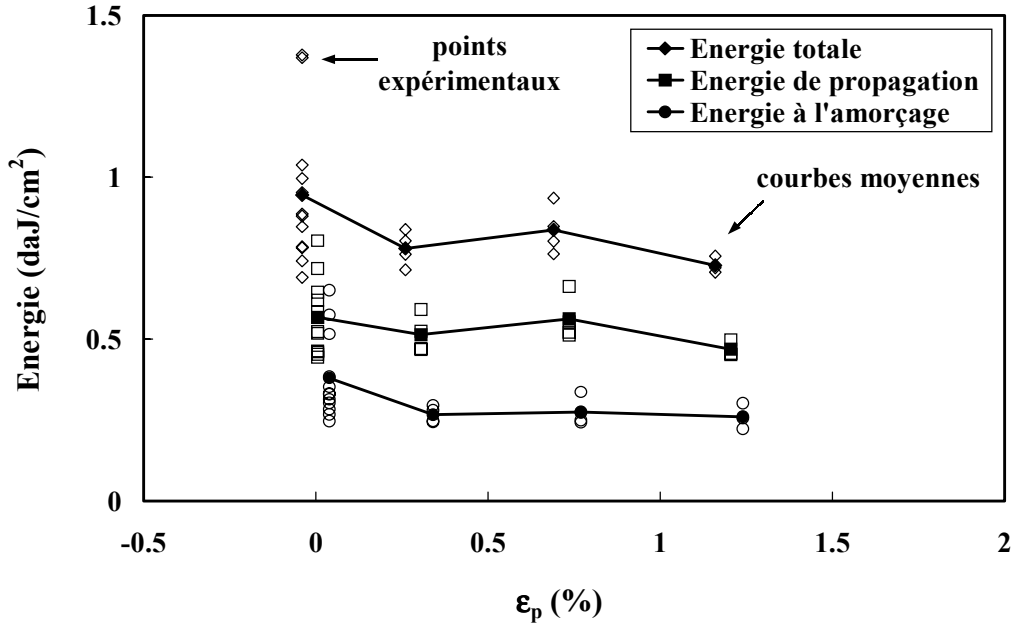


Figure 7 - 35 : Variation des énergies à rupture en fonction de l'amplitude de prédéformation $\Delta\varepsilon_p$ = ±0.3%, ±0.73% et ±1.20%.

Cette augmentation est liée à l'écrouissage introduit par fatigue dans le matériau. En revanche, cet **effet de durcissement est moindre pour l'amplitude de prédéformation de ±1.2%. L'endommagement du matériau par clivage** pour ces amplitudes de déformation diminue en effet la résistance globale de l'éprouvette.

➢ Les énergies à rupture sont reportées à la Figure 7 - 35. En raison du faible nombre de grains présents dans le ligament des éprouvettes (1 ou 2 grains ferritiques), **les résultats sont fortement dispersés**. En effet, selon que le grain est bien ou mal orienté pour rompre par rapport à l'axe de sollicitation, l'énergie à rupture sera plus ou moins grande. Etant donnée cette forte dispersion, les variations sur l'énergie moyenne à rupture en fonction de la prédéformation est jugée non significative. Il n'y a donc apparemment **pas d'effet positif ou négatif de la prédéformation en fatigue sur les énergies à amorçage et à propagation du matériau**.

Il a cependant été constaté que des fissures de clivage sont introduites dans le matériau après sollicitation à ±1.20%. Ceci devrait avoir pour conséquence de faire chuter l'énergie à amorçage de ces éprouvettes. Or ce n'est pas le cas. En effet**, l'essai de flexion trois points sur éprouvette KCU n'est peut-être pas l'essai le mieux adapté pour évaluer l'influence d'une prédéformation en fatigue sur l'énergie à rupture** étant donné que la fissure macroscopique est obligée de s'amorcer en pointe d'entaille et de se propager au droit de celle-ci. Si la fissure macroscopique rencontre une fissure préalablement introduite par fatigue, l'énergie à rupture va chuter. En revanche, si elle rencontre un matériau sain, l'énergie sera bien supérieure. Il aurait alors peut-être **été plus judicieux d'évaluer l'énergie à rupture par essai de traction**, car, dans ce cas, la fissure macroscopique s'amorce sur les zones les plus faibles de l'éprouvette.

➢ Quelle que soit l'amplitude de prédéformation, la ferrite rompt par clivage ou multiclivage (Figure 7 - 36). La propagation de fissure macroscopique s'accompagne également d'un endommagement par clivage sous la surface de rupture (Figure 7 - 37). **La phase ferritique est donc restée fragile**.

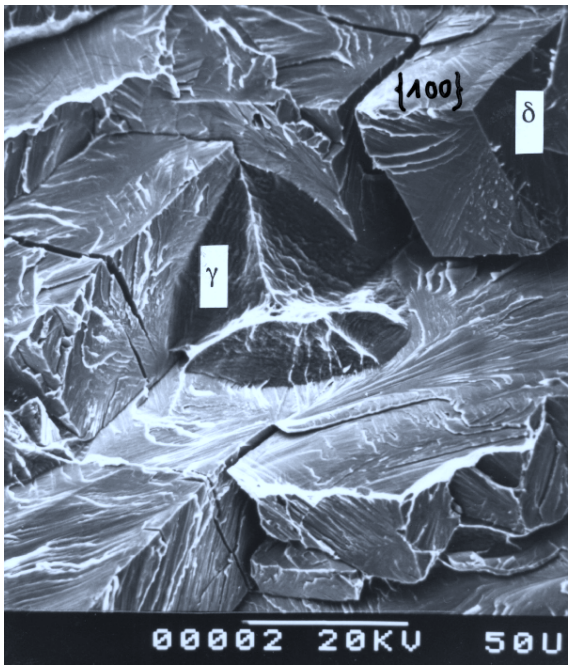


Figure 7 - 36 : Multiclivage dans la ferrite et ligament d'austénite rompu de manière ductile. Observation MEB du faciès d'une éprouvette KCU.

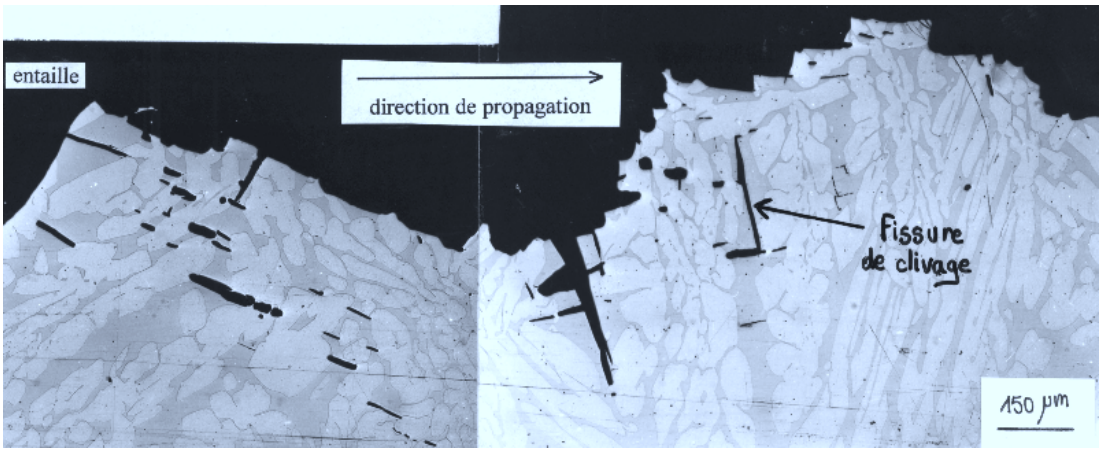


Figure 7 - 37 : Section polie d'une éprouvette KCU rompue. Endommagement par clivage dans la ferrite (en sombre) sous la surface de rupture. Changement d'orientation des fissures de clivage en fonction de l'orientation du grain ferritique. Observation en microscopie optique.

On peut remarquer que lorsque l'énergie de propagation est minimale, la ferrite rompt majoritairement par clivage plan (Figure 7 - 38.a). En revanche, lorsque l'énergie de propagation est maximale, la ferrite rompt par multiclivage (Figure 7 - 38.b). Ceci est dû à l'orientation des grains ferritiques par rapport à l'axe principal de traction. Si l'axe de traction est globalement perpendiculaire à un plan de clivage de la ferrite (plans {100}α), c'est du clivage plan qui s'amorce. Mais si l'axe de traction est mal orienté par rapport aux plans {100} de la ferrite, celle-ci rompt quand même par clivage ; cependant le chemin de fissuration est plus tortueux d'où le multiclivage qui nécessite davantage d'énergie que le clivage plan.

7.2.4. Discussion

Il n'y a **pas d'effet significatif de la prédéformation en fatigue** (aux amplitudes de déformations plastique de ±0.3%, ±0.73% ou ±1.20%) **sur les énergies à amorçage et à propagation d'une fissure sous essais de flexion trois points lente**. De plus, même après prédéformation cyclique, la ferrite rompt par clivage. Tout ceci tendrait à montrer qu'il n'y a **pas eu démodulation de la phase ferritique**.

Cependant, **les conditions d'essai** ($\Delta\varepsilon_p$ et N) **ne sont peut-être pas les mieux adaptées pour provoquer le cisaillement des précipités α'**. L'amplitude de déformation plastique de ±0.3% n'a pas suffi pour déformer la phase ferritique alors que la déformation plastique de ±1.20% a provoqué son endommagement. La déformation plastique intermédiaire doit donc être suffisante pour provoquer la déformation plastique de la ferrite. Cependant, il aurait été nécessaire d'appliquer un nombre de cycles supérieurs à celui qui a été appliqué, jusqu'à ce qu'un adoucissement cyclique apparaisse. En effet, les courbes $\sigma_{maxt} = f(N)$ n'ont pas mis en évidence d'adoucissement cyclique du matériau. Or la démodulation du matériau est caractérisée par cet adoucissement.

D'autre part, dans la littérature, la démodulation de la phase ferritique a été constatée grâce à des mesures de Diffusion des Neutrons aux Petits Angles. Ces mesures sont des mesures locales et non des mesures globales comme la mesure d'énergie à rupture. Ceci signifie que, **même s'il y a démodulation de la phase ferritique, il n'est pas évident que celle-ci puisse être mesurée par essai de flexion trois points lente.**

Conclusions :

Les amplitudes de déformation plastique de ±0.3%, ±0.73% et ±1.20% appliquées respectivement pendant 50, 21 et 13 cycles n'ont pas engendré de variation significative de l'énergie à rupture des éprouvettes de résilience prélevées dans les fûts des éprouvettes de fatigue oligocyclique. Il semblerait donc qu'il n'y ait pas eu démodulation de la phase ferritique.

Pour provoquer le cisaillement de la phase α', l'amplitude de déformation plastique de ±0.30% n'est pas suffisante (pas de déformation de la ferrite) et celle de ±1.20% est trop importante (endommagement de la ferrite). Une amplitude de déformation intermédiaire est donc nécessaire. Il faut cependant l'appliquer pendant un nombre de cycles suffisant pour faire apparaître un adoucissement cyclique caractéristique de la démodulation de la ferrite.

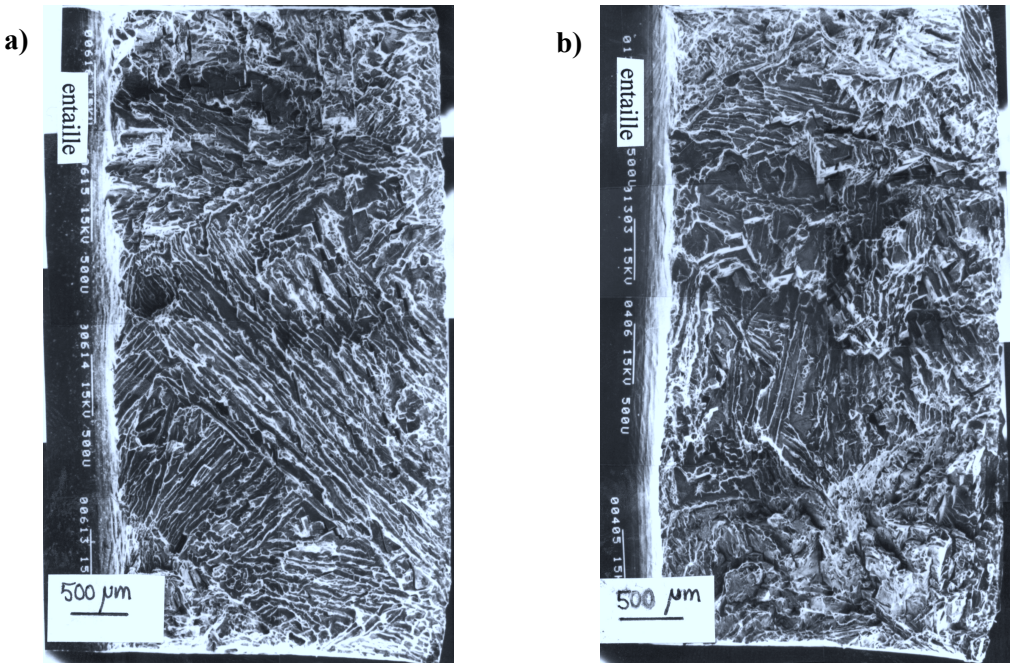


Figure 7 - 38 : Faciès de rupture d'éprouvettes KCU. Clivage plan prépondérant sur une éprouvette dont l'énergie de propagation est minimale (a) et multiclivage sur une éprouvette dont l'énergie de propagation est maximale (b). Observations MEB.

7.3. CONCLUSIONS

L'étude du comportement cyclique nous donne des éléments afin de mieux appréhender ce qui se passe dans la zone plastique en pointe de fissure et ce, notamment, pour deux paramètres des essais de propagation de fissure par fatigue : le vieillissement du matériau et la température d'essai.

- Il apparaît que les comportements cycliques des matériaux défragilisé et à l'état initial sont identiques. Il en va de même pour les deux matériaux vieillis, même si leur niveau de fragilisation sont différents. **On s'attend donc à ce que les vitesses de propagation de fissure par fatigue dans les deux matériaux vieillis et dans les matériaux défragilisé et à l'état initial soient respectivement similaires**.

- Pour les amplitudes de déformation plastique inférieures à ±0.5%, le comportement cyclique du matériau vieilli est identique à celui du matériau non vieilli. En revanche, au-delà de ±0.5% de déformation plastique, les niveaux de contraintes et l'écrouissage dans le matériau vieilli sont supérieurs à ceux du matériau non vieilli. On suppose donc que, **pour les faibles amplitudes de chargement, c'est-à-dire pour les faibles déformations plastiques, les vitesses de propagation dans les matériaux vieilli et non vieilli sont identiques**. En revanche, **lorsque l'amplitude de chargement augmente, la déformation augmentant, les vitesses de propagation dans le matériau vieilli devraient être supérieures aux vitesses de propagation dans le matériau non vieilli.**

- Ces essais constituent une bonne base de données sur le comportement cyclique des aciers austéno-ferritiques en vue de la simulation numérique d'une propagation de fissure par fatigue. Ils nous ont également beaucoup appris sur les parts d'écrouissages cinématique et isotrope en fonction des conditions d'essai. En effet, comme nous le verrons dans la partie « Discussion », **le type d'écrouissage cyclique du matériau influe fortement sur les niveaux de fermeture de fissure par plasticité**.

Quels que soient le matériau et la température d'essai, l'écrouissage cinématique est prédominant.

A 20°C et 320°C, le vieillissement du matériau et l'amplitude de déformation plastique n'influent pas sur le niveau d'écrouissage isotrope qui est constant. En revanche, l'écrouissage cinématique augmente avec le vieillissement et la déformation plastique. **Le matériau vieilli a donc un écrouissage cinématique plus marqué que le matériau non vieilli.**

A 320°C, l'écrouissage isotrope des matériaux vieilli et non vieilli est inférieur à celui mesuré à 20°C. Pour le matériau vieilli, l'écrouissage cinématique diminue avec la température d'essai, alors que pour le matériau non vieilli, les niveaux sont identiques à 20°C et 320°C. Par conséquent, on peut conclure que **l'écrouissage du matériau non vieilli est davantage cinématique à 320°C qu'à 20°C**. En revanche, **il est impossible de se prononcer sur l'influence de la température d'essai sur l'écrouissage du matériau vieilli**.

- Nous avons montré que pour des amplitudes de déformation plastique supérieures ou égales à ±1.2%, il ne semble pas possible de démoduler la ferrite car le matériau s'endommage par clivage. **La démodulation ne se fait que pour les faibles amplitudes de déformation plastique appliquées**

pendant un nombre élevé de cycles. Elle ne peut donc avoir lieu que pour les faibles amplitudes de chargement.

Nous allons donc confronter ces hypothèses faites sur les vitesses de propagation de fissure aux résultats expérimentaux.

8. VITESSES DE PROPAGATION DE FISSURE PAR FATIGUE

8.1. MISE EN ŒUVRE EXPERIMENTALE……..……214

8.1.1. Mesure de la longueur de fissure

8.1.2. Chargement limite des éprouvettes

8.1.3. Mesure de la fermeture de fissure

8.1.4. Paramètres des essais

8.1.5. Méthode de dépouillement des essais

8.2. INFLUENCE DU VIEILLISSEMENT…….....233

8.2.1. A l'ambiante

8.2.2. A 320°C

8.2.3. Discussion

8.3. INFLUENCE DE LA TEMPERATURE D'ESSAI……..……245

8.4. INFLUENCE DE LA STRUCTURE DE SOLIDIFICATION……..……..248

8.5. INFLUENCE DU RAPPORT DE CHARGE……..…..250

8.6. CONCLUSIONS……..253

Les **vitesses de propagation et la fermeture de fissu**re ont été mesurées en faisant varier **quatre paramètres expérimentaux : le niveau de vieillissement, la température d'essai, la structure de solidification et le rapport de charge P_{min}/P_{max}.** Après description de la méthode expérimentale, l'influence de ces paramètres sur les vitesses de propagation et sur les niveaux de fermeture sera présentée. Les vitesses de propagation seront ensuite comparées à celles relevées dans la littérature. Les résultats des mesures de fermeture de fissure seront en revanche discutés dans la partie « Discussion ».

8.1. MISE EN ŒUVRE EXPERIMENTALE

➢ Les essais de propagation de fissure par fatigue sont réalisés sur des éprouvettes de type **CT 20** (W = 40 mm) **d'épaisseur réduite** (B = 10 mm) (Figure 8 - 1). La profondeur de l'entaille est de 12 mm pour les éprouvettes extraites du coude n°1 et de 14 mm pour les éprouvettes extraites du coude EK. En effet, dans le coude EK, la zone basaltique est tellement importante que l'entaille a été usinée plus profondément afin de pouvoir découper deux éprouvettes ayant un ligament en zone équiaxe dans l'épaisseur du coude.

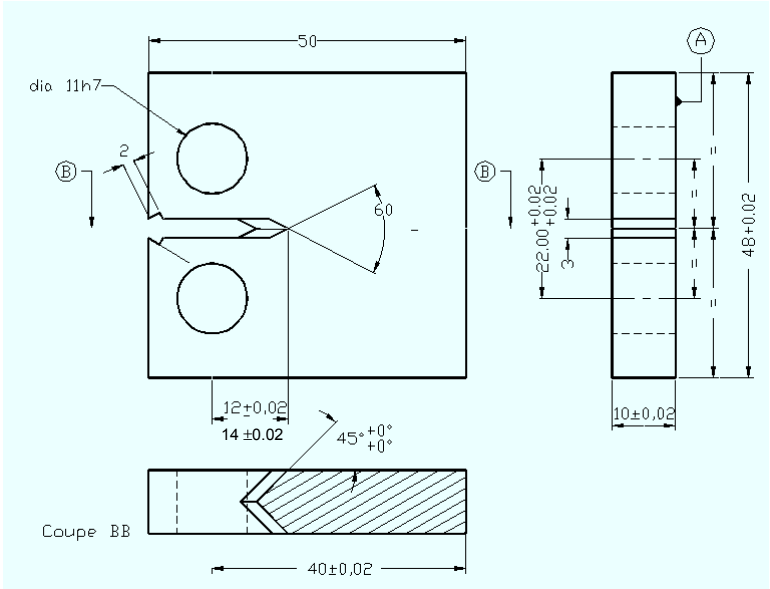


Figure 8 - 1 : Plan des éprouvettes CT 20 à épaisseur réduite (B = 10 mm).

Tout au long de l'essai, la plasticité en pointe de fissure reste confinée. Le chargement peut être exprimé par le facteur d'intensité des contraintes K (MPa.√m) calculé en mécanique linéaire de la rupture :

$$K = \frac{P \times Y(\frac{a}{W})}{B \times \sqrt{W}}$$

$$Y(\frac{a}{W}) = 29.6(\frac{a}{W})^{\frac{1}{2}} - 185.5(\frac{a}{W})^{\frac{3}{2}} + 655.7(\frac{a}{W})^{\frac{5}{2}} - 1017(\frac{a}{W})^{\frac{7}{2}} + 638.9(\frac{a}{W})^{\frac{9}{2}}$$

où P : charge (N)
B : épaisseur de l'éprouvette (10 mm)
W : distance entre l'axe d'application de la charge et le talon de l'éprouvette (40 mm)
a : longueur de la fissure (mm), c'est-à-dire distance entre l'axe d'application de l'effort et la pointe de la fissure

La plasticité étant confinée, la plupart du front de fissure est proche d'un état de déformation plane. Seule une faible épaisseur en surface d'éprouvette est en contrainte plane.

Avant essai, les éprouvettes ont été polies jusqu'à 1 µm et attaquées au réactif de Murakami afin de pouvoir bien observer l'avancée de la fissure sur chaque face de l'éprouvette.

➢ Les éprouvettes ont été sollicitées en traction / traction sur deux machines servohydrauliques MTS de capacité respectives 100 kN et 250 kN. **La machine est pilotée en charge selon un cycle sinusoïdal entre des charges maximale et minimale constantes**. La fréquence de sollicitation est de 20 Hz, puis elle est réduite en fin d'essai jusqu'à 5 Hz afin de pouvoir garder le contrôle de l'avancée de la fissure lorsque sa vitesse de propagation augmente. On supposera qu'il n'y a pas d'effet de fréquence entre 5 Hz et 20 Hz. Ceci n'a en effet pas été rapporté dans la bibliographie.
Pour les essais à 320°C, le chauffage des éprouvettes est assuré par un four à lampes ou par un cordon chauffant enroulé autour de l'éprouvette. L'avantage du cordon chauffant est de provoquer un rayonnement thermique moindre, ce qui facilite les mesures de fermeture en température (voir § 8.1.3). La régulation en température est assurée par des thermocouples soudés en plusieurs endroits sur l'éprouvette (Figure 8 - 2). Les extrémités des thermocouples sont recouvertes d'une fine couche de pâte de ciment d'alumine afin de les protéger du rayonnement thermique.

Les éprouvettes sont au préalable **préfissurées à l'ambiante**, sous un rapport de charge $\mathbf{P_{min}/P_{max} = 0.1}$ **et à une fréquence élevée de 30 à 40 Hz**. En fin de préfissuration, la fissure débouche de 1 à 2 mm de l'entaille. Sa longueur est quasiment identique sur les deux faces. **La charge appliquée au cours de la préfissuration est inférieure à celle de l'essai** de telle sorte que la zone plastique en fin de préfissuration soit inférieure à la zone plastique en début d'essai. La préfissuration ne perturbe donc pas la vitesse d'avancée de fissure au cours de l'essai.
Pour certaines éprouvettes, notamment les éprouvettes défragilisées, l'amorçage de la fissure étant difficile, une charge plus élevée que celle de l'essai est appliquée au début de la préfissuration. Cependant, dès que la fissure est formée, la charge est réduite de façon continue jusqu'à atteindre une valeur inférieure à celle de l'essai en fin de préfissuration.

Après préfissuration toutes les éprouvettes subissent **un traitement thermique de 3 heures à 350°C afin d'oxyder la surface préfissurée** et donc de marquer le front de fin de préfissuration. Nous

avons vu au chapitre 6 (§ 6.1.2) que **ce traitement affecte très peu la dureté de la ferrite** et n'a donc pas de conséquence sur le comportement à fissuration des matériaux.

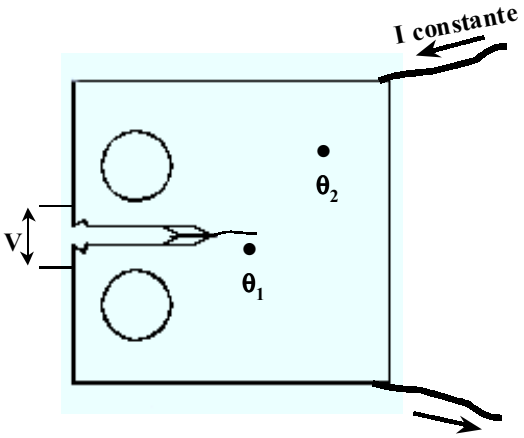


Figure 8 - 2 : Instrumentation de l'éprouvette CT : amenées de courant, prises de potentiel et thermocouples (θ_1 et θ_2).

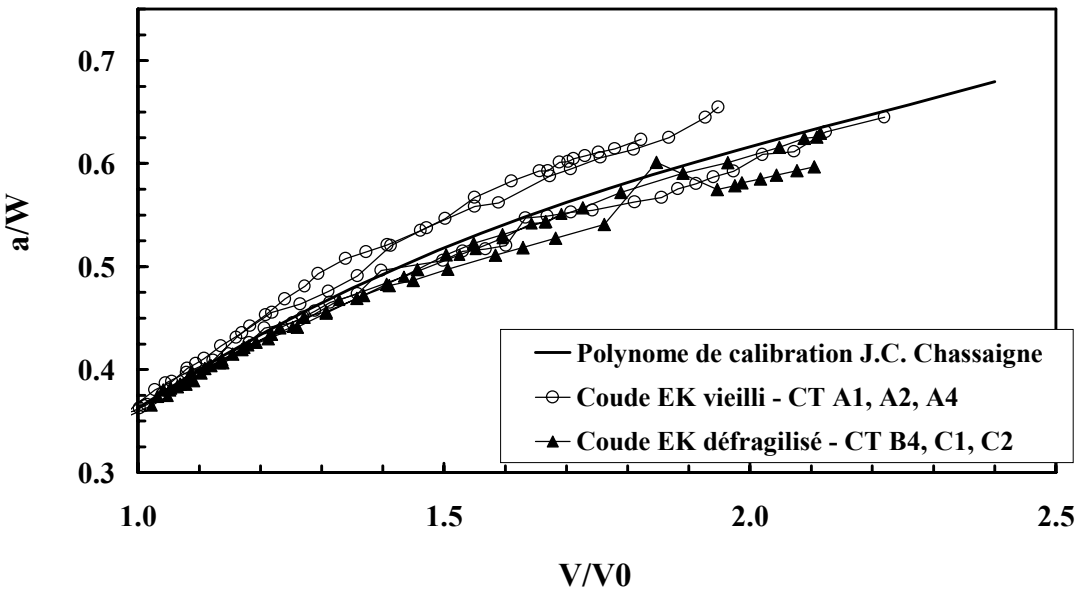


Figure 8 - 3 : Comparaison entre les polynômes de calibration établis expérimentalement et le polynôme de calibration de Chassaigne [1997].

8.1.1. Mesure de la longueur de fissure

La longueur de la fissure a été mesurée de deux manières différentes au cours de l'essai : par mesures optiques sur les faces de l'éprouvette et par suivi électrique.

- La ***mesure optique*** sur les faces de l'éprouvette se fait grâce à des oculaires de grossissement assez faible (× 10) montés sur des verniers. Elle permet de vérifier que l'avancée de la fissure est quasi identique sur les deux faces et donc que le front de fissure est le plus droit possible. Cependant, dans ces matériaux, l'avancée de fissure dépend fortement de l'orientation du grain ferritique traversé (ceci sera développé au Chapitre 9) si bien qu'il n'est pas évident de garder un front de fissure droit.

Lorsqu'un retard d'avancée de la fissure est constaté sur une face de l'éprouvette, celui-ci peut être corrigé en plaçant des clinquants entre les goupilles d'amarrage de l'éprouvette et les trous de goupille de la ligne de la machine. Les clinquants ont pour conséquence de créer un léger désalignement de la direction de sollicitation. L'effort appliqué devient alors sensiblement supérieur du côté où les clinquants sont placés. Ce côté de l'éprouvette est donc plus fortement sollicité, ce qui permet d'augmenter la vitesse d'avancée locale de la fissure et d'assurer un front de fissure quasiment droit.

La mesure optique des longueurs de fissure n'est pas une mesure très fiable dans le sens où il n'est pas possible de prendre en compte les branchements fréquents de la fissure ainsi que les avancées de fissure à cœur. Cette mesure **a uniquement pour objectif d'assurer que le front de fissure est à peu près droit.**

- La ***méthode du suivi électrique*** est basée sur **la variation de résistivité d'un corps fissuré**. L'éprouvette est parcourue par un courant continu (I) de 6 A et on mesure la différence de potentiel (V) au bord des lèvres de l'entaille (Figure 8 - 2). Lorsque la longueur de fissure augmente, la résistance apparente de l'éprouvette augmente également, ce qui provoque un accroissement de V. Cette méthode **permet donc de prendre en compte la longueur réelle de la fissure dans l'épaisseur**. La longueur de fissure mesurée de cette manière sera donc supérieure ou égale à celle qui peut être mesurée sur les faces de l'éprouvette.

La relation entre la tension mesurée (V) et la longueur de la fissure (a) est établie par une courbe de calibration a/W = f(V/Vo), Vo étant la tension, pour la longueur de fissure a_0 en début d'essai.

La courbe de calibration a été établie à température ambiante sur une éprouvette du même type. Dans ce cas, la longueur de fissure est mesurée par suivi optique et/ou par mesure de fronts sur éprouvettes ouvertes.

Nous avons établi des polynômes de calibration sur matériaux vieilli et non vieilli uniquement à partir des mesures optiques sur les faces des éprouvettes, car, pour nos matériaux, les marquages de fronts intermédiaires sont difficiles. Les changements de fréquence ne sont pas visibles étant donné le relief important des surfaces de rupture et les traitements thermiques successifs effacent les marquages de fronts précédents. Nous avons comparé ces polynômes à celui que Chassaigne [1997] avait établi dans le laboratoire sur un superalliage base nickel N18 avec des éprouvettes de même géométrie (Figure 8 - 3). Nos courbes sont proches de celle de Chassaigne. Cependant, compte tenu des difficultés rencontrées sur ces matériaux à gros grains pour mesurer des longueurs de fissure exactes (branchements, fronts de fissure pas toujours droits) et du fait qu'il ne nous a pas été possible de rectifier les mesures de longueurs de fissure sur les

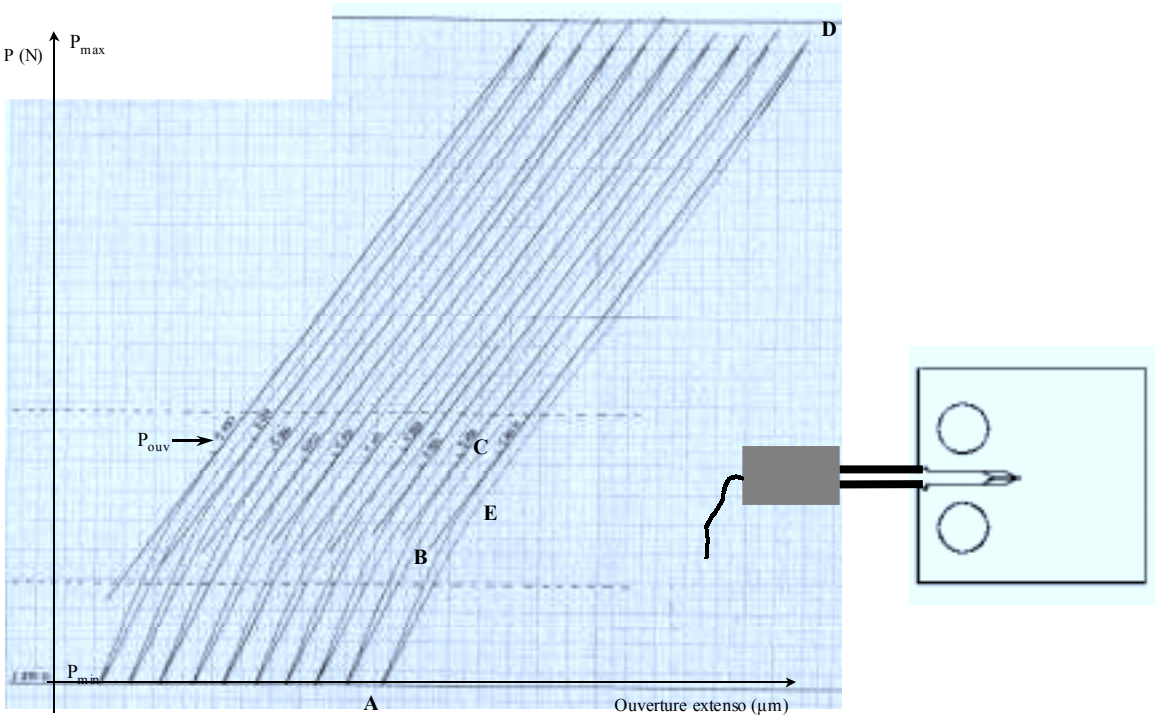


Figure 8 – 4 : Mesure de la fermeture par la méthode de la complaisance. Extensomètre placé aux lèvres de l'entaille d'une éprouvette CT et relevé de la charge en fonction de l'ouverture de l'entaille.

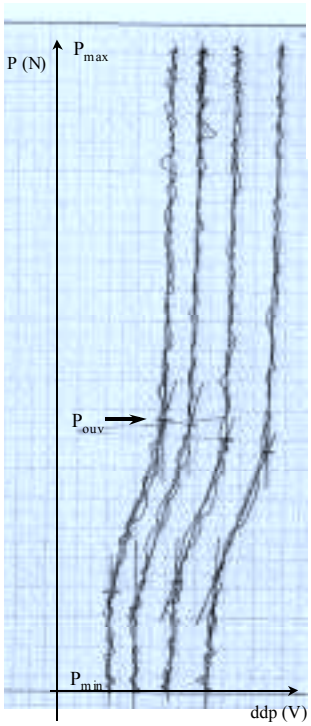


Figure 8 - 5 : Mesure de fermeture par suivi électrique.

faces par des mesures sur faciès, nous avons préféré retenir la courbe de calibration de Chassaigne, jugée plus précise. Son équation est :

$$\frac{a}{W} = -0.0047\left(\frac{V}{V_0}\right)^4 + 0.0187\left(\frac{V}{V_0}\right)^3 - 0.2638\left(\frac{V}{V_0}\right)^2 + 0.8434\left(\frac{V}{V_0}\right) - 0.2405$$

La nature du matériau (résistivité) **et les conditions expérimentales** (température, environnement, longueur des fils d'amenée de courant et de prise de potentiel…) **sont prises en compte dans la tension de référence V_0** [Donald et al, 1997]. La courbe de calibration est donc rendue indépendante de la tension de départ suite à la normalisation de la tension mesurée (V) par la tension de référence (V_0) relevée en début d'essai pour la longueur de préfissuration a_0.

De plus amples détails sur l'instrumentation de l'éprouvette pour le suivi électrique et sur l'utilisation du polynôme de calibration sont exposés en Annexe 3.

8.1.2. Chargement limite des éprouvettes

Le chargement limite correspond au chargement pour lequel le ligament en avant de la pointe de la fissure est entièrement déformé plastiquement.

Pour le calcul de ce chargement limite, nous avons retenu la formulation mathématique de Miller [1988] établie pour un matériau plastique parfait obéissant à un critère de plasticité de type Tresca en contrainte plane, c'est-à-dire le critère le plus conservatif. Le courbes P = f(a) sont tracées pour chaque condition expérimentale, ce qui permet de déterminer la longueur maximale de fissure que l'éprouvette peut supporter sous ce chargement. Ces courbes sont en Annexe 3.

8.1.3. Mesure de la fermeture de fissure

La mesure de la fermeture de fissure **permet d'accéder à la résistance intrinsèque du matériau**, c'est-à-dire d'exprimer les vitesses de propagation en fonction de ΔK_{eff}. La fermeture de fissure a été **mesurée par la méthode de la complaisance ainsi que par suivi électrique** (pour certaines éprouvettes seulement).

La ***méthode de la complaisance*** consiste à placer un extensomètre aux lèvres de l'entaille et à relever la courbe charge en fonction de l'ouverture / fermeture de celle-ci lorsque l'éprouvette est sollicitée à une faible fréquence de 0.1 Hz (Figure 8 – 4). De A à B, la pente de la courbe correspond à la complaisance d'une éprouvette non fissurée. De B à C, la fissure s'ouvre progressivement. En C, la fissure est ouverte. Puis, de C à D, la pente de la courbe correspond à la complaisance d'une éprouvette contenant une fissure ouverte**. La charge à ouverture s'identifie, au chargement, à la rupture de pente en C** et la charge à fermeture, à la rupture de pente au déchargement (E). Etant donné la faible différence entre les deux valeurs (10 à 15%), les charges à ouverture et fermeture

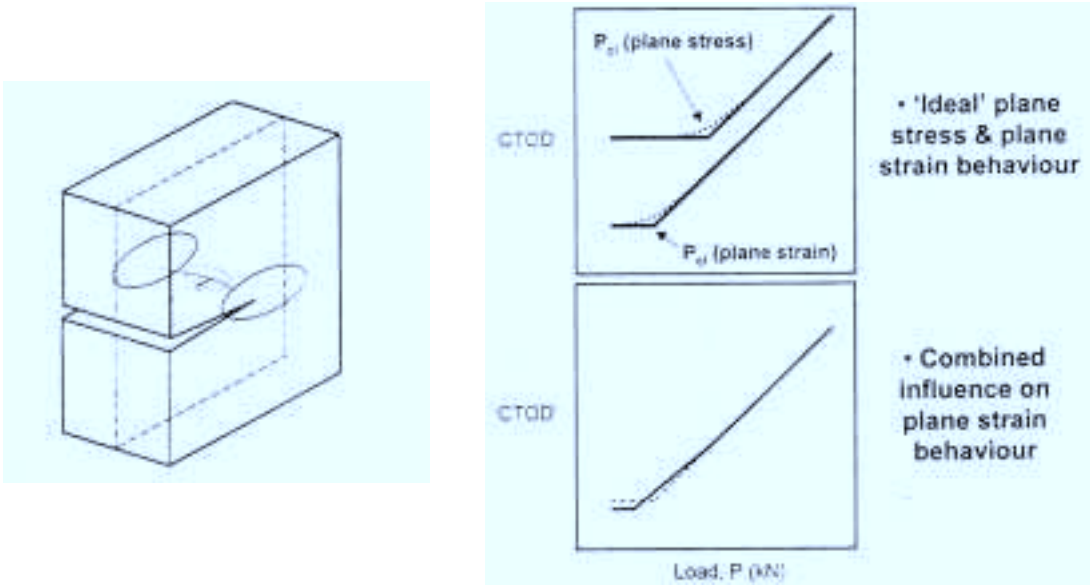


Figure 8 - 6 : Différence de niveau de fermeture entre un état de contraintes planes et un état de déformations planes [Xu et al., 2000].

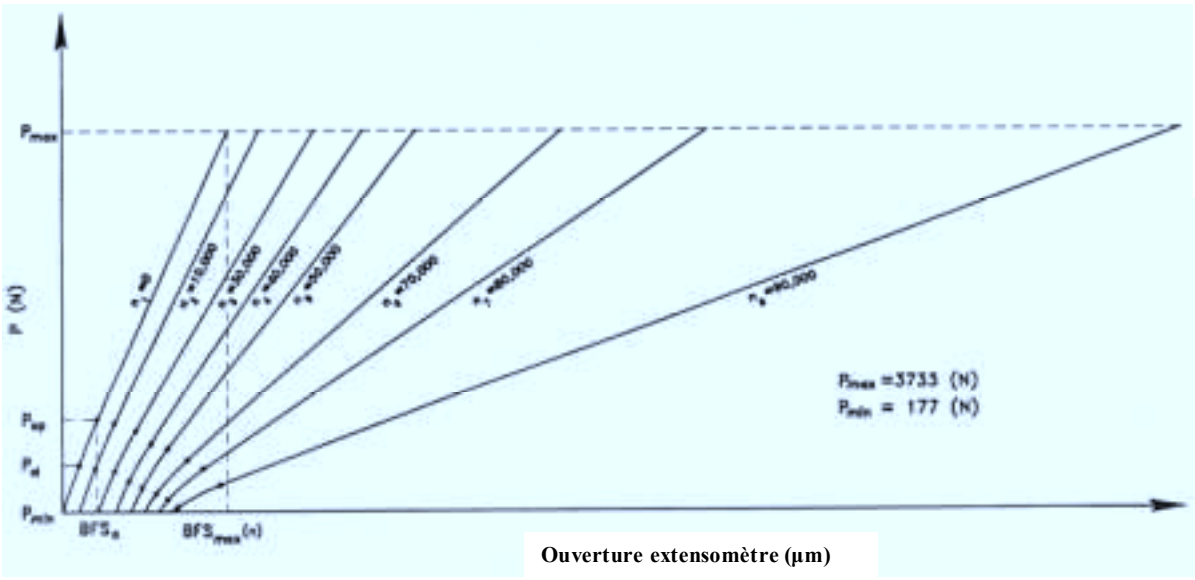


Figure 8 - 7 : Evolution avec l'avancée de fissure de la courbe charge en fonction de l'ouverture de l'extensomètre [Zhu et al., 1994].

seront supposées équivalentes.
La sensibilité de l'extensomètre utilisé est de 2 à 4 V/mm.

La ***mesure de fermeture par suivi électrique*** suit le même principe. L'éprouvette est sollicitée à une fréquence faible (0.01 Hz) afin que le suiveur de tension puisse relever celle-ci et on trace l'évolution de la différence de potentiel en fonction de la charge (Figure 8 - 5). Tant que la fissure est fermée, la tension reste constante. Puis elle augmente lorsque la fissure s'ouvre. **Une fois la fissure ouverte, la tension est à nouveau constante mais supérieure à son niveau de départ.**

La mesure de fermeture est délicate. Il faut rappeler que l'ouverture de fissure mesurée est de l'ordre de 100 µm lorsque la fissure est courte. La littérature révèle de grosses différences d'un laboratoire à un autre même si la technique employée est identique [Zhu et Shaw, 1994] et [Xu et al, 2000].

Selon que la mesure est faite en surface ou en volume, le niveau de fermeture relevé ne sera pas le même. En effet, en pointe de fissure, les faces de l'éprouvette CT sont en état de contrainte plane alors que le front de fissure à cœur de l'éprouvette est proche d'un état de déformation plane. La zone plastique étant plus étendue en contrainte plane qu'en déformation plane, le niveau de fermeture de fissure sera supérieur en surface (Figure 8 - 6) [Xu et al., 2000] et [Jones et al., 1978]. C'est pourquoi la mesure de fermeture grâce à des jauges placées sur les faces de l'éprouvette n'a pas été retenue.

De plus, **la position de l'outil de mesure vis-à-vis de la pointe de la fissure est très importante**. Plus celui-ci en est éloigné, plus la mesure sera sous-estimée [Garz et James, 1989], [Zhu et Shaw, 1994] et [Xu et al., 2000]. Ceci explique que, sur une éprouvette CT, le niveau de fermeture de fissure mesuré grâce à un extensomètre placé aux lèvres de l'entaille diminue lorsque la fissure avance (Figure 8 - 7). Le niveau de fermeture local est donc sous-estimé lorsqu'il est mesuré par un extensomètre placé aux lèvres de l'entaille.

La mesure par variation de différence de potentiel qui tient compte de ce qui se passe effectivement en pointe de fissure semblerait alors préférable. Cependant, cette technique possède ses propres limites. En présence d'une couche d'oxyde peu conductrice, comme au cours d'un essai en température, la valeur de la différence de potentiel peut être faussée. De plus, cette mesure en volume est très sensible. Dès que deux aspérités de la surface de rupture entrent en contact, la différence de potentiel chute, ce qui est source de beaucoup de bruit dans des matériaux à structure grossière et donc à surface de rupture chaotique [Evans et Spence, 1997]. Ces auteurs soulignent d'ailleurs la difficulté à déterminer le niveau de fermeture de fissure par cette méthode. En ce qui nous concerne, **nous avons constaté que la correspondance entre niveaux de fermeture mesurés grâce à un extensomètre ou par variation de la différence de potentiel (ddp) n'était pas évidente**. Jugeant la mesure de fermeture par variation de ddp comme étant délicate**, nous avons préféré tenir compte des mesures effectuées grâce à l'extensomètre.** Il s'agit en effet d'une mesure mécanique globale tout comme la mesure de la longueur de fissure. La mesure par variation de ddp ne sert qu'à confirmer la présence ou l'absence du phénomène.

Les relevés de la valeur de la charge en fonction de l'ouverture de l'extensomètre n'ont cependant pas toujours l'allure idéale présentée à la Figure 8 – 4 (Figure 8 - 8.a).

Garz et James [1989] attribuent le manque de linéarité dans la partie CD à la **plasticité en pointe de fissure**. C'est pourquoi, selon ces auteurs, la mesure de fermeture de fissure serait difficile à forts ΔK. Cliveret et Bathias [1989] en donnent une explication plus détaillée. Ils comparent la mesure réalisée grâce à un extensomètre placé aux lèvres de l'entaille (Figure 8 - 8.a) à celle réalisée grâce à une jauge située en pointe de fissure (Figure 8 - 8.b). Selon eux, la fissure s'ouvrirait au cœur de l'éprouvette pour la charge P_1 et ne s'ouvrirait en surface que pour la charge P_2, P_2 correspondant à la charge à ouverture P_0 relevée en surface d'éprouvette. La courbure observée entre P1 et P2 serait donc liée à une extension de l'ouverture de fissure de l'intérieur vers la surface de l'éprouvette.

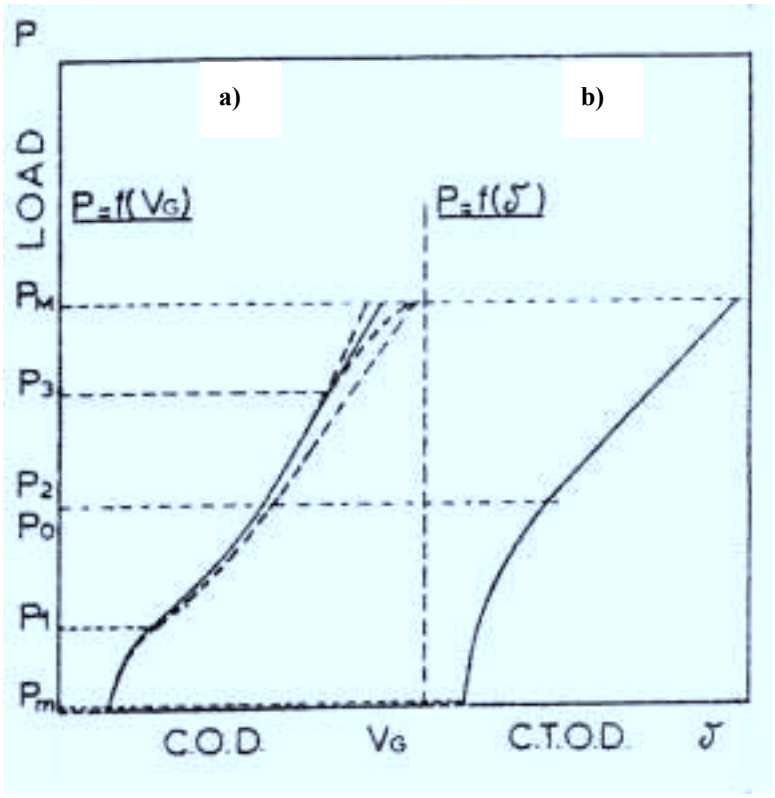


Figure 8 - 8 : Comparaison entre les courbes relevées grâce à un extensomètre placé aux lèvres de l'entaille (a) et à une jauge située en pointe de fissure (b) [Clerivet et Bathias, 1989].

Mis à part ces considérations liées à la plasticité en pointe de fissure, **plusieurs facteurs expérimentaux peuvent jouer un rôle important dans la qualité du relevé de la charge en fonction de l'ouverture de l'extensomètre**.

D'un point de vue mécanique, il est important que les deux parties de la ligne d'amarrage de l'éprouvette soient bien alignées. De plus, les couteaux de l'extensomètre ainsi que les entailles de l'éprouvette doivent respecter des cotes strictes afin que l'ouverture et la fermeture de l'extensomètre ne soient pas gênées [Saxena et Muhlstein, 1996].

D'autre part, pour les essais en température, le rayonnement thermique introduit un bruit non négligeable sur le signal électrique sortant de l'extensomètre. Ce bruit est lié à la dilatation des lames de l'extensomètre et à celle des jauges qui ne peuvent pas supporter plus de 100°C. Afin de réduire ce

bruit, l'extensomètre a été maintenu à une température moindre et constante par l'utilisation d'un ventilateur placé en dessous et par le remplacement du four à lampe par un cordon chauffant ayant un rayonnement thermique plus faible. Néanmoins, la mesure de fermeture pour les essais en température reste très délicate.

8.1.4. Paramètres des essais

Quatre paramètres expérimentaux ont été testés :

- Deux paramètres liés au matériau :
  - ***le vieillissement*** : **coude n°1 défragilisé** (3 h à 1 100°C + TE) et **vieilli 2 400 h à 400°C**
    coude EK à l'état initial, défragilisé et vieilli 10 000 h à 400°C
  - ***la structure de solidification*** : **équiaxe, basaltique et trans-basaltique** (Figure 8 - 9)

Dans les éprouvettes basaltiques, la fissure se propage parallèlement aux basaltes. Dans les éprouvettes trans-basaltiques, elle se propage perpendiculairement à ceux-ci.

- Deux paramètres liés à l'expérience :
  - ***la température d'essai*** **: 20°C et 320°C** (température de service du circuit primaire)
  - ***le rapport de charge*** **: $R = P_{min}/P_{max} = 0.1$ et 0.4**. Les essais à R = 0.4 sont réalisés dans le but de s'affranchir de l'effet de fermeture. Il est ainsi possible de comparer les vitesses de propagation de fissure en termes de ΔK_{eff} (déterminées à partir d'essais à R = 0.1) aux vitesses de propagation de fissure mesurées au cours d'un essai où on s'attend à ce qu'il n'y ait pas de fermeture de fissure (essais à R = 0.4). Pour cela, certains essais sont réalisés en gardant la charge maximale constante par rapport aux essais à R = 0.1 et en augmentant la charge minimale. D'autres essais sont réalisés en augmentant à la fois la charge minimale et la charge maximale. Dans tous les cas, la charge minimale à R = 0.4 est supérieure à la charge à ouverture mesurée à R = 0.1.

Les paramètres d'essai sont récapitulés dans les Tableau 8 - 1, Tableau 8 - 2 et Tableau 8 - 3. De plus amples détails sur la préfissuration et la mesure de fermeture pour chaque essai sont présentés en Annexe 4.

La plage de ΔK balayée s'étend de **20 MPa.√m à 55 MPa.√m.**

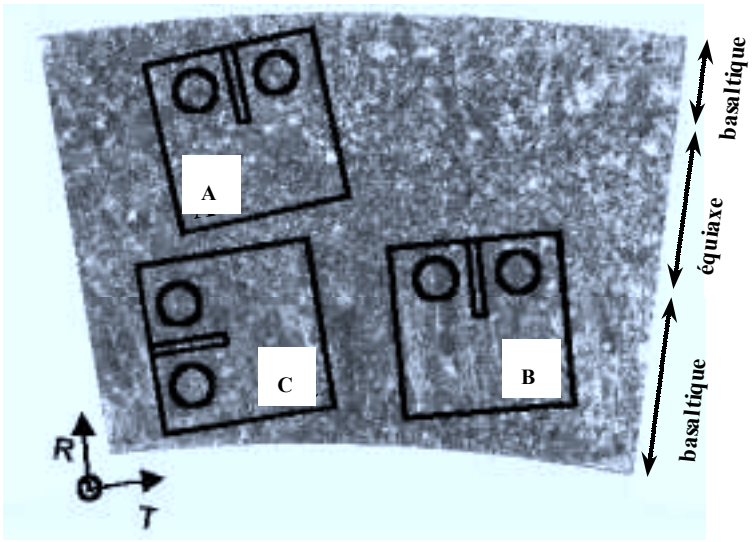


Figure 8 - 9 : Sens de prélèvement des éprouvettes dans une section du coude n°1.
A : éprouvettes équiaxes, B : éprouvettes basaltiques et C : éprouvettes trans-basaltiques.

matériau			20°C – R = 0.1			
			N° éprouvette	P_{max} (N)	ΔK_i (MPa.√m)	ΔK_f (MPa.√m)
non vieilli	Coude n°1 défragilisé	équiaxe	A7C1	8500	25.3	42.9
			A8C1	8500	25.3	43.1
			13C1	12500	40.5	51.2
			14C1	12500	37.4	51.1
			22C1	16500	49.2	55.2
			23C1	16500	46.9	55.5
	Coude EK état initial		EI3	8500	26	45.3
			EI4	8500	25.6	45.7
	Coude EK défragilisé		B4	11300	33.7	49.3
			C1	8500	27	43.6
			C2	8500	26.9	46.1
			C4	9350	28	45
		basaltique	C3	8800	28	43.8
C n°1 vieilli	équiaxe		A3C1	8400	28.5	46.2
			A4C1	7400	22.4	41.4
			19C1	7400	23.9	42.7
			15C1	14000	42.5	55
			16C1	14000	45.3	55.5
	basaltique		B5C1	7500	24.5	42.9
			B6C1	7500	22.9	38.7
			B9C1	8500	25.9	45.7
			B10C1	8500	25.2	46.2
	trans-basaltique		B8C1	8500	26.5	47.7
			B7C1	8500	26.2	47.1
C EK vieilli	équiaxe		A1	7200	24.5	43.1
			A2	6100	18.4	35.2
			A4	6200	20.1	39.4

*Tableau 8 - 1 : Récapitulatif des essais **réalisés à l'ambiante et avec un rapport de charge P_{min}/P_{max} de 0.1**. ΔK_i = amplitude du facteur d'intensité de contraintes en début d'essai, ΔK_f = amplitude du facteur d'intensité de contraintes en fin d'essai.*

	20°C – R = 0.4 – matériaux équiaxes			
matériau	**N° éprouvette**	**P_{max} (N)**	**ΔK_i (MPa.√m)**	**ΔK_f (MPa.√m)**
Coude n°1 défragilisé	A5C1	8500	17.1	24.5
	A6C1	8500	16.7	28.9
Coude n°1 vieilli	A9C1	11900	23.7	32.3
	A10C1	10300	24.5	32.6
	A11C1	8500	17.4	28.4
	A12C1	8500	17	27.8
Coude EK vieilli	D1	12250	24.4	34.7

*Tableau 8 - 2 : Récapitulatif des essais réalisés sur **matériaux équiaxes, à l'ambiante et avec un rapport de charge P_{min}/P_{max} de 0.4**. ΔK_i = amplitude du facteur d'intensité de contraintes en début d'essai, ΔK_f = amplitude du facteur d'intensité de contraintes en fin d'essai.*

	320°C – R = 0.1 – matériaux équiaxes			
matériau	**N° éprouvette**	**P_{max} (N)**	**ΔK_i (MPa.√m)**	**ΔK_f (MPa.√m)**
Coude EK état initial	EI2	7500	22.2	32.1
Coude n°1 vieilli	A1C1	8000	25.1	35.6
	A2C1	8000	29	34.2
	17C1	7500	22.3	36.8
	18C1	12500	38.4	46.2
Coude EK vieilli	G1	7500	24.1	32.8
	G2	10000	32.3	37.7

*Tableau 8 - 3 : Récapitulatif des essais réalisés sur **matériaux équiaxes, à 320°C et avec un rapport de charge P_{min}/P_{max} de 0.1**. ΔK_i = amplitude du facteur d'intensité de contraintes en début d'essai, ΔK_f = amplitude du facteur d'intensité de contraintes en fin d'essai.*

8.1.5. Méthode de dépouillement des essais

➢ Les courbes reliant l'avancée de la fissure à chaque cycle à l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes sont tracées. **Le domaine exploré correspondant au stade II de la fatigue**, les coefficients C et m de la loi de Paris $da/dN = C(\Delta K)^m$ sont identifiés.

On notera **une forte dispersion sur les valeurs de vitesse d'un même essai, mais également entre deux essais réalisés au même chargement et sur des éprouvettes prélevées dans la même zone du coude** (Figure 8 - 10). Ces dispersions sont liées à la structure grossière du matériau. L'étude du chemin cristallographique de la fissure au Chapitre 9 permettra d'en mieux comprendre les origines. Cette dispersion étant inhérente au matériau, **les courbes n'ont pas été lissées**. Sur matériau vieilli comme non vieilli, la dispersion est du même ordre de grandeur : pour un même ΔK, on trouve un facteur 3 à 4 entre les vitesses les plus faibles et les plus élevées. C'est pourquoi nous nous cantonnerons **à la comparaison des courbes de Paris tracées par la méthode des moindres carrés à partir de l'ensemble des points expérimentaux de toutes les éprouvettes correspondant à un type d'essai**. Il faut noter que Le Roux [2000] qui a réalisé des essais sur éprouvettes d'épaisseur supérieure (CT 25/20) a également relevé un facteur de dispersion de 3.

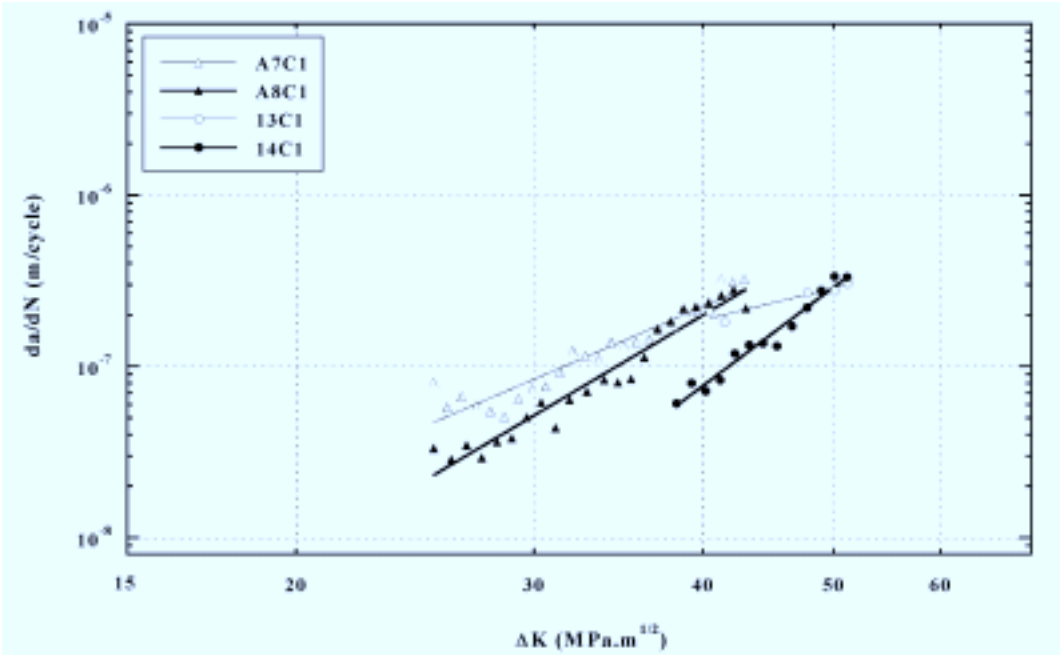


Figure 8 - 10 : Mise en évidence de la dispersion expérimentale. Essais réalisés sur le coude n°1 défragilisé. A7C1 et A8C1 sont sollicités à P_{max} = 8 500 N et 13C1 et 14C1, à P_{max} = 12 500 N, R = 0.1.

Comme nous l'avons vu au Chapitre 5, la structure des matériaux moulés est grossière et complexe. **Dans ce chapitre, nous considèrerons cependant le matériau comme un matériau homogène**. L'influence de la microstructure à la fois sur les vitesses et les mécanismes de propagation de fissure ne sera abordée qu'au chapitre suivant. **De fortes hypothèses sont donc utilisées pour le calcul du facteur d'intensité des contraintes**. Tout d'abord, on considère **la fissure sollicitée uniquement en mode I**, alors que nous verrons au Chapitre 9 que localement, à fond de fissure, le

mode de sollicitation est mixte I et II. Ensuite, bien qu'au cœur de l'éprouvette, plusieurs fissures puissent exister, **nous calculons le facteur d'intensité des contraintes K correspondant à la longueur de fissure mesurée par suivi électrique, c'est-à-dire pour la plus longue fissure principale**, sans tenir compte des perturbations liées à la présence de branchements ou fissures secondaires parallèles à la fissure principale.

➢ La mesure de la fermeture de fissure permet d'exprimer la vitesse de propagation en fonction du chargement effectif ($da/dN = f(\Delta K_{eff})$ - Figure 8 - 13). En effet :

$\Delta K = K_{max} - K_{min}$
$\Delta K_{eff} = K_{max} - K_{ouv}$
avec K_{max} : facteur d'intensité de contraintes maximal
K_{min} : facteur d'intensité de contraintes minimal
K_{ouv} : facteur d'intensité de contraintes pour ouvrir totalement la pointe de fissure

Un exemple de courbe K_{ouv} en fonction de ΔK (Figure 8 - 11) montre que K_{ouv} n'est pas constant. Il n'est donc pas correct de déterminer ΔK_{eff} à partir d'un K_{ouv} moyen. En revanche, K_{ouv}/K_{max} varie linéairement en fonction de ΔK comme on peut le voir sur la Figure 8 - 12. Une droite $K_{ouv}/K_{max} = a\,\Delta K + b$ est donc identifiée et on détermine ΔK_{eff} de la manière suivante :

$\Delta K_{eff} = K_{max}\,(1 - K_{ouv}/K_{max}) = (\Delta K/(1-R))\,(1 - a\,\Delta K - b)$

De même que pour les valeurs de vitesses**, les facteurs d'intensité de contraintes à ouverture présentent des dispersions d'un essai à l'autre. La droite $K_{ouv}/K_{max} = f(\Delta K)$ est donc identifiée sur l'ensemble des mesures d'un même type d'essai.** On entend par même type d'essai, les essais réalisés sur un matériau avec une structure de solidification donnée, un vieillissement donné, une température d'essai et un rapport de charge.
La comparaison des courbes $da/dN = f(\Delta K_{eff})$ déterminées à partir du niveau de fermeture de chaque essai et de celles déterminées à partir d'un niveau global de fermeture (en tenant compte de toutes les éprouvettes) montre que la différence est faible. Cependant, si au sein d'un type d'essai, le niveau de fermeture mesuré sur certaines éprouvettes est nul, la correction liée à la fermeture ne leur est pas appliquée.
Une exception est faite pour les niveaux de fermeture mesurés sur les éprouvettes du coude n°1 défragilisé testées à l'ambiante et sous un rapport de charge de 0.1. En effet, la dispersion entre les différents niveaux de fermeture est tellement grande qu'il est nécessaire d'en tenir compte dans le calcul du ΔK_{eff} de chaque éprouvette.

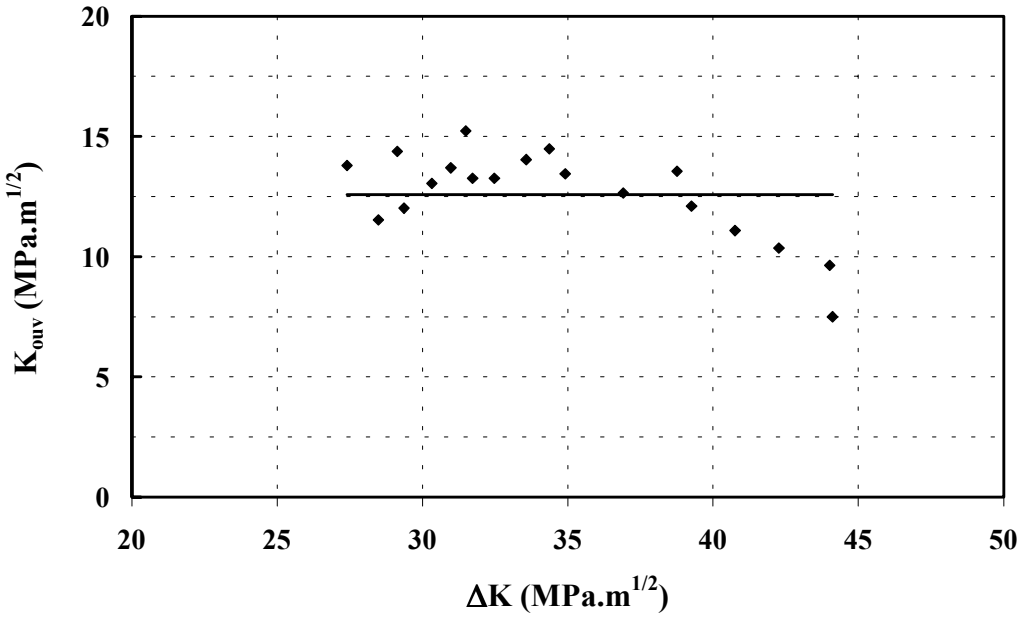


Figure 8 - 11 : Courbe $K_{ouv} = f(\Delta K)$ caractéristique (coude EK défragilisé).

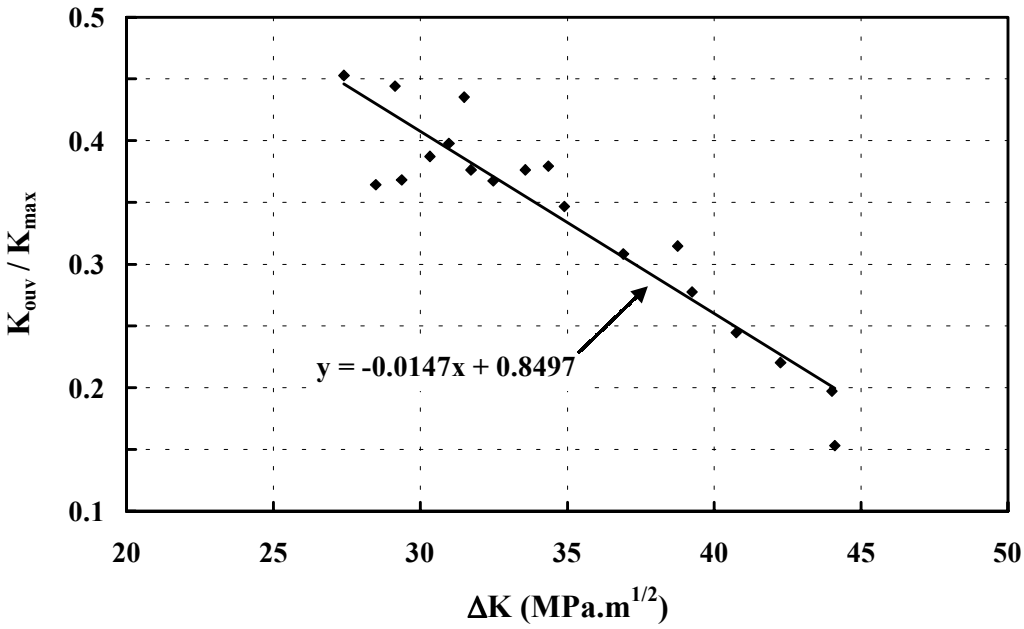


Figure 8 - 12 : Courbe $K_{ouv}/K_{max} = f(\Delta K)$ caractéristique (coude EK défragilisé).

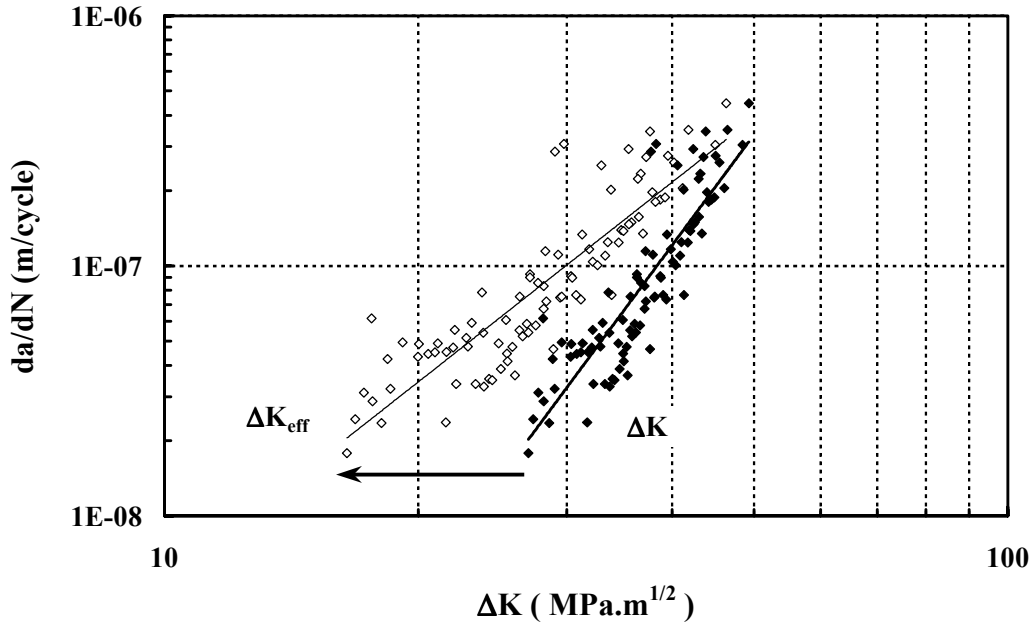


Figure 8 - 13 : Passage de la courbe da/dN = f(ΔK) à la courbe da/dN = f(ΔK_{eff}) à partir de la courbe K_{ouv}/K_{max} = a ΔK + b (coude EK défragilisé).

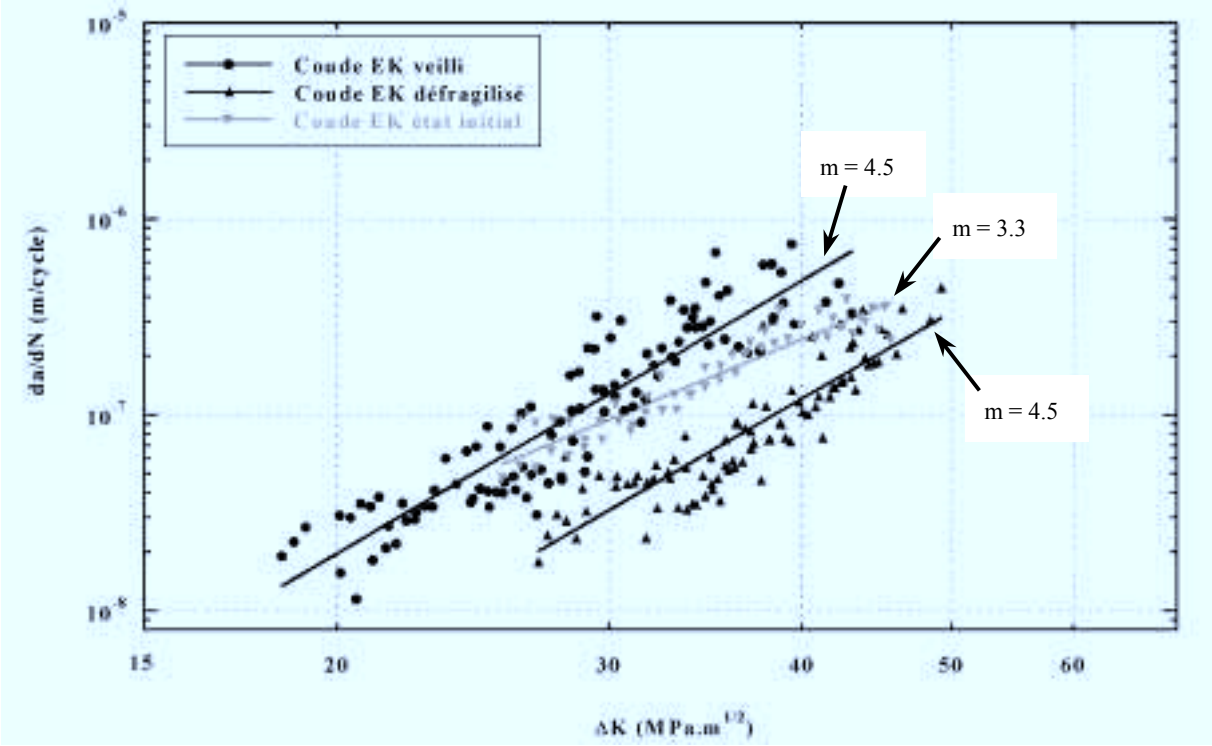


*Figure 8 - 14 : Influence du vieillissement sur les vitesses de propagation par fatigue en termes de ΔK dans le **coude EK**. Essais à R = 0.1, 20°C et en zone équiaxe.*

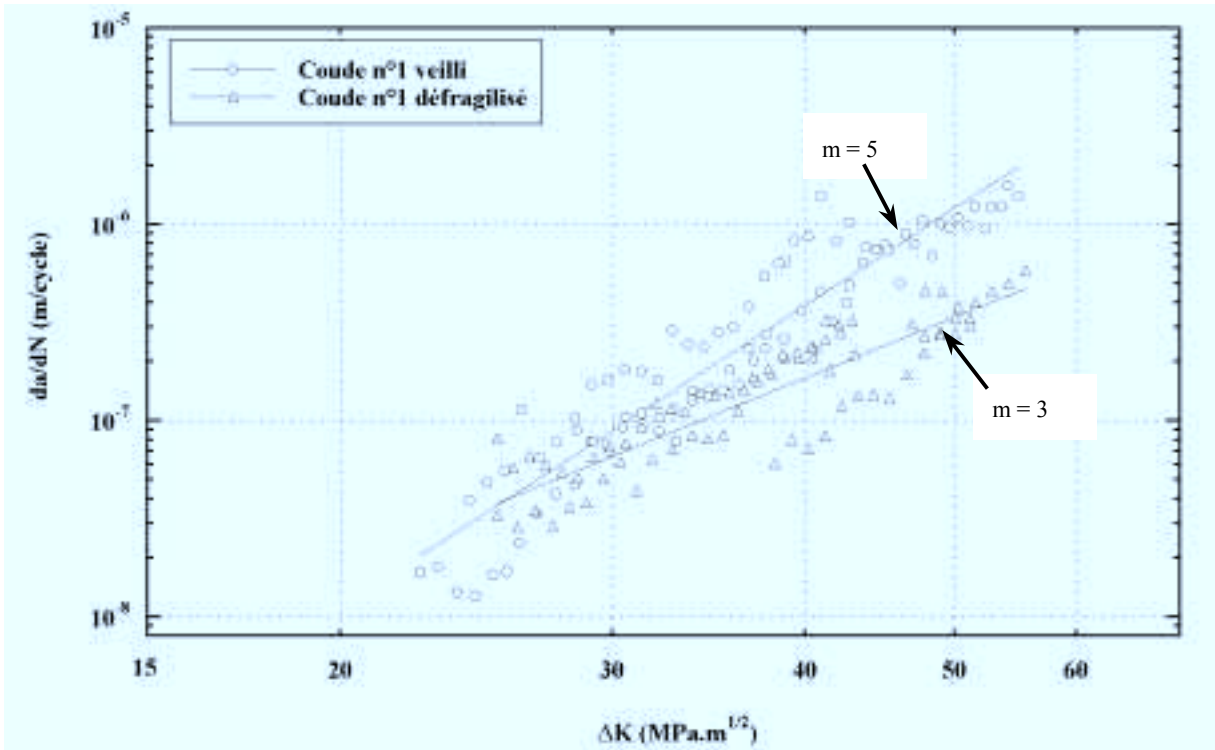


*Figure 8 - 15 : Influence du vieillissement sur les vitesses de propagation par fatigue en termes de ΔK dans le **coude n°1**. Essais à R = 0.1, 20°C et en zone équiaxe.*

8.2. INFLUENCE DU VIEILLISSEMENT

8.2.1. A l'ambiante

➢ **En termes de ΔK, les vitesses de propagation de fissure augmentent avec le vieillissement du matériau**, l'effet de vieillissement étant plus marqué sur le coude EK que sur le coude n°1 (Figure 8 - 14 et Figure 8 - 15).

Les pentes des droites de Paris des coudes EK vieilli et défragilisé sont identiques mais les vitesses de propagation dans le matériau vieilli sont cinq fois supérieures.
La différence entre le matériau vieilli et le matériau à l'état initial est moindre, du moins pour les faibles ΔK. Cependant, comme la pente de la droite de Paris du matériau vieilli est de 4.5 et celle du matériau à l'état initial de 3.3, cette différence s'intensifie avec l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes. Pour des $\Delta K \leq 30$ MPa.√m, les vitesses sont identiques alors qu'à 45 MPa.√m, la vitesse de propagation dans le matériau vieilli est deux fois supérieure à celle du matériau à l'état initial.

Pour le coude n°1, son niveau de vieillissement étant plus faible que celui du coude EK, la différence entre matériau vieilli et défragilisé n'apparaît qu'aux forts ΔK : les pentes de Paris sont de 5 pour le matériau vieilli et de 3 pour le matériau défragilisé. Pour les $\Delta K \leq 30$ MPa.√m, les vitesses de propagation sont identiques et pour un ΔK de 45 MPa.√m, la vitesse de propagation dans le matériau vieilli est cinq fois plus élevée que dans le matériau défragilisé.

Les résistances à la fissuration des coudes EK et n°1 défragilisés ainsi que du coude EK à l'état initial sont comparées à la Figure 8 - 16. Les pentes des droites de Paris et les vitesses de propagation du coude n°1 défragilisé et du coude EK à l'état initial sont quasiment identiques. La pente de la droite de Paris du coude EK défragilisé est en revanche supérieure (4.5 au lieu de 3 - 3.3). Les vitesses de propagation dans le coude EK défragilisé sont trois fois plus faibles que dans le coude EK à l'état initial pour un ΔK de 30 MPa.√m et deux fois plus faibles pour un ΔK de 45 MPa.√m.
Ces résultats montrent que, même si les duretés de la ferrite et si les comportements cycliques (§ 7.1.4) des deux matériaux sont identiques, le matériau à l'état initial n'est pas équivalent au matériau défragilisé en termes de vitesses de propagation. De plus, **les traitements de défragilisation sur coude n°1 ou sur coude EK n'aboutissent pas au même résultat.**

En revanche, **les résistances à la propagation de fissure des deux matériaux vieillis sont quasiment identiques** (facteur 1.5) comme on peut le voir à la Figure 8 - 17.

➢ **Le rapport K_{ouv}/K_{max} en fonction de ΔK diminue avec le vieillissement du matériau** (Figure 8 - 18).

Les niveaux de fermeture des deux matériaux vieillis sont quasiment identiques. La proportion du cycle qui reste fermée ($(K_{ouv} - K_{min})/K_{max} = K_{ouv}/K_{max} - R$) évolue de 15% pour un ΔK de 20 MPa.√m à 0% pour un ΔK de 40 MPa.√m. Le niveau de fermeture des matériaux vieillis est donc faible. Pour le matériau vieilli, on trouve, comme Le Roux [2000] une valeur de K_{ouv} variant de 3 à 6.5 MPa.√m.

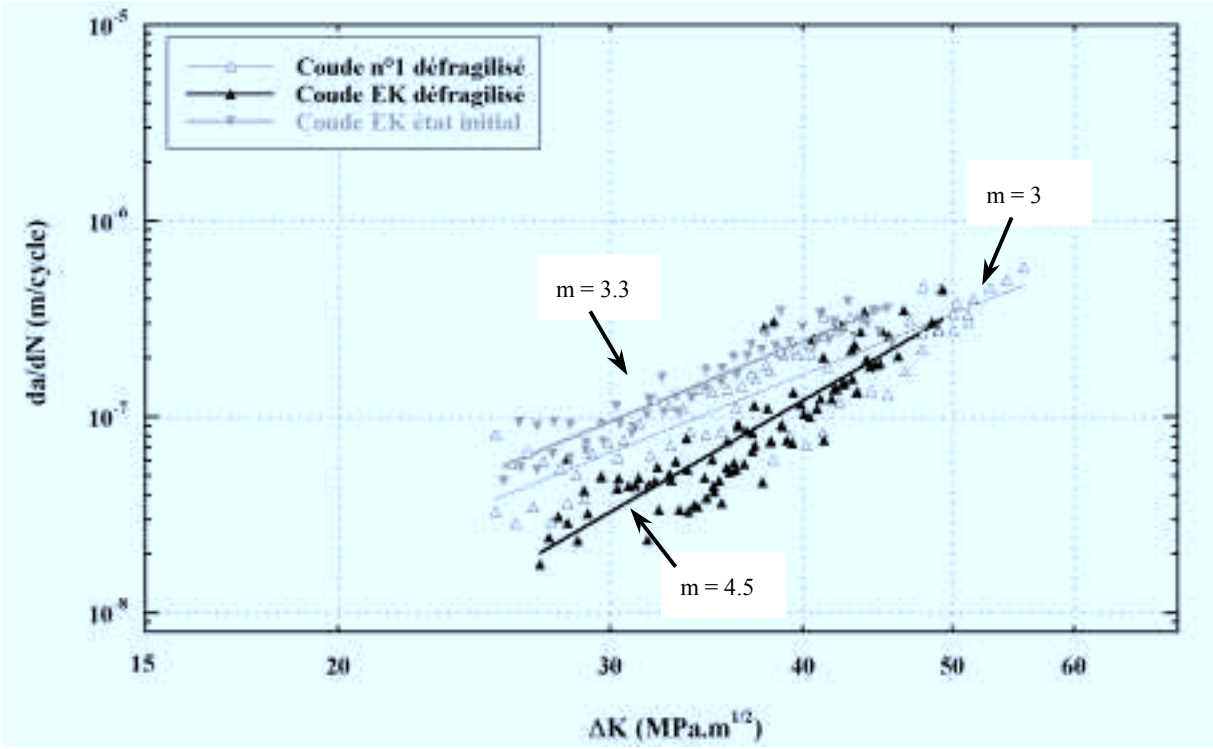


Figure 8 - 16 : Comparaison des vitesses de propagation en termes de ΔK dans les trois ***matériaux non vieillis****. Essais à R = 0.1, 20°C et en zone équiaxe.*

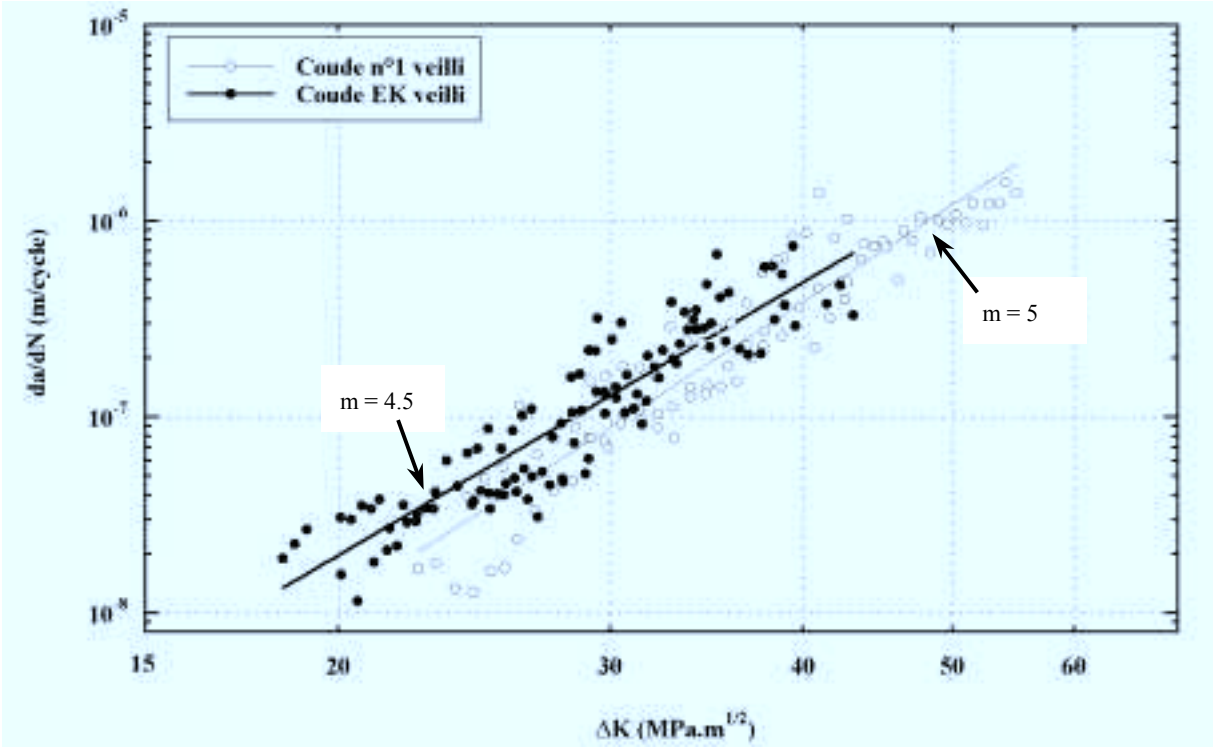


Figure 8 - 17 : Comparaison des vitesses de propagation en termes de ΔK dans les ***matériaux vieillis****. Essais à R = 0.1, 20°C et en zone équiaxe.*

Là encore, **la fermeture des matériaux non vieillis diffère**. Les fissures qui se propagent dans le coude EK à l'état initial ne présentent pas de fermeture. Pour le coude EK défragilisé, la proportion de cycle fermée varie de 35% pour ΔK = 25 MPa.√m à 10% pour ΔK = 45 MPa.√m. Pour le coude n°1 défragilisé (mise à part l'éprouvette 14C1 qui présente un niveau de fermeture anormalement élevé), cette proportion varie de 20% à 5% pour les mêmes valeurs de ΔK. **La fermeture est donc plus importante dans le coude EK défragilisé que dans le coude n°1 défragilisé et est inexistante dans le coude EK à l'état initial**. Nous reviendrons sur ces résultats dans la Partie « Discussion ».

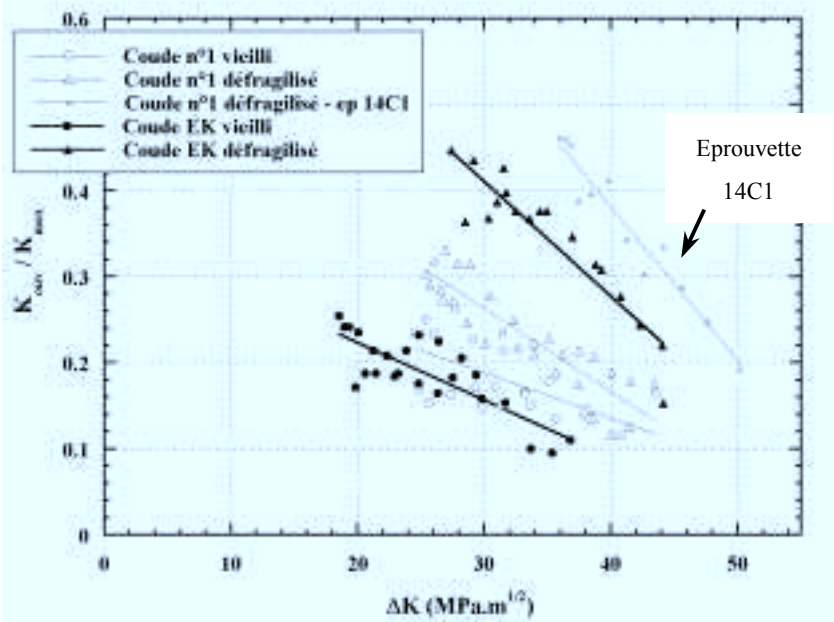


Figure 8 - 18 : Influence du vieillissement sur les niveaux de fermeture de fissure. Essais à R = 0.1, 20°C et en zone équiaxe.

➢ **En termes de ΔK_{eff}, les vitesses de propagation de fissure dans les matériaux vieillis et non vieillis des coudes EK et n°1 sont respectivement identiques** (Figure 8 - 19).

Les pentes des droites de Paris sont proches de 4 pour les matériaux vieillis et de 2.5 à 3 pour les matériaux non vieillis. **Ainsi, pour les faibles ΔK** (ΔK ≤ 26 MPa.√m pour le coude EK et ΔK ≤ 20 MPa.√m pour le coude n°1), **la vitesse de fissuration du matériau vieilli est jusqu'à deux fois plus faible que celle du matériau non vieilli** (Figure 8 - 20 et Figure 8 - 21**). Pour les plus forts ΔK, la tendance s'inverse** : la vitesse de propagation de fissure du matériau vieilli est jusqu'à quatre fois plus élevée que celle du matériau non vieilli. Nous discuterons de ce résultat en partie E.

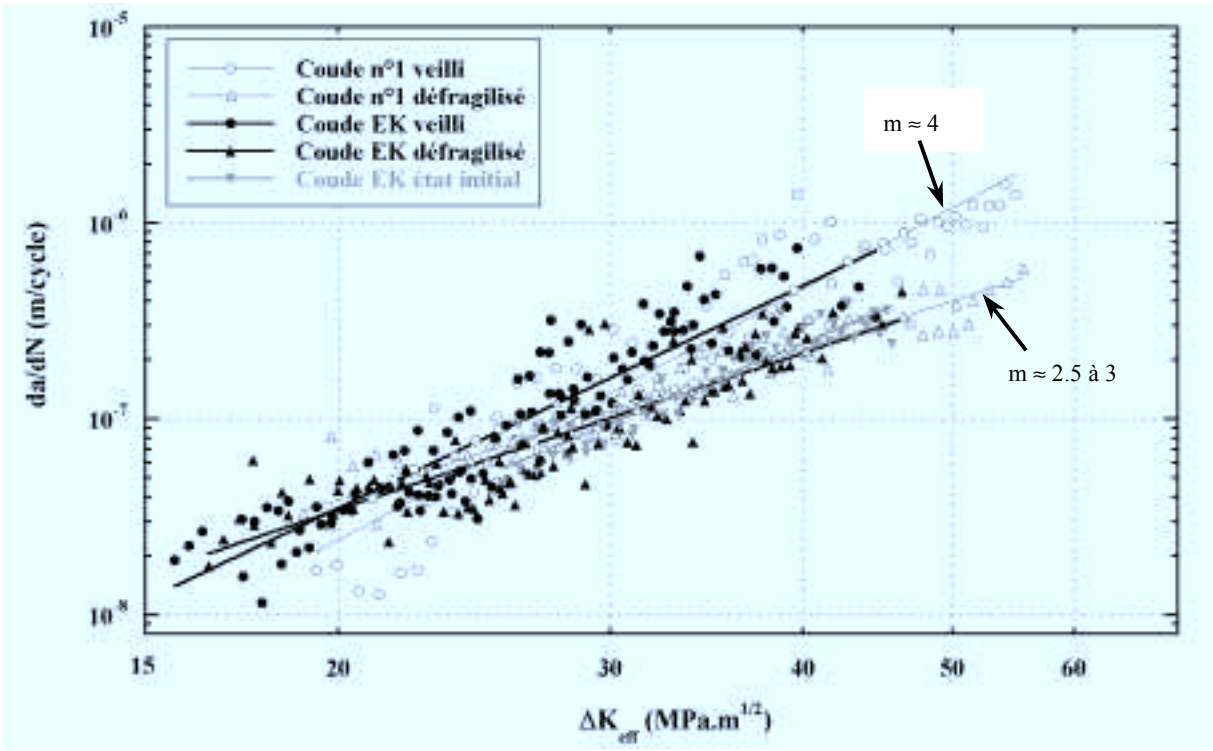


*Figure 8 - 19 : Comparaison des vitesses de propagation en termes de ΔK_{eff} dans les **coudes EK et n°1**. Essais à R = 0.1, 20°C et en zone équiaxe.*

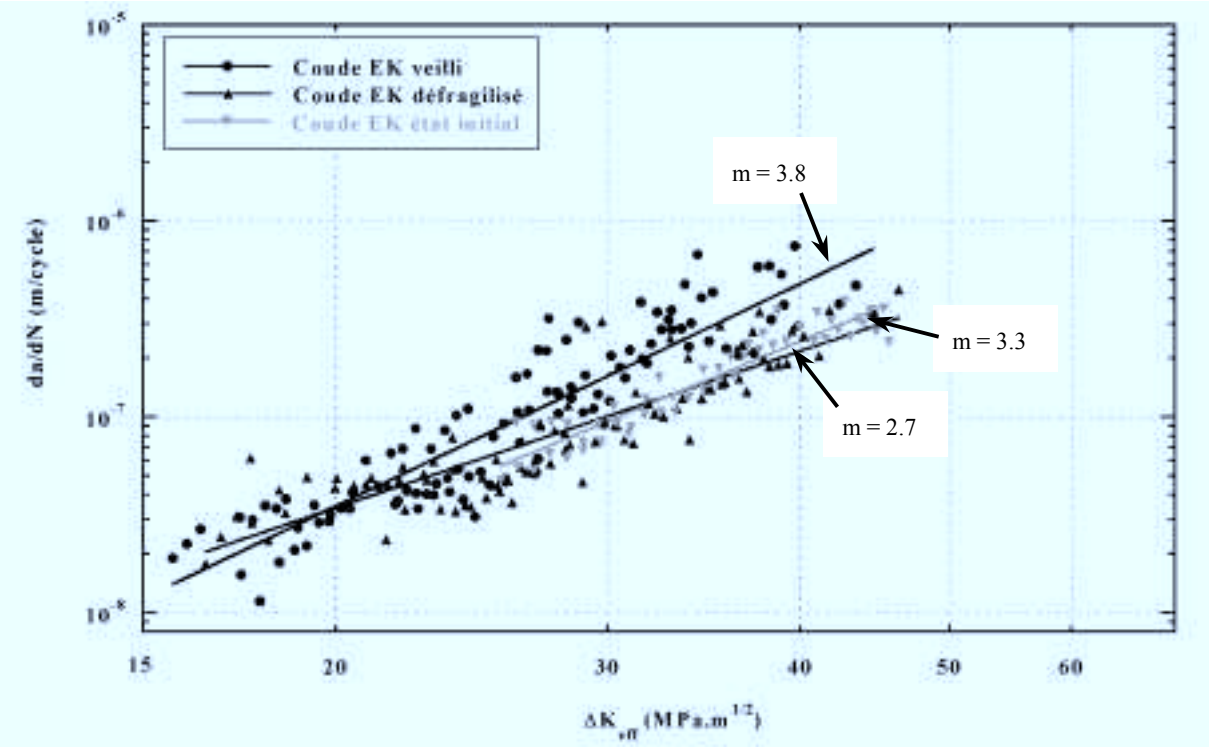


*Figure 8 - 20 : Influence du vieillissement sur les vitesses de propagation par fatigue en termes de ΔK_{eff} dans le **coude EK**. Essais à R = 0.1, 20°C et en zone équiaxe.*

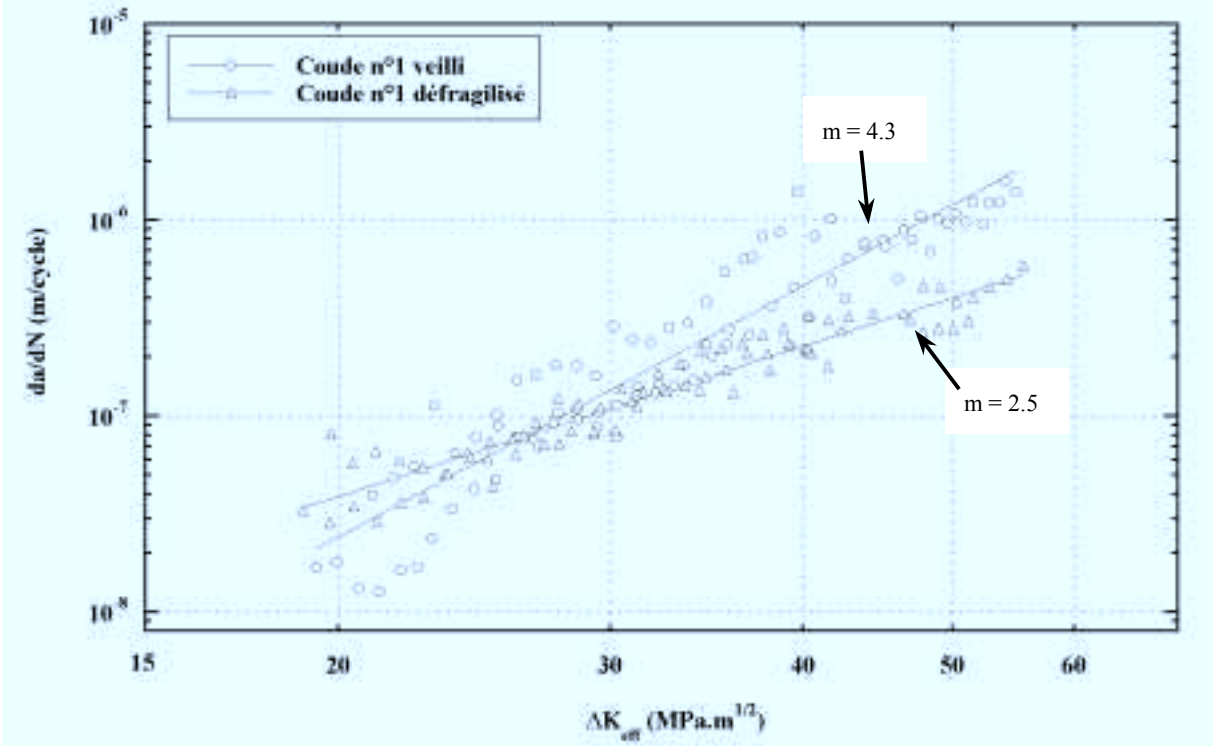


*Figure 8 - 21 : Influence du vieillissement sur les vitesses de propagation par fatigue en termes de ΔK_{eff} dans le **coude n°1**. Essais à R = 0.1, 20°C et en zone équiaxe.*

8.2.2. A 320°C

La mesure de fermeture à 320°C est très délicate (cf § 8.1.3). Cependant, **d'après nos résultats expérimentaux, il semblerait qu'il n'y ait pas de fermeture de fissure à cette température**. Les vitesses de propagation de fissure sont donc identiques en termes de ΔK et de ΔK_{eff}.

Nous avons testé en priorité les matériaux vieillis car ce sont les moins résistants à la propagation de fissure à l'ambiante et donc les plus critiques. En ce qui concerne le coude EK à l'état initial, seule une éprouvette a été testée. Les données expérimentales liées à cet essai sont donc à considérer avec précaution.

Les vitesses de propagation dans les coudes EK et n°1 vieillis sont assez proches : les pentes des droites de Paris sont identiques et les vitesses de propagation de fissure dans le coude EK sont deux fois supérieures à celles dans le coude n°1 (Figure 8 - 22). On retrouve les mêmes tendances entre les deux matériaux vieillis qu'à l'ambiante où les vitesses de propagation différent d'un facteur 1.5. Etant donné le peu de points concernant le coude EK à l'état initial, on considère **qu'il n'existe quasiment pas de différence entre le coude EK à l'état initial et à l'état vieilli**.

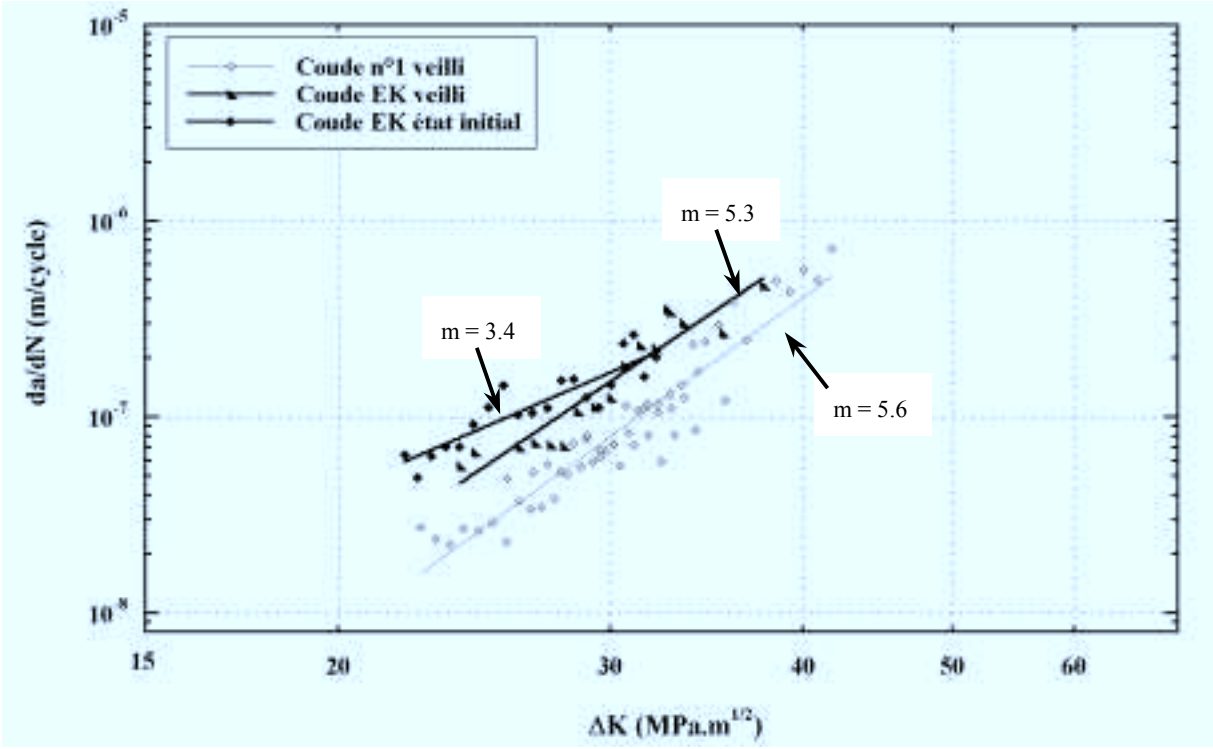


*Figure 8 - 22 : Influence du vieillissement sur les vitesses de propagation en termes de ΔK dans les **coudes EK et n°1**. Essais à R = 0.1, 320°C et en zone équiaxe.*

8.2.3. Discussion

➢ Bien que le vieillissement du matériau provoque une chute de la résilience de 20 daJ/cm^2 à 1.5 ou 2 daJ/cm^2, **son effet sur les vitesses de propagation de fissure à 20°C et 320°C n'est pas très significatif.** Il faut cependant rappeler que la phase ferritique n'est pas prépondérante (sa teneur n'est que de 30%). **Ce résultat est donc bien en accord avec les mesures relevées dans la blibliographie**.

L'effet du vieillissement sur les vitesses de propagation de fissure dépend de l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes.

Pour les forts ΔK, la diminution de résistance intrinsèque à la fissuration du matériau vieilli par rapport au matériau non vieilli s'explique par le durcissement de la ferrite suite au vieillissement thermique. Le durcissement de la phase ferritique modifie tout d'abord son mécanisme de rupture (ceci sera développé au Chapitre 9) qui passe de ductile à fragile. On comprend aisément qu'une rupture fragile qui est instantanée (et se fait donc en un cycle) va provoquer une augmentation de la vitesse de propagation par rapport à une rupture ductile qui se fait en plusieurs cycles.

Pour les faibles ΔK, la meilleure résistance à la propagation de fissure des matériaux vieillis par rapport aux matériaux non vieillis, n'a pas été observée dans la littérature pour de si faibles teneurs en ferrite. Elle a été observée pour des teneurs en ferrite supérieures ou égales à 50% ([Mateo et al., 1998], [Wàsen et al., 1990] et [Iturgoyen et Anglada, 1997]). Ces auteurs l'expliquent par une

résistance à la fatigue supérieure, en termes de durée de vie, du matériau vieilli par rapport au matériau non vieilli pour les faibles amplitudes de déformation. **Nous reviendrons sur ce résultat dans la Partie « Discussion ».**

Nous avons mis en évidence que **le comportement à la fissuration des matériaux défragilisés et à l'état initial n'est pas identique**. Cette différence provient des niveaux de fermeture de fissure car, en termes de ΔK_{eff}, les vitesses de propagation dans ces trois matériaux sont très proches. La fermeture de fissure dans ces matériaux sera abordée dans la Partie « Discussion ».

A 320°C, il n'existe quasiment pas de différence entre matériaux vieillis et non vieillis. Ceci ne semble pas surprenant car, à cette température, la phase ferritique vieillie est plus ductile et son comportement cyclique se rapproche de celui de la phase austénitique. Les courbes d'écrouissage cyclique à 320°C des matériaux vieillis et non vieillis soulignent d'ailleurs le rapprochement des comportements à cette température.

- Les vitesses de propagation de fissure mesurées dans nos matériaux ont été **comparées à celles relevées dans la littérature pour les matériaux ayant les teneurs en ferrite les plus proches de 30%** (Figure 8 - 23 et Figure 8 - 24). Les caractéristiques de ces matériaux sont rappelées dans le Tableau 8 - 4.

référence	matériau	% α	TT vieillissement		Résilience (daJ)	R	remarques
			durée (h)	température (°C)			
[Landerman et Bamford, 1978]	CF8M	14	0		20	0.03	essai à 288°C
		21	3 000	427	3.5		zone basaltique
[Slama et al., 1984]	CF8M	17.5	0		20	?	essais à 20°C et 320°C
			7 500	400	3		
[Le Roux, 2000]	CF8M	28	3 500	400	1.6	0.1	essais à 20°C
[Calonne, 2001]	CF8M	28	0		20	0.1	essais à 20°C et 320°C
			10 000	400	1.5		
[Calonne, 2001]	CF8M	32	0		23	0.1	essais à 20°C et 320°C
			2 400	400	2		

Tableau 8 - 4 : Récapitulatif des caractéristiques, traitements thermiques de vieillissement et niveaux de fragilisation des matériaux étudiés dans la littérature ainsi que des rapports de charge (R) des essais.

Une attention toute particulière est portée aux résultats de Le Roux [2000]. En effet, le matériau qu'il a étudié est un tronçon de coude EK, le vieillissement étant légèrement inférieur à celui de notre tronçon. **On constate une bonne correspondance entre ses résultats et les nôtres**.
En revanche, les vitesses mesurées par Slama et al. [1984] sont inférieures d'un facteur 7 à 2. Slama et al. n'ont également pas observé de variation de la vitesse de propagation avec le vieillissement du

matériau. Il faut cependant noter que la teneur en ferrite du matériau qu'ils ont étudié est inférieure d'un tiers à celle de nos matériaux et que son niveau de fragilisation est moindre. De plus, aucune information n'est donnée sur le rapport de charge auquel les essais ont été réalisés.

A 320°C, Slama et al. ne constatent toujours pas d'influence du vieillissement sur les vitesses de propagation de fissure, alors que Landerman et Bamford [1978], pour les mêmes teneurs en ferrite, observent une augmentation de la pente de la droite de Paris avec le vieillissement (Figure 8 - 24). Nous n'avons pas constaté d'effet du vieillissement sur les vitesses de propagation à 320°C. Il faut pourtant rappeler que ce résultat est à moduler étant donné qu'un seul essai a été réalisé sur le coude EK à l'état initial. De plus, Landerman et Bamford ont réalisé leurs essais en zone basaltique (basaltes parallèles au front de fissure). Nos vitesses de propagation de fissure sont néanmoins encadrées par les vitesses mesurées par ces deux auteurs.

Les vitesses de propagation de fissure que nous avons mesurées semblent donc être en assez bon accord avec celles relevées dans la littérature.

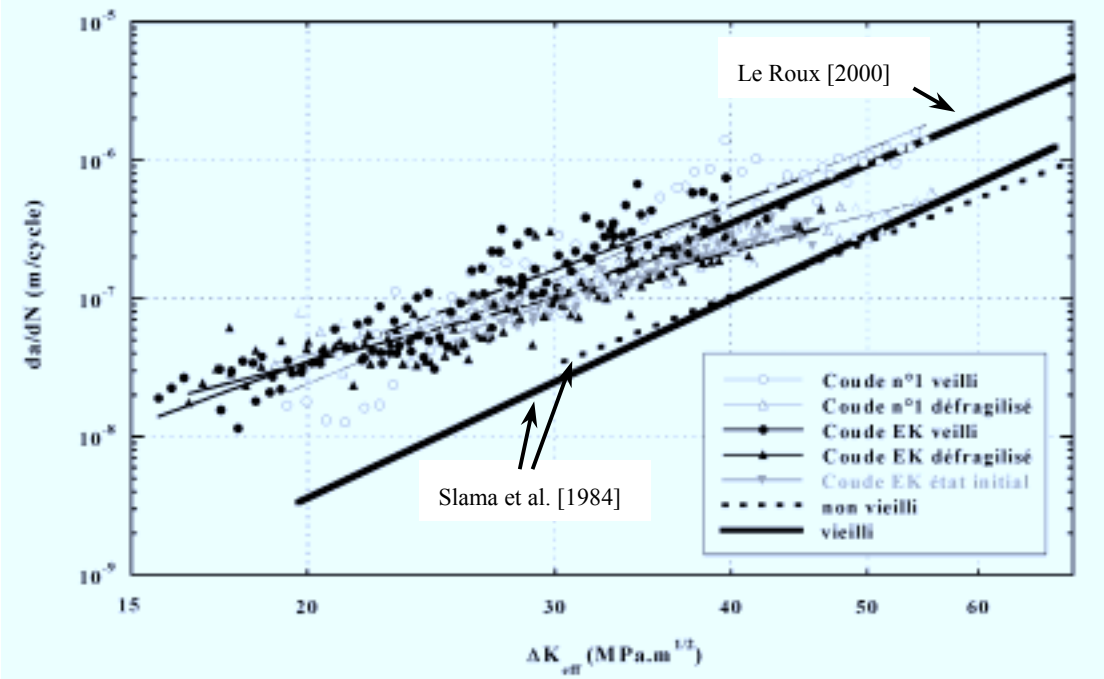


*Figure 8 - 23 : Comparaison **à l'ambiante** de nos résultats expérimentaux avec ceux obtenus par Le Roux [2000] (CF8M - 28%α - vieilli 3500 h à 400°C) et par Slama et al. [1984] (CF8M – 17.5%α - non vieilli et vieilli 7500 h à 400°C).*

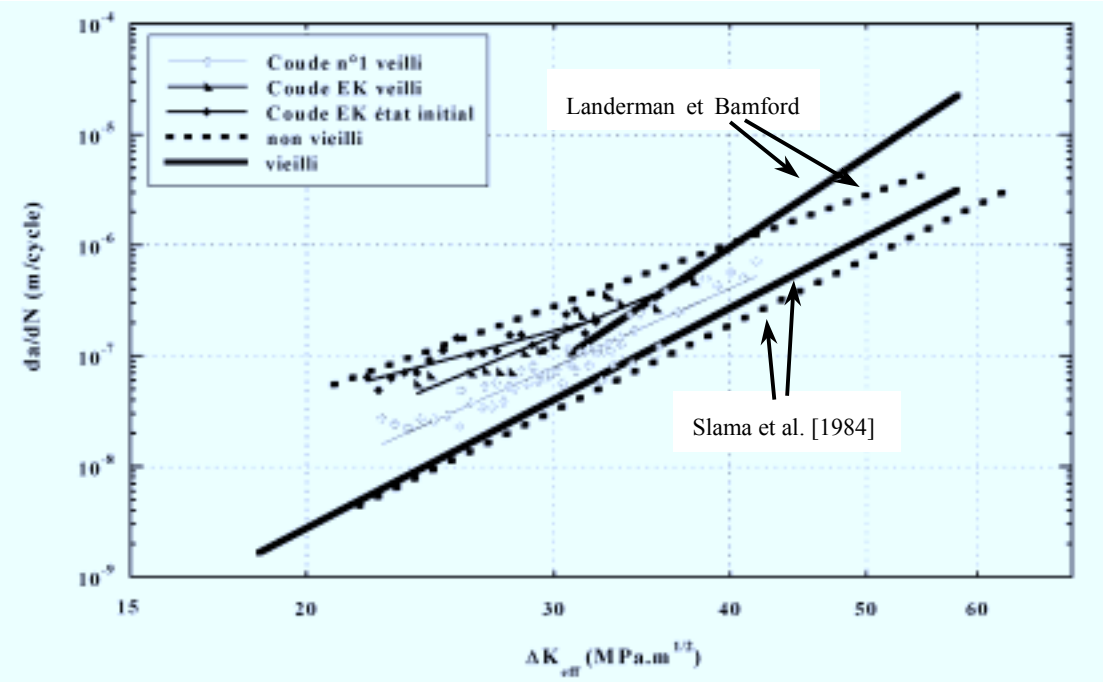


Figure 8 - 24 : Comparaison ***à 320°C*** *de nos résultats expérimentaux avec ceux obtenus par Landerman et Bamford [1978] (CF8M – 14 à 21%α - non vieilli et vieilli 3000 h à 427°C) et par Slama et al. [1984] (CF8M – 17.5%α - non vieilli et vieilli 7500 h à 400°C).*

***Conclusions** :*

Etant donnée la teneur en ferrite réduite des matériaux, l'effet du vieillissement sur les vitesses de propagation de fissure à l'ambiante et à 320°C est assez faible.

- ***A l'ambiante, les vitesses de propagation exprimées en termes de ΔK sont au maximum cinq fois supérieures dans les matériaux vieillis par rapport à celles mesurées dans les matériaux non vieillis. Cet effet est de plus réduit par la prise en compte de la fermeture de fissure dont le niveau diminue avec le vieillissement du matériau. La pente des droites de Paris des matériaux vieillis est d'environ 4 tandis que celle des matériaux non vieillis vaut 2.5 à 3. Par conséquent, en deçà d'un ΔK limite, les vitesses intrinsèques des matériaux vieillis sont inférieures à celles des matériaux non vieillis (facteur 2) alors qu'au delà de cette limite, les vitesses deviennent jusqu'à quatre fois plus grandes.***

Il est à noter que les vitesses de propagation exprimées en termes de ΔK ainsi que les niveaux de fermeture des matériaux défragilisés et à l'état initial ne sont pas identiques bien que le traitement de défragilisation soit supposé supprimer le vieillissement de la ferrite. Les vitesses de propagation exprimées en termes de ΔK_{eff} sont, en revanche, équivalentes. Ceci sera discuté dans la Partie E.

- ***A 320°C, les vitesses de propagation dans le coude EK vieilli sont deux fois supérieures à celles du coude n°1 vieilli. Les vitesses de propagation dans le coude EK à l'état initial et à l'état vieilli sont identiques. Ces vitesses sont intrinsèques dans la mesure où aucune fermeture de fissure n'a été détectée.***

- ***Les vitesses de propagation de fissure que nous avons mesurées ne sont pas exactement identiques à celles relevées dans la littérature. Cependant, il faut tenir compte du fait que les matériaux de ces études ne présentent ni les mêmes teneurs en ferrite ni les mêmes niveaux de fragilisation, deux paramètres importants dans l'étude de l'influence du vieillissement sur les vitesses de propagation de fissure. Nos résultats semblent en bon accord général avec la littérature. Seul Le Roux [2000] a étudié le même matériau que nous. Les vitesses de propagation qu'il a mesurées sont identiques aux nôtres.***

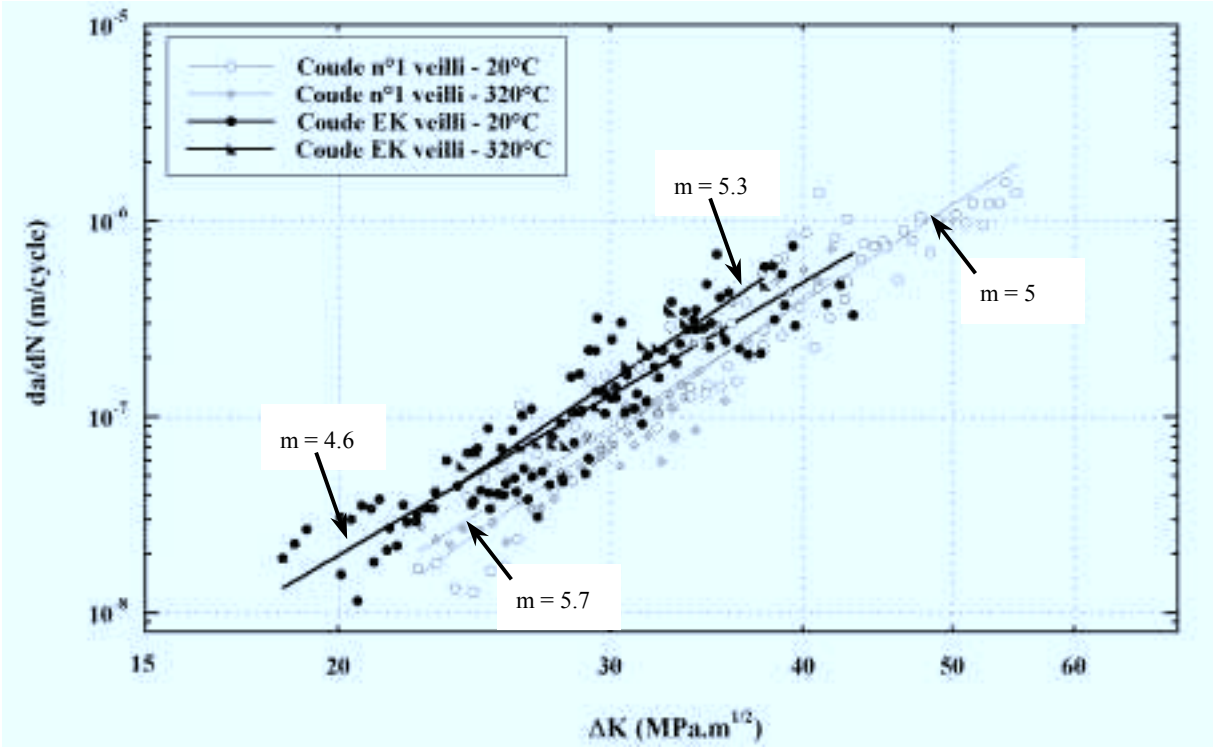


*Figure 8 - 25 : Influence de la température sur les vitesses de propagation exprimées en termes de ΔK dans les **coudes EK et n°1 vieillis**. Essais à R = 0.1 et en zone équiaxe.*

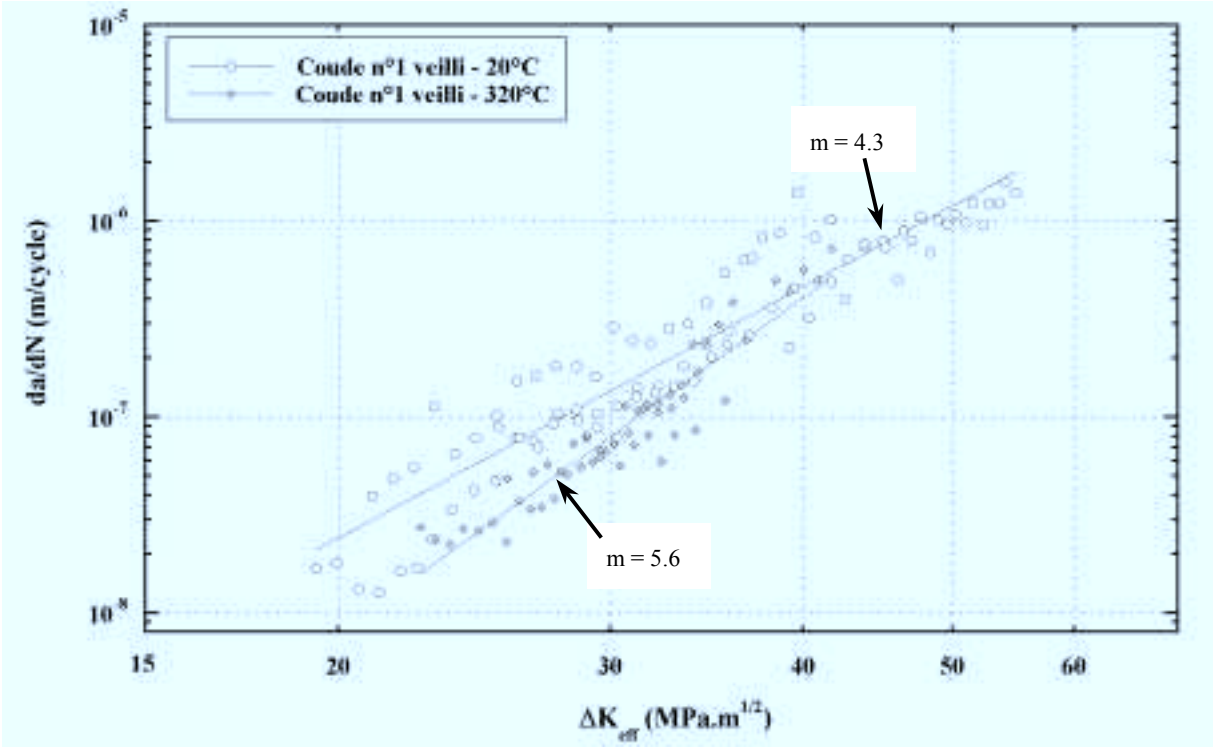


*Figure 8 - 26 : Influence de la température sur les vitesses de propagation exprimées en termes de ΔK_{eff} dans le **coude n°1 vieilli**. Essais à R = 0.1 et en zone équiaxe.*

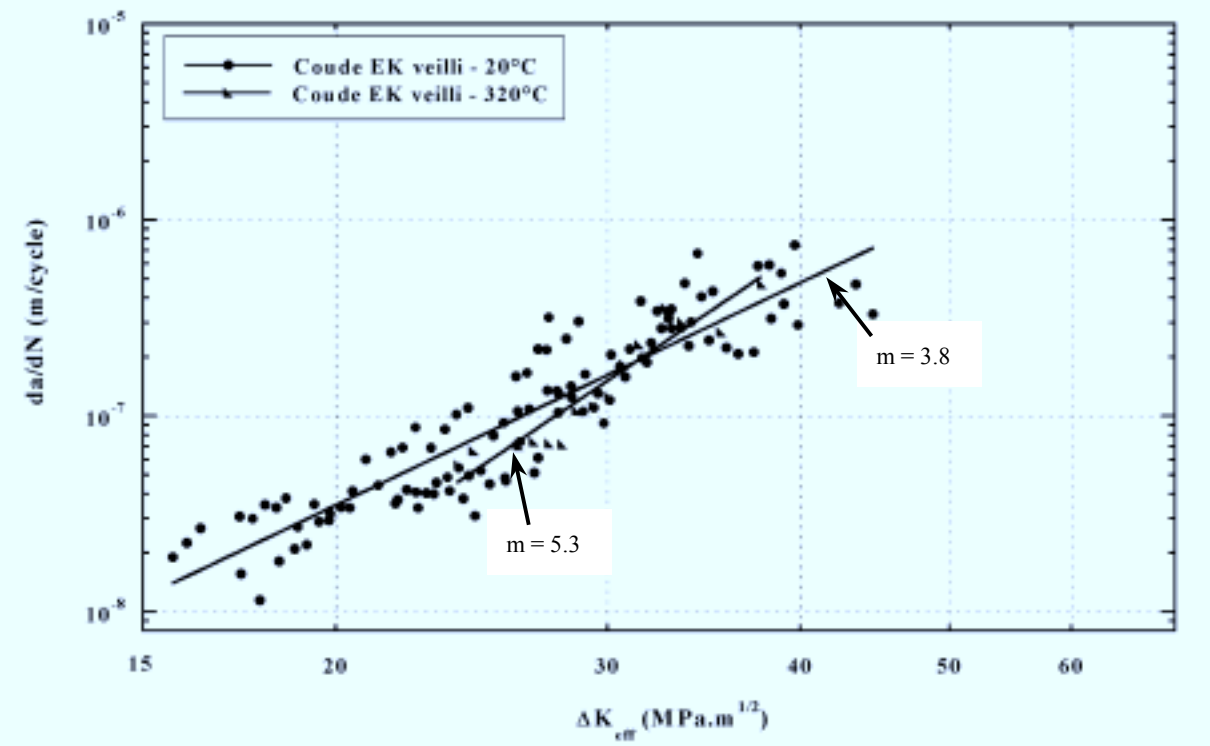


*Figure 8 - 27 : Influence de la température sur les vitesses de propagation exprimées en termes de ΔK_{eff} dans le **coude EK vieilli**. Essais à R = 0.1 et en zone équiaxe.*

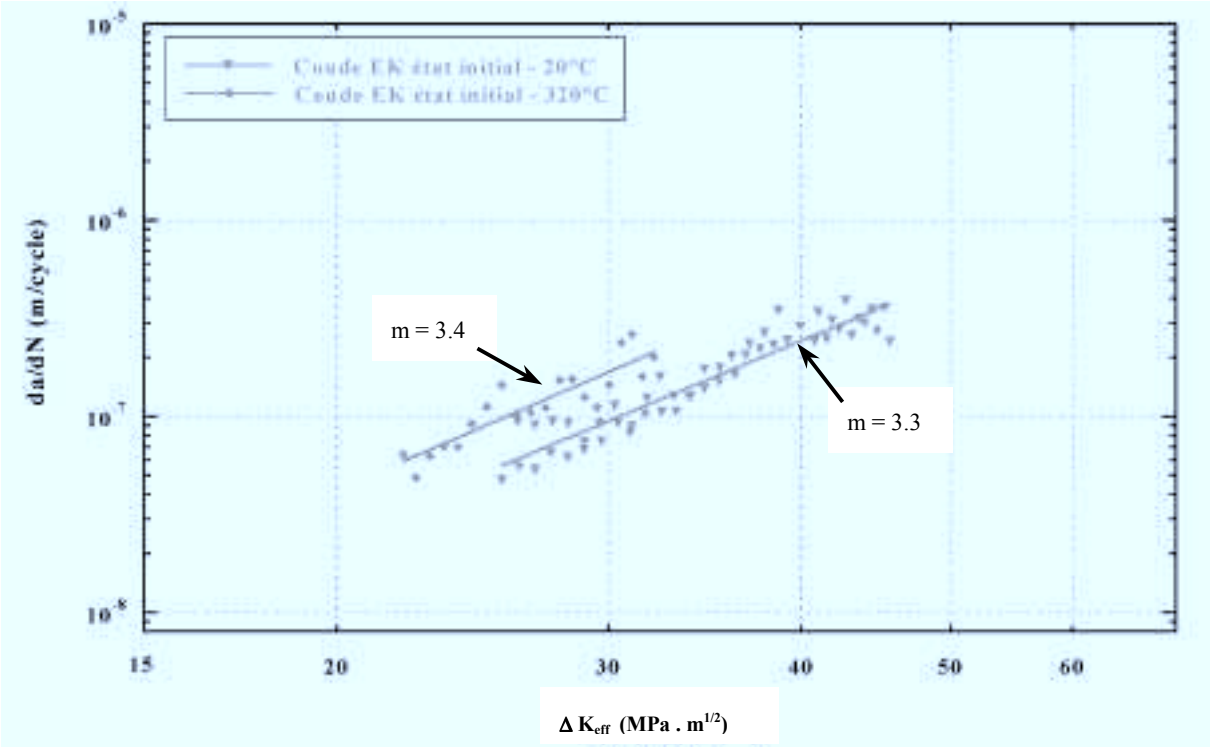


*Figure 8 - 28 : Influence de la température sur les vitesses de propagation exprimées en termes de ΔK dans le **coude EK à l'état initial**. Essais à R = 0.1 et en zone équiaxe.*

8.3. INFLUENCE DE LA TEMPERATURE D'ESSAI

➢ **En termes de ΔK, la température d'essai** (20°C ou 320°C) **n'a pas d'influence sur les résistances à la propagation de fissure dans les coudes EK et n°1 vieillis** (Figure 8 - 25).
Les niveaux de fermeture relevés à 320°C étant nuls, les vitesses de propagation de fissure mesurées à cette température sont intrinsèques et peuvent directement être comparées à celles mesurées à l'ambiante exprimées **en termes de ΔK_{eff}** (Figure 8 - 26 et Figure 8 - 27). On note que **la pente de la droite de Paris augmente légèrement avec la température d'essai**. A 20°C, celle-ci vaut environ 4 et à 320°C, environ 5.5. Pour les faibles ΔK (ΔK < 30 ou 40 MPa.√m), les vitesses de propagation à 320°C sont donc inférieures aux vitesses mesurées à 20°C. La tendance s'inverse pour les plus forts ΔK.

➢ En revanche, pour le **coude EK à l'état initial**, **les pentes des droites de Paris sont égales et la vitesse de propagation de fissure par fatigue est deux fois plus faible à 20°C qu'à 320°C** (Figure 8 - 28). La fermeture de fissure étant nulle dans ce matériau, les vitesses de propagation sont intrinsèques. Il faut cependant rappeler qu'un seul essai a été réalisé à 320°C sur le coude EK à l'état initial et donc que ce résultat mériterait d'être confirmé.

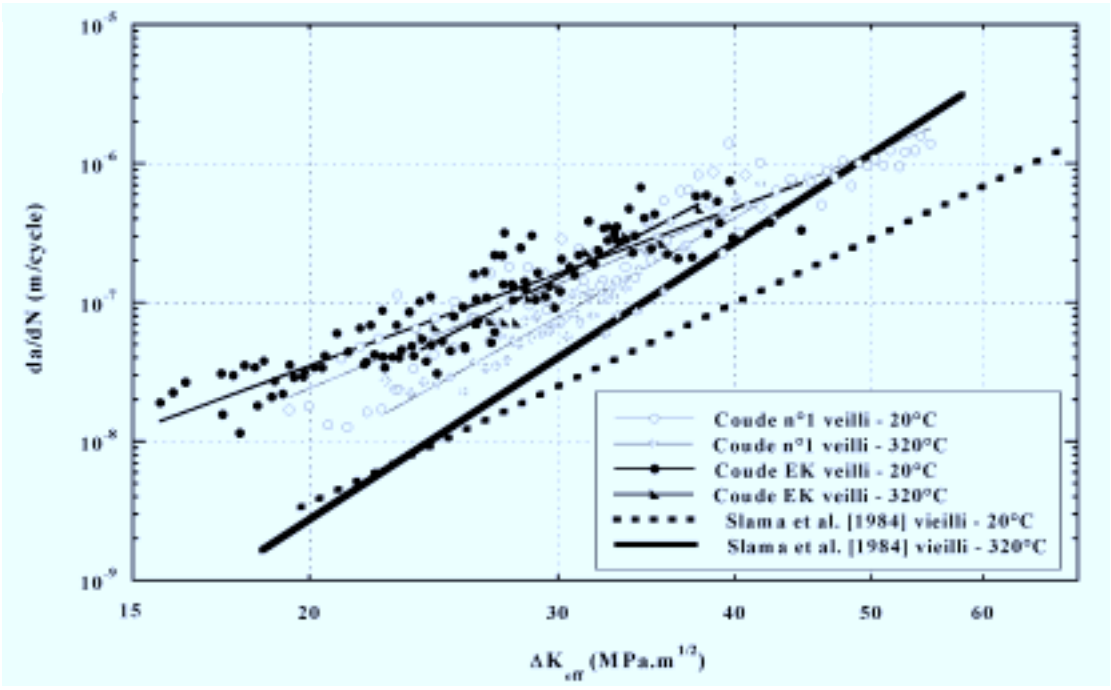
➢ **L'effet de la température d'essai sur les vitesses de propagation de fissure n'est pas bien défini**. En termes de ΔK, la température d'essai ne provoque pas de variation de vitesse dans les matériaux vieillis. En termes de ΔK_{eff}, pour le coude EK à l'état initial, les vitesses de propagation augmentent avec la température d'essai, alors que pour les matériaux vieillis, elles diminuent.

Dans la littérature en revanche, les auteurs constatent de manière unanime une augmentation des vitesses de fissuration lorsque la température d'essai augmente. En effet, Slama et al. [1984] ont observé une augmentation de la vitesse de propagation d'un facteur allant jusqu'à quatre pour un acier duplex contenant 17.5% de ferrite, qu'il soit à l'état non vieilli ou vieilli 7 500 h à 400°C. Un effet encore plus important a été mis en évidence par Marrow et King [1994a] sur un matériau laminé contenant 45% de ferrite. Selon ces auteurs, la ferrite est rompue à l'avant de la pointe de fissure, les deux parties de l'éprouvette étant maintenue uniquement par des ligaments d'austénite. Marrow et King expliquent donc l'augmentation de la vitesse de propagation de fissure avec la température d'essai par une rupture plus rapide des ligaments austénitiques suite à un accroissement du CTOD.

Ces observations sur les austéno-ferritiques peuvent de plus être confirmées par des observations sur les aciers austénitiques et sur les aciers ferritiques. En effet, James [1976] a mis en évidence l'activation thermique de la propagation de fissure sur des aciers austénitiques de types 304 et 316. De même, Makhlouf et Jones [1993] ont montré une augmentation de la vitesse de propagation de fissure avec la température d'essai sur un acier inoxydable ferritique à 18% de chrome.

Les vitesses de propagation mesurées par Slama et al [1984] sont inférieures à celles que nous avons mesurées car la teneur en ferrite de leur matériau est plus faible. De plus, les tendances en fonction de la température d'essai ne sont pas identiques (Figure 8 - 29).

a)



b)

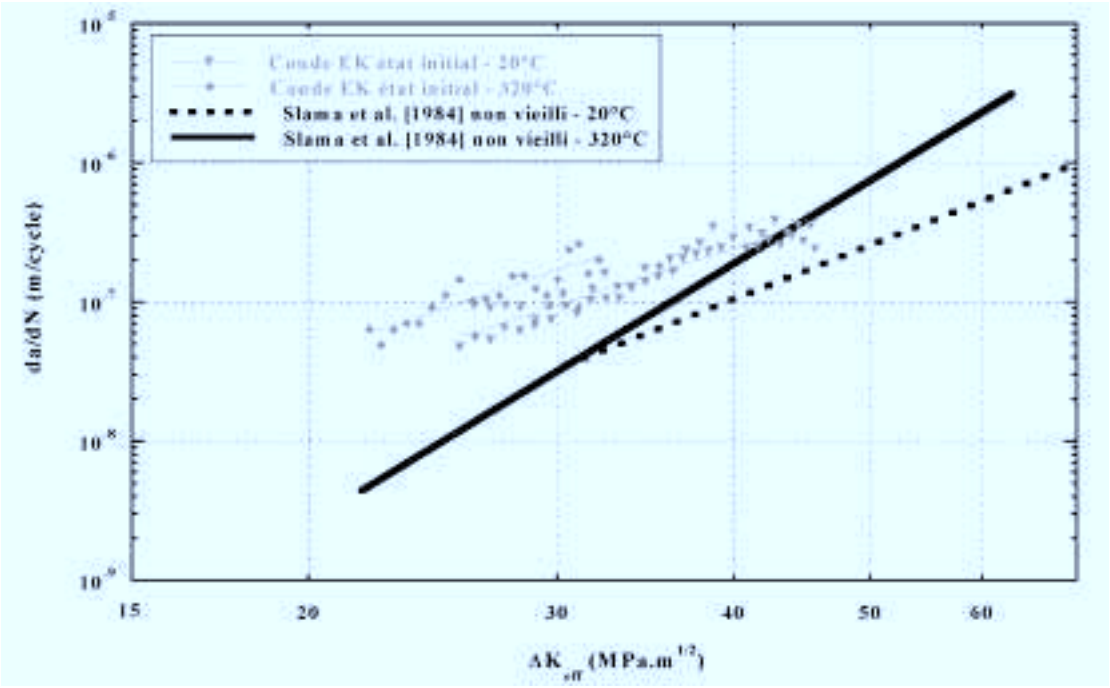


Figure 8 - 29 : Comparaison de nos résultats expérimentaux avec ceux obtenus par Slama et al. [1984] (CF8M – 17.5%α) sur matériaux vieillis (a) et non vieillis (b).

Cependant, **il ne semble pas évident, pour nos matériaux, que la vitesse de propagation de fissure dans les matériaux vieillis augmente avec la température d'essai**. En effet, nous verrons au Chapitre 9 que nous n'observons pas, comme Marrow et King [1994a], de zone semi-cohésive en pointe de fissure. Pour les matériaux étudiés par Marrow et King, la ferrite semble toujours bien orientée pour cliver quelle que soit la température. En ce qui concerne nos matériaux, la ferrite et l'austénite semblent rompre uniquement lorsqu'elles rencontrent la pointe de fissure. Le problème ne se résume donc pas uniquement à une augmentation du CTOD avec l'augmentation de la température d'essai, car **la ferrite passe d'une rupture fragile à l'ambiante à une rupture par cisaillement à 320°C**. Sachant que le clivage provoque une accélération de la propagation de fissure, on peut s'attendre à des vitesses de propagation supérieures à l'ambiante par rapport à 320°C.

Dans le matériau à l'état initial, en revanche, les mécanismes de rupture sont identiques à l'ambiante et à 320°C. Le matériau étant plus homogène, il serait probable que l'augmentation du CTOD suite à la diminution de la limite d'élasticité avec **la température d'essai joue un rôle prépondérant et provoque un accroissement de la vitesse de propagation**.

Enfin, la comparaison avec les aciers purement ferritique et purement austénitique n'est pas forcément pertinente dans la mesure où ce sont des matériaux homogènes et non biphasés, ce qui modifie certainement les champs de contraintes locaux en pointe de fissure.

Conclusions :

- ***L'effet de la température d'essai sur les vitesses de propagation de fissure dans les matériaux vieilli et non vieilli n'est pas simple à dégager. Cet effet semble faible sur les matériaux vieillis et tendrait vers une augmentation de la pente de la droite de Paris de 4 à 5.5 accompagnée d'une diminution des vitesses de propagation de fissure avec la température d'essai. En revanche, l'effet est légèrement plus marqué sur le matériau à l'état initial et correspond à une augmentation des vitesses de fissuration.***

- ***Dans la littérature, il a été mis en évidence une augmentation des vitesses de fissuration avec la température d'essai. Cependant, l'explication avancée par certains auteurs est que le CTOD augmente avec la température d'essai et provoque une rupture plus rapide de l'austénite dans la zone semi-cohésive en pointe de fissure. Selon nous, dans nos matériaux non vieillis, ceux-ci étant relativement homogènes, il est possible que l'effet de la température d'essai se résume à une augmentation du CTOD qui provoque une augmentation de la vitesse de propagation de fissure. En revanche, dans les matériaux vieillis, le problème est compliqué par un changement de mécanisme de rupture de la ferrite qui passe du clivage au cisaillement. L'effet du CTOD peut donc être compensé par le changement de mécanisme de rupture étant donné que la rupture par clivage est plus rapide que la rupture par cisaillement.***

8.4. INFLUENCE DE LA STRUCTURE DE SOLIDIFICATION

➢ **Les vitesses de propagation en zone équiaxe et dans la direction parallèle aux basaltes du coude n°1 sont très proches** comme le montre la Figure 8 - 30. La différence la plus marquée réside dans **la dispersion lorsque la propagation de fissure se fait parallèlement aux basaltes** car celle-ci est plus grande que lorsque la propagation se fait en zone équiaxe. En effet, la vitesse de propagation doit varier d'un grain ferritique à un autre. Cette variation serait moyennée le long de la fissure lorsque celle-ci traverse une zone équiaxe alors qu'elle reste constante sur toute la longueur d'un basalte (de 20 à 50 mm de longueur) en zone basaltique. En revanche**, la vitesse de propagation d'une fissure se propageant perpendiculairement aux basaltes est supérieure d'un facteur cinq**. Il semblerait donc que les joints de grains ferritiques ne forment pas d'obstacle à la propagation de fissure pour ce sens de prélèvement : il n'y a **pas d'effet de fibrage**. Ceci sera revu en détail au Chapitre 9.

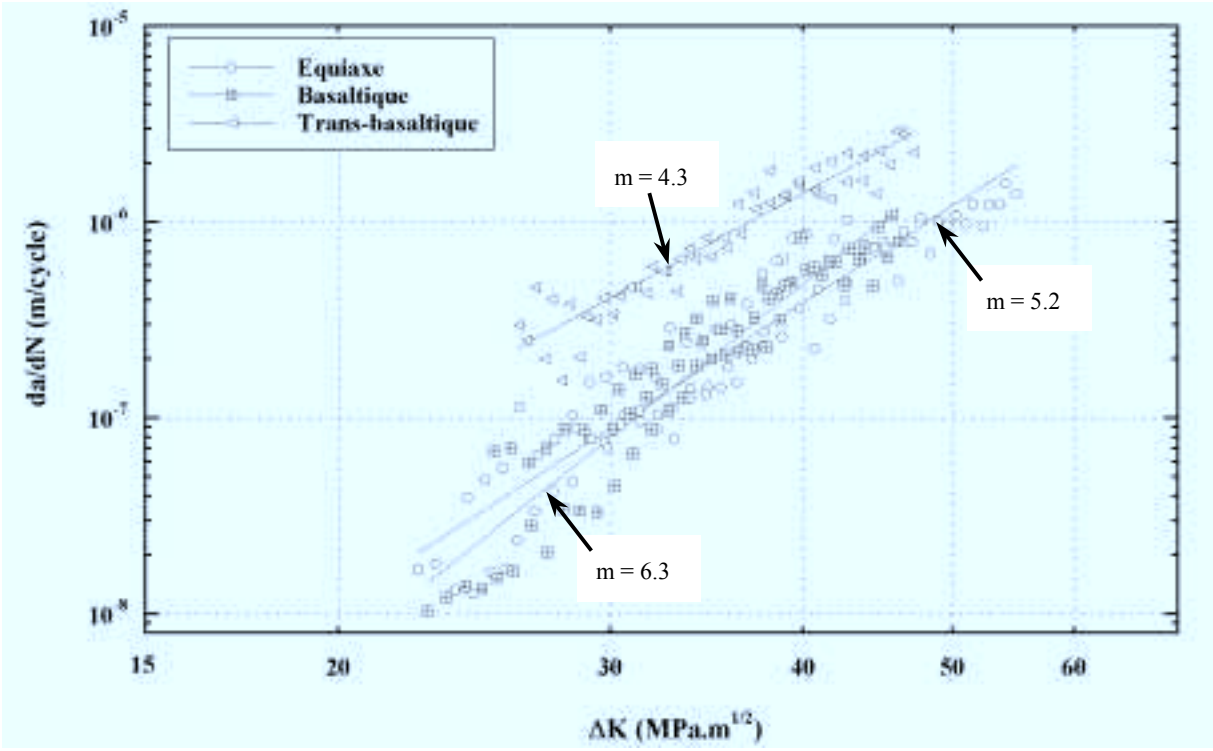


Figure 8 - 30 : Influence de la structure de solidification sur les vitesses de propagation en termes de ΔK dans le coude n°1 vieilli. Essais à R = 0.1 et à 20°C.

La fermeture de fissure a été mesurée pour les essais réalisés en zone équiaxe et en zone basaltique (Figure 8 - 31). Il n'a cependant pas été possible de la mesurer en zone trans-basaltique. C'est pourquoi les courbes $da/dN = f(\Delta K_{eff})$ n'ont pas été tracées. On peut néanmoins constater que les **niveaux de fermeture en zone équiaxe et en zone basaltique sont voisins**.

➢ **La comparaison avec la littérature est difficile** car les auteurs ne s'accordent pas sur l'influence de l'orientation des lattes de ferrite et d'austénite dans des matériaux laminés contenant 45% de ferrite sur les vitesses de propagation de fissure. Selon Iacoviello et al. [1999], l'orientation

des lattes n'a pas d'effet sur la vitesse de propagation ; selon Mateo et al., [1998], il n'y a pas d'effet de fibrage mais plutôt un effet de texture ; et enfin, selon Marrow et King [1994b], plus le nombre d'interfaces est élevé, plus la vitesse de propagation est faible. De plus, les matériaux laminés à chaud ne sont pas formés de grains complexes comme les matériaux moulés mais de lattes texturées et entre lesquelles il n'existe pas de relations d'orientation cristallographique.

Au vu de nos résultats, nous pencherions plutôt pour l'interprétation proposée par Mateo et al.. **Lorsque la fissure se propage en zone équiaxe, les grains ne sont pas toujours bien orientés pour cliver**. La vitesse de propagation est donc moyennée sur l'ensemble des grains. **Lorsque la fissure se propage parallèlement aux basaltes, ceux-ci ne sont pas non plus forcément bien orientés pour cliver. Cependant, s'ils le sont, c'est sur une plus grande distance, d'où une dispersion non négligeable. Lorsque la fissure se propage perpendiculairement aux basaltes, ceux-ci sont toujours bien orientés pour cliver**. On s'attend donc à obtenir des vitesses de propagation croissantes lorsqu'on passe de équiaxe à basaltique puis à trans-basaltique, sauf si la propagation de fissure perpendiculairement aux basaltes est freinée par la présence des joints de grains ferritiques qui constituent des obstacles : la fissure doit se reformer à chaque joint. On constate cependant que les vitesses de propagation en zone équiaxe ou parallèlement aux basaltes sont équivalentes et que la vitesse de propagation perpendiculairement aux basaltes est supérieure. Il n'y a donc pas d'effet de fibrage morphologique des grains. L'étude du chemin cristallographique de la fissure (au Chapitre 9) permettra de mieux comprendre ces résultats en précisant l'effet de texture.

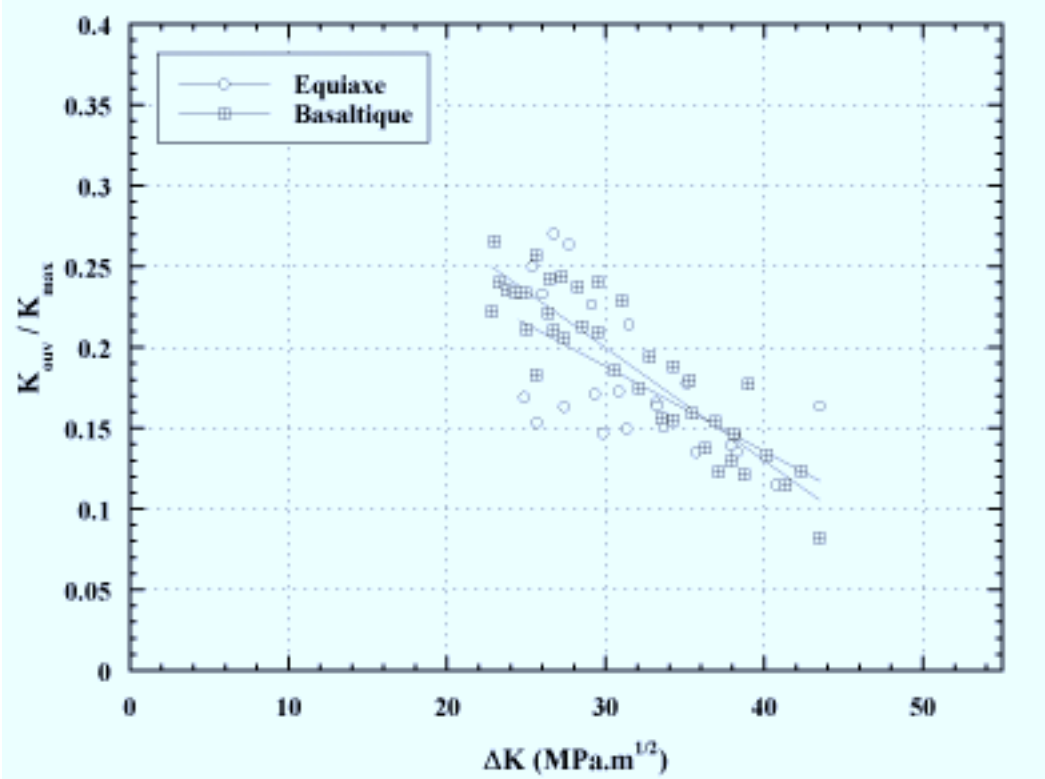


Figure 8 - 31 : Influence de la structure de solidification sur les niveaux de fermeture dans le coude n°1 vieilli. Essais à R = 0.1 et à 20°C.

Conclusions :

Il n'y a pas d'effet de fibrage morphologique en propagation de fissure par fatigue. En effet, les joints de grains ferritiques perpendiculaires au plan de la fissure ne sont pas des obstacles ralentissant sa propagation. De plus, dans cette configuration la vitesse de propagation de fissure est maximale. Les vitesses de propagation parallèlement aux basaltes et en zone équiaxe sont en revanche très proches. Ces résultats seront éclaircis par l'étude du chemin cristallographique de la fissure au chapitre suivant.

8.5. INFLUENCE DU RAPPORT DE CHARGE

Des essais à R = 0.4 ont été réalisés de telle sorte que, pour ces essais, P_{min} soit supérieure à la charge à ouverture mesurée à R = 0.1. Les matériaux testés sont le **coude n°1 vieilli et défragilisé** ainsi que le **coude EK vieilli**.

Pour le coude n°1, les vitesses de propagation exprimées en termes de ΔK sont globalement trois fois plus élevées à R = 0.4 qu'à R = 0.1 (Figure 8 - 32). Il y a également une augmentation de la droite de Paris avec R.

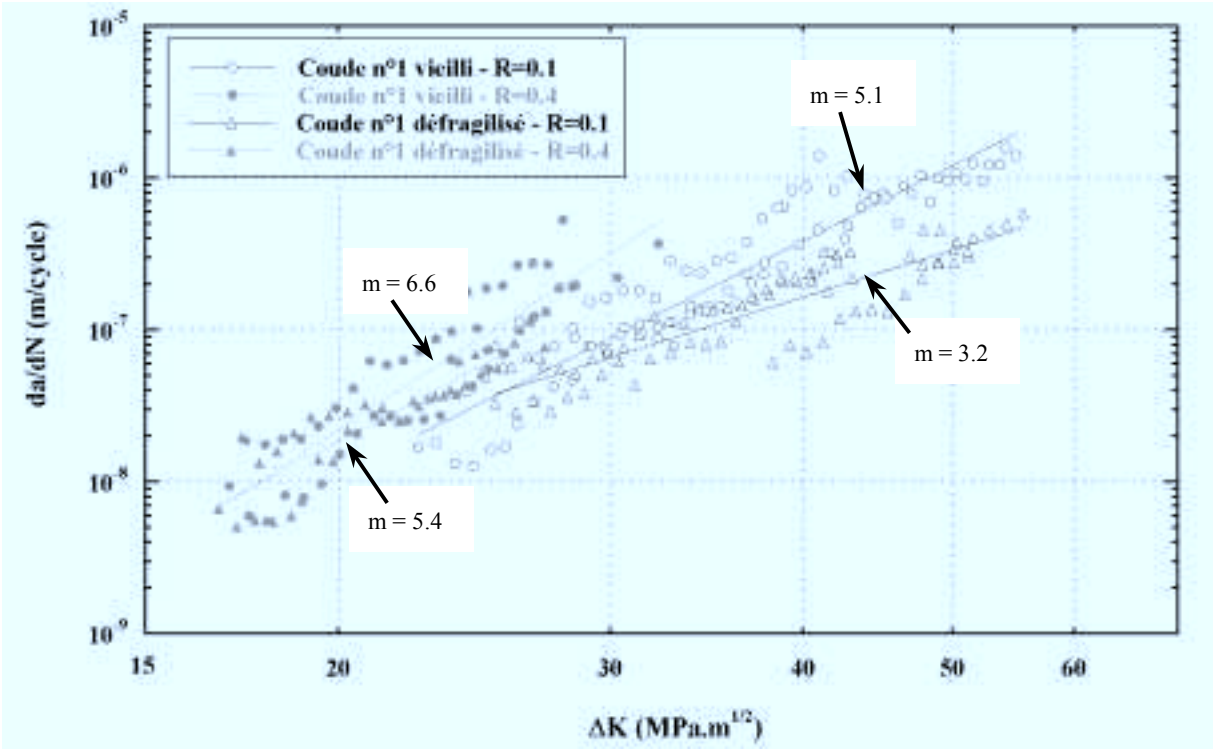


*Figure 8 - 32 : Influence du rapport de charge sur les vitesses de propagation en termes de ΔK dans le **coude n°1**. Essais à 20°C et en zone équiaxe.*

A R = 0.4, dans le matériau vieilli, le niveau de fermeture de fissure mesuré est nul. En revanche, **dans le matériau défragilisé, un niveau de fermeture important a été relevé** (Figure 8 - 33). Il faut cependant remarquer que, pour ces essais, le chargement maximal P_{max} est identique à celui des essais à R = 0.1. Seul le niveau de chargement minimal P_{min} a été augmenté jusqu'à ce que P_{min}/P_{max} vaille 0.4. Or si sur le graphe $K_{ouv}/K_{max} = f(\Delta K)$, on prolonge la courbe correspondant aux essais à R = 0.1 vers les plus faibles ΔK, on constate que, dans la gamme des ΔK explorée à R = 0.4, le rapport K_{ouv}/K_{max} est proche de 0.4. De plus, étant données les dispersions sur les mesures de K_{ouv}/K_{max} à R = 0.4 et 0.1, il ne serait pas choquant de tracer une droite reliant tous les points expérimentaux (droite en pointillés). Ceci indique qu'il aurait peut-être fallu appliquer un rapport de charge supérieur à 0.4 afin d'être sûr de s'affranchir de la fermeture de fissure.
Si on prolonge de même la courbe $K_{ouv}/K_{max} = f(\Delta K)$ du coude n°1 vieilli vers les plus faibles ΔK (Figure 8 - 18), il apparaît que ce rapport, dans la gamme de ΔK explorée à R = 0.4, est inférieur à 0.3. Ceci explique qu'à R = 0.4, aucune fermeture de fissure n'apparaisse dans le coude n°1 vieilli.

Dans le coude EK, le chargement maximal à R = 0.4 est supérieur au chargement maximal à R = 0.1. Les chargements maximal et minimal ont en effet été augmentés dans le but de couvrir les mêmes gammes de ΔK à R = 0.1 qu'à R = 0.4. Pour ces essais à R = 0.4**, aucune fermeture de fissure n'a été relevée**. Ceci n'est pas étonnant car P_{min} à R = 0.4 est alors bien supérieure à P_{ouv} mesurée à R = 0.1. Les vitesses de propagation à R = 0.4 sont donc intrinsèques et peuvent directement être comparées aux vitesses de propagation à R = 0.1 exprimées en termes de ΔK_{eff} (Figure 8 - 35). Celles-ci sont équivalentes. Il n'y a pas d'effet de chargement maximal (K_{max}).

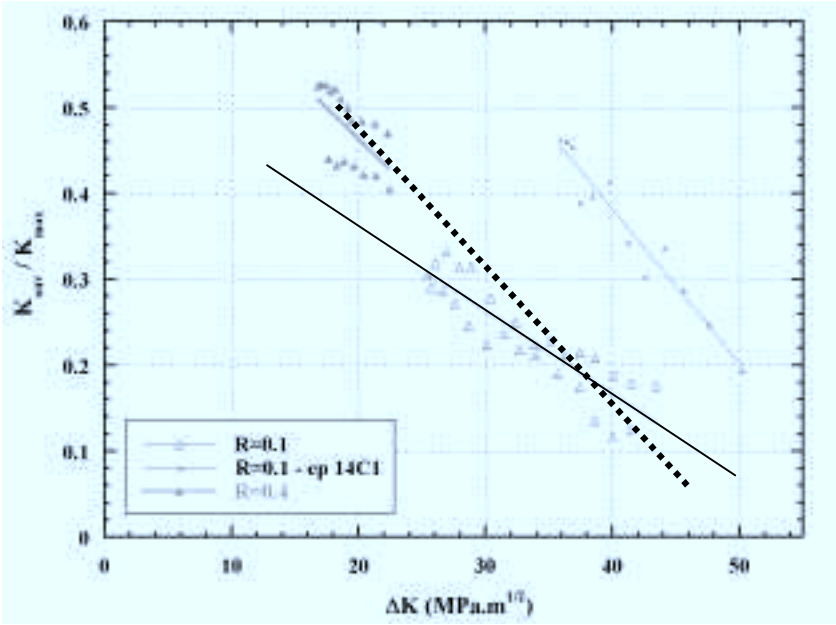


*Figure 8 - 33 : Influence du rapport de charge sur les niveaux de charge dans le **coude n°1 défragilisé**. Essais à 20°C et en zone équiaxe.*

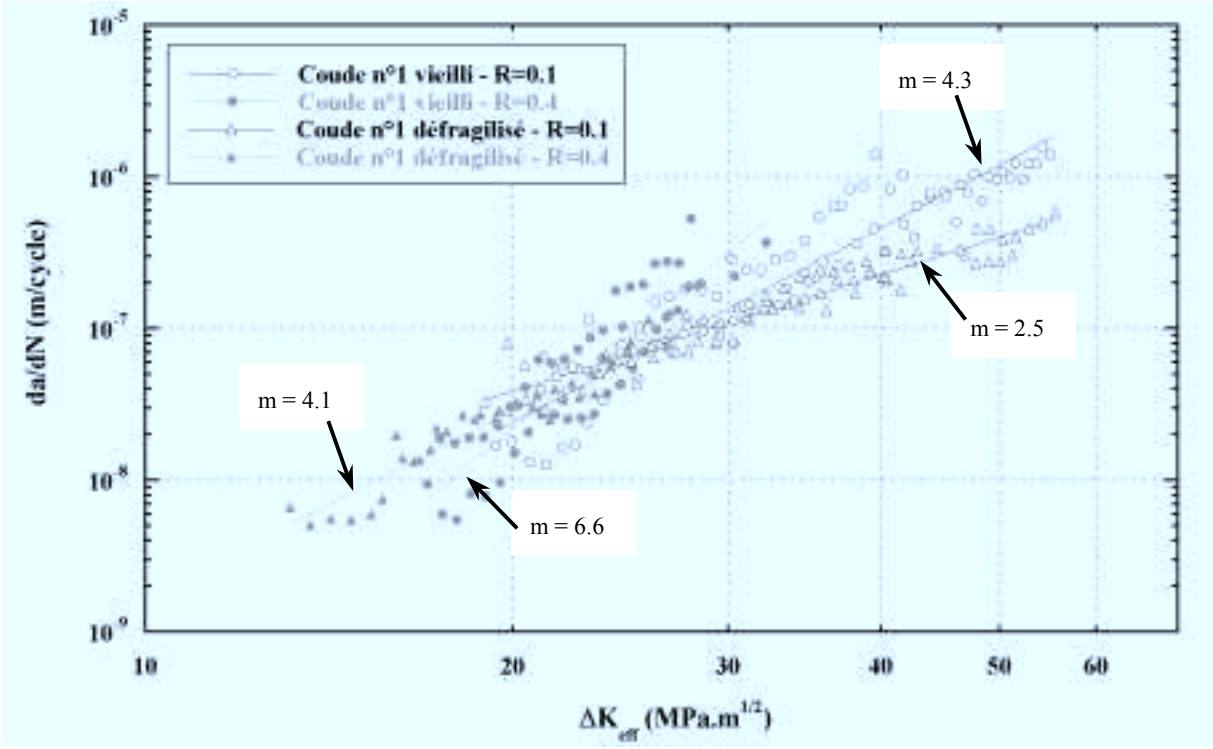


*Figure 8 - 34 : Influence du rapport de charge sur les vitesses de propagation en termes de ΔK_{eff} dans le **coude n°1**. Essais à 20°C et en zone équiaxe.*

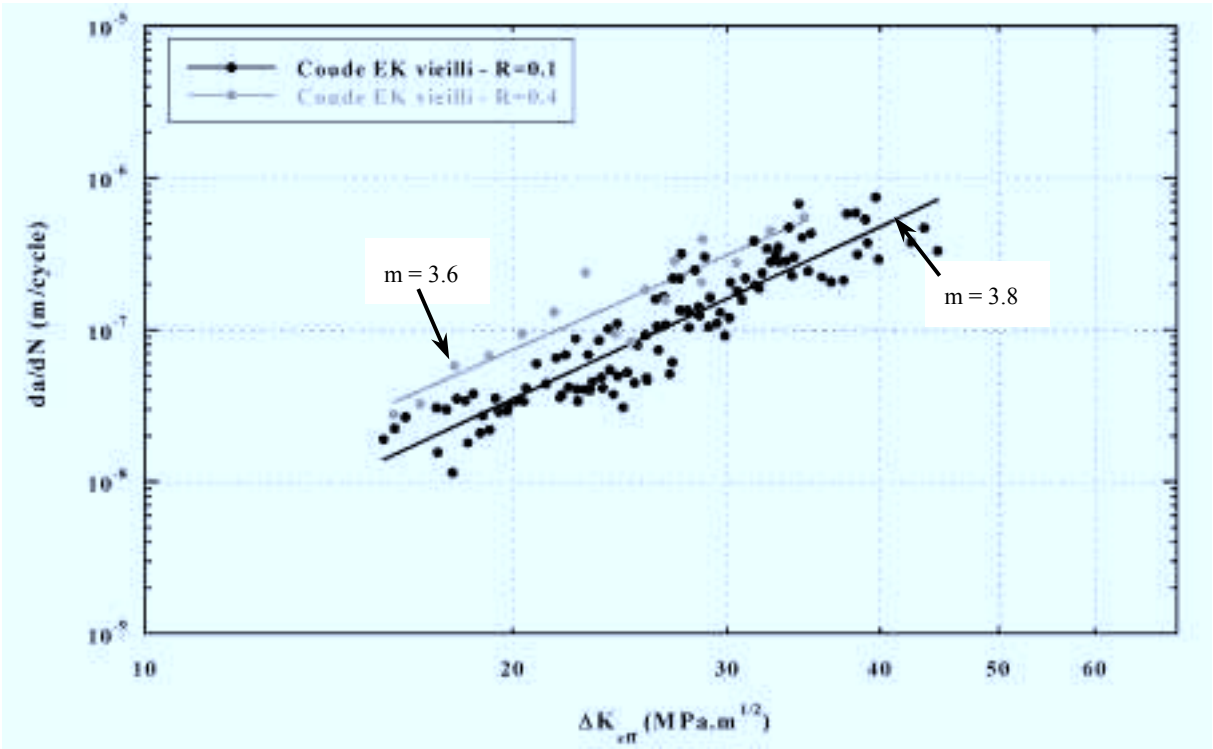


*Figure 8 - 35 : Influence du rapport de charge sur les vitesses de propagation en termes de ΔK_{eff} dans **le coude EK vieilli**. Essais à 20°C et en zone équiaxe.*

On notera, pour le coude n°1, une rupture de pente sur les vitesses intrinsèques pour les plus faibles ΔK (Figure 8 - 34). De plus, aux faibles amplitudes de chargement, la vitesse de propagation dans le matériau vieilli est inférieure à celle mesurée dans le matériau défragilisé. Ces résultats rappellent ceux de Iturgoyen et Anglada [1997] (Figure 3-6). Nous y reviendrons dans la partie « Discussion ».

Conclusions :

Un niveau de fermeture élevé a été relevé dans le coude n°1 défragilisé testé à R = 0.4. Ce niveau de fermeture peut s'expliquer par le fait que le chargement minimal à R = 0.4 était juste supérieur à la charge à ouverture relevée à R = 0.1. Il faut rappeler que la fermeture de fissure est difficile à mesurer. Aucune fermeture de fissure n'a été relevée dans les coudes n°1 et EK vieillis à R = 0.4.

Une fois les vitesses de propagation de fissure exprimées en termes de ΔK_{eff}, la pente de la droite de Paris augmente pour les faibles ΔK. Cette rupture de pente aux faibles chargements s'accompagne d'une résistance à la fissuration supérieure dans le matériau vieilli par rapport au matériau non vieilli.

8.6. CONCLUSION

Nous avons testé l'influence du vieillissement, de la température d'essai, de la structure de solidification ainsi que du rapport de charge sur les vitesses de propagation de fissure dans des éprouvettes de type CT 20 à épaisseur réduite. Au cours de ces essais, la fermeture de fissure a été mesurée par la méthode de la complaisance et par suivi électrique. Cette mesure est cependant très délicate surtout en ce qui concerne la méthode du suivi électrique. Nous nous sommes donc contenté des mesures de complaisance réalisées à l'aide d'un extensomètre placé aux lèvres de l'entaille de l'éprouvette.

- Il apparaît que, **en raison de la teneur en ferrite limitée, l'effet du vieillissement sur les vitesses de propagation de fissure est assez faible**.

A l'ambiante, en deçà d'un ΔK limite (≈ 20 à 30 MPa.√m), **les vitesses intrinsèques du matériau vieilli sont inférieures à celles du matériau non vieilli** (facteur 2), **alors qu'au delà de cette limite, celles-ci deviennent jusqu'à quatre fois plus grandes**. De plus, **les niveaux de fermeture des matériaux défragilisés et à l'état initial étant différents, les vitesses de propagation en termes de ΔK diffèrent**. **En termes de ΔK_{eff}, en revanche, les vitesses sont équivalentes**. Il sera nécessaire par

la suite (dans la Partie « Discussion ») de s'interroger sur les origines des différences de niveaux de fermeture.
A 320°C, les vitesses de propagation intrinsèques des coudes EK et n°1 vieillis ainsi que du coude EK à l'état initial sont équivalentes.

- **A 320°C, le niveau de fermeture de fissure mesuré est nul**. **L'effet de la température d'essai est faible sur les matériaux vieillis et tendrait vers une diminution de la vitesse de propagation de fissure avec la température d'essai**. En revanche, pour le **coude EK à l'état initial, l'effet, plus marqué, correspond à une augmentation de la vitesse de fissuration**. L'explication de ces phénomènes n'est cependant pas aisée : il y a compétition entre l'accroissement du CTOD et la modification des mécanismes de rupture de la ferrite vieillie avec la température d'essai.

- La vitesse de propagation, **lorsqu'une fissure se propage perpendiculairement aux basaltes est bien supérieure aux vitesses de propagation parallèlement aux basaltes et en zone équiaxe, ces vitesses étant équivalentes**. L'étude du chemin de fissuration au chapitre 9 devrait permettre d'expliquer l'absence d'effet de fibrage.

- Les essais à $R = 0.4$ ont permis d'explorer un domaine d'amplitude de chargement plus faible. **Pour ces chargements, on constate une rupture de pente et une meilleure résistance du matériau vieilli par rapport au matériau non vieilli**. Ces résultats seront discutés dans la partie E.

- Pour conclure, dans un coude, **la condition la plus néfaste constituerait en une propagation de fissure dans un matériau vieilli, perpendiculairement aux basaltes, à l'ambiante ou à 320°C**. Cette situation semble cependant peu probable dans la mesure ou une entaille provoquant une fuite se propagerait parallèlement aux basaltes (direction radiale du coude – éprouvette de type B - Figure 8 - 9). De plus, l'effet de vieillissement sur ces matériaux à teneur en ferrite réduite ne provoque qu'une faible diminution de la résistance à la propagation de fissure (facteur 4).

9. MECANISMES DE PROPAGATION DE FISSURE PAR FATIGUE

9.1. MECANISMES DE DEFORMATION, D'ENDOMMAGEMENT ET DE RUPTURE…..257

9.1.1. Mécanismes de déformation

9.1.2. Mécanismes d'endommagement

9.1.3. Mécanismes de rupture

9.2. PROPAGATION DE FISSURE A L'ECHELLE MACROSCOPIQUE ……..…….281

9.2.1. Observations sur sections polies et sur faciès de rupture

9.2.2. Mesures de rugosité

9.2.3. Discussion

9.3. DETERMINATION DU CHEMIN CRISTALLOGRAPHIQUE DE LA FISSURE…...…293

9.3.1. Méthode de calcul des traces de fissure

9.3.2 Détermination des plans de fissure

9.4. MESURES DE PROPORTIONS DE FERRITE ET D'AUSTENITE TRAVERSEES PAR LA FISSURE……...303

9.4.1. Mesures le long de la fissure

9.4.2. Mesures sur les surfaces de rupture

9.5. MESURES DES INTERSTRIES……...……...…..313

9.6. CONCLUSIONS …….……...…….317

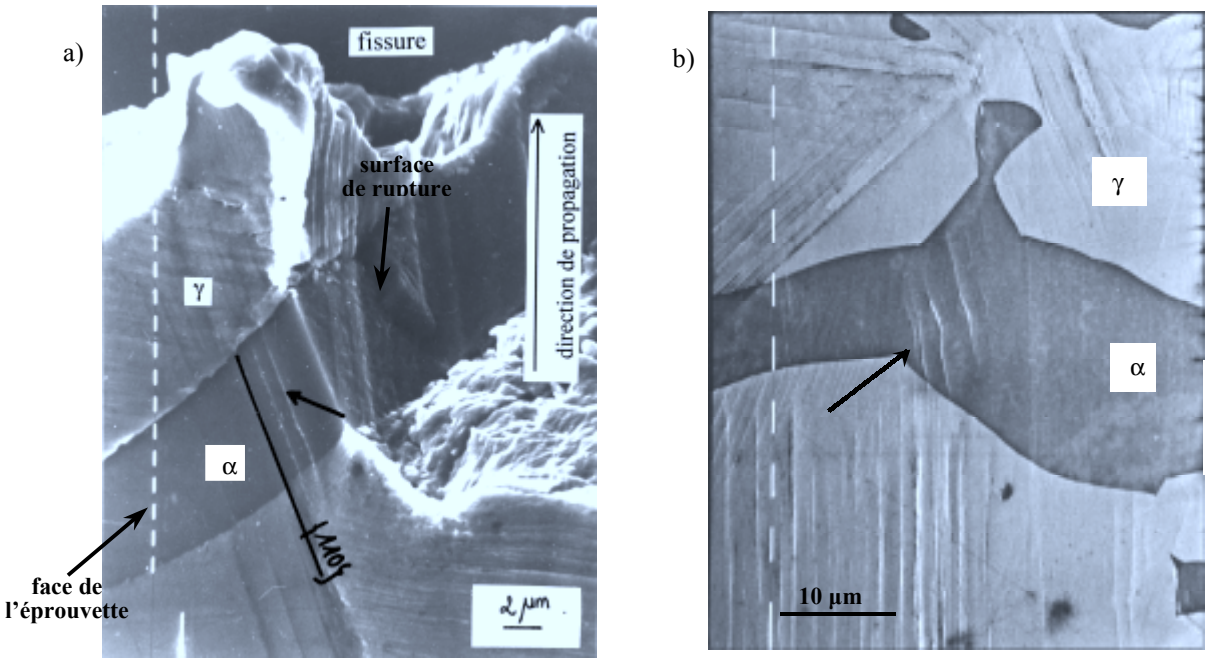


Figure 9.1-0 : Glissement dans la ferrite. (a) Glissement plan – éprouvette A1 et (b) glissement sinueux – éprouvette B4. Observation des faces en microscopie électronique à balayage.

La connaissance des mécanismes de propagation de fissure permet de mieux comprendre les variations de vitesses de propagation ainsi que les différences de niveaux de fermeture en fonction des paramètres expérimentaux. Dans ce chapitre, on abordera donc l'étude **des mécanismes de déformation, d'endommagement et de rupture de chaque phase**. Puis, on s'intéressera **au chemin de fissuration** : son aspect, les plans cristallographiques empruntés, ainsi que les proportions de ferrite et d'austénite traversées.

Afin de déterminer les mécanismes, après essai, les faces des éprouvettes sont observées en microscopie optique et en microscopie électronique à balayage. Puis, certaines éprouvettes sont ouvertes en traction afin d'observer les surfaces de rupture. D'autres éprouvettes sont tronçonnées selon des plans parallèles aux faces. Ces sections, qui sont ensuite polies et attaquées, permettent d'observer le chemin de fissuration et l'endommagement qui l'accompagne. La liste des éprouvettes ouvertes ou tronçonnées se trouve en annexe 4.

9.1. MECANISMES DE DEFORMATION, D'ENDOMMAGEMENT ET DE RUPTURE

La déformation, l'endommagement et la rupture des deux phases dépendent fortement de l'orientation de chacune d'elles vis-à-vis de la direction de sollicitation. C'est pourquoi les mécanismes sont variés.

9.1.1. Mécanismes de déformation

Les principaux systèmes cristallographiques susceptibles de s'activer au cours de la déformation sont récapitulés dans le Tableau 9.1–1.

	Ferrite (CC)	**Austénite (CFC)**
glissement	{110}, {112}, {123} <111>	{111} <110>
maclage	{112} <111>	{111} <112>
clivage	{100}	-

Tableau 9.1–1 : Systèmes cristallographiques activables au cours du glissement, du maclage et du clivage dans les métaux cubiques centrés et cubiques à faces centrées.

- ***Ferrite***

La ferrite se déforme par **glissement plan ou sinueux**, le vieillissement favorisant l'apparition du glissement plan. Ces deux aspects du glissement sont présentés à la Figure 9.1-0. Le **maclage** est également un mode de déformation possible de la ferrite vieillie [Marrow et King, 1991]. Cependant, aucune macle de déformation n'a été retrouvée sur les faces ou sur les sections polies des éprouvettes.

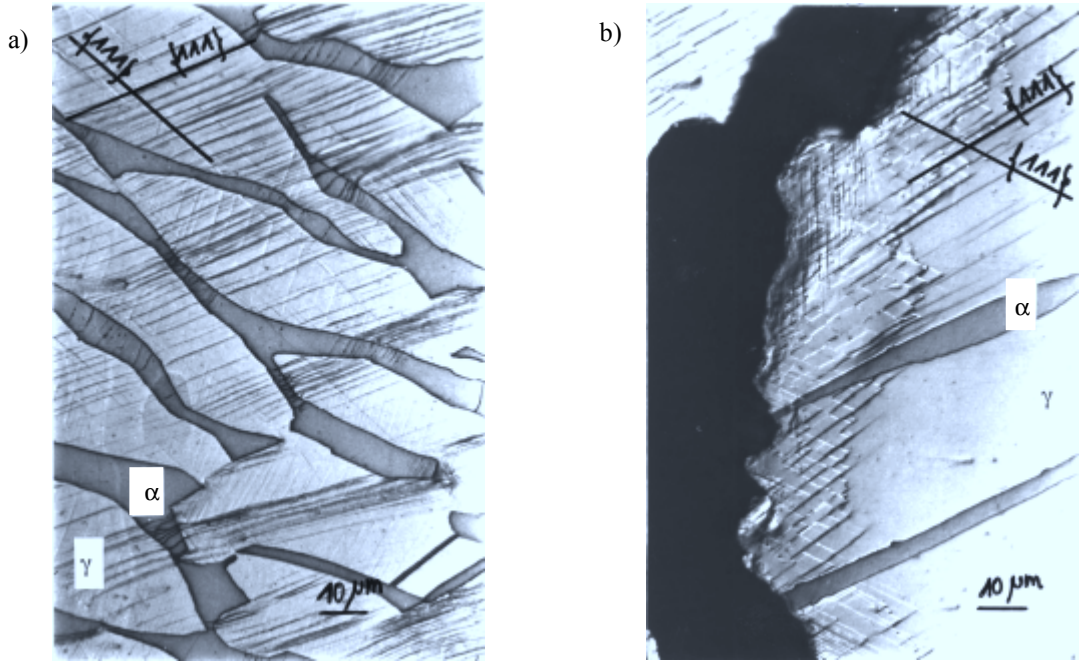


Figure 9.1–1 : Glissement multiple dans l'austénite : croisements des lignes de glissement sans interaction apparente (a) ou avec interaction apparente (b). Observations en microscopie optique – éprouvette B6C1.

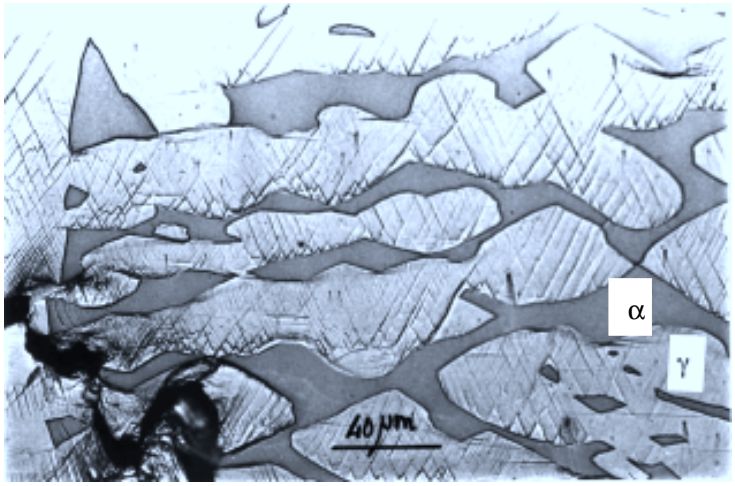


Figure 9.1–2 : Glissement multiple dans l'austénite. L'incompatibilité de déformation entre la ferrite et l'austénite provoque l'apparition de nouveaux systèmes de glissement à l'interface. Observations en microscopie optique – éprouvette B6C1.

Seules des languettes de direction [110]α correspondant à l'intersection entre les plans de macles{112}α et les plans de clivage {100}α sont observées sur les facettes de clivage, comme nous le verrons à la Figure 9.1–22.b.

- ***Austénite***

La déformation de l'austénite a lieu par **glissement plan simple** ou, plus fréquemment, par **glissement multiple**. Dans ce cas, plusieurs systèmes de glissement sont activés. Ils peuvent se croiser sans sembler se gêner ou interagir entre eux (Figure 9.1–1). Dans le matériau vieilli, selon les orientations relatives de la ferrite et de l'austénite vis-à-vis de la direction de sollicitation, le glissement peut se transmettre de l'austénite à la ferrite (Figure 9.1–1.a) ou rester confiné dans l'austénite (Figure 9.1–2). Dans ce dernier cas, l'incompatibilité de déformation entre la ferrite et l'austénite provoque une augmentation du niveau de contraintes dans la phase ferritique. Ces contraintes sont relaxées par le déclenchement d'un second système de glissement dans l'austénite au niveau de l'interface.

Des **macles** peuvent également apparaître (Figure 9.1–3). Elle sont cependant peu fréquentes et sont surtout présentes dans le matériau défragilisé où la déformation locale est particulièrement importante.

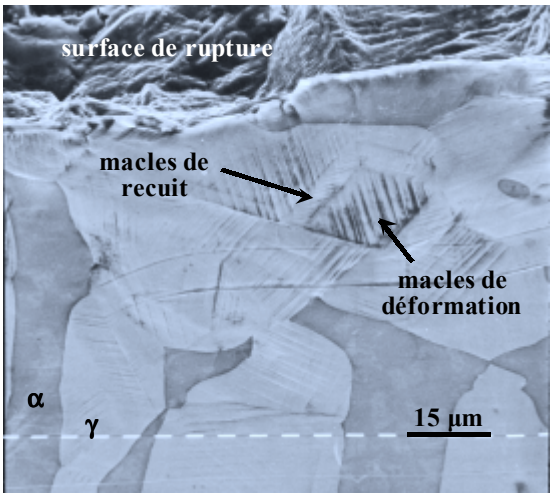


Figure 9.1–3 : Maclage par déformation plastique dans l'austénite. Observation des faces en microscopie électronique à balayage – éprouvette B4.

- ***Phénomènes secondaires***

Sur sections polies d'éprouvettes attaquées électrolytiquement de manière à faire apparaître le glissement, on observe des macles de recuit et des cellules de polygonisation.

Les **macles de recuit**, beaucoup plus larges que les macles de déformation, sont observées dans l'austénite (Figure 9.1–4). Ces macles apparaissent à température élevée, donc certainement au cours de la solidification. Elles sont le signe d'une faible énergie de faute d'empilement.

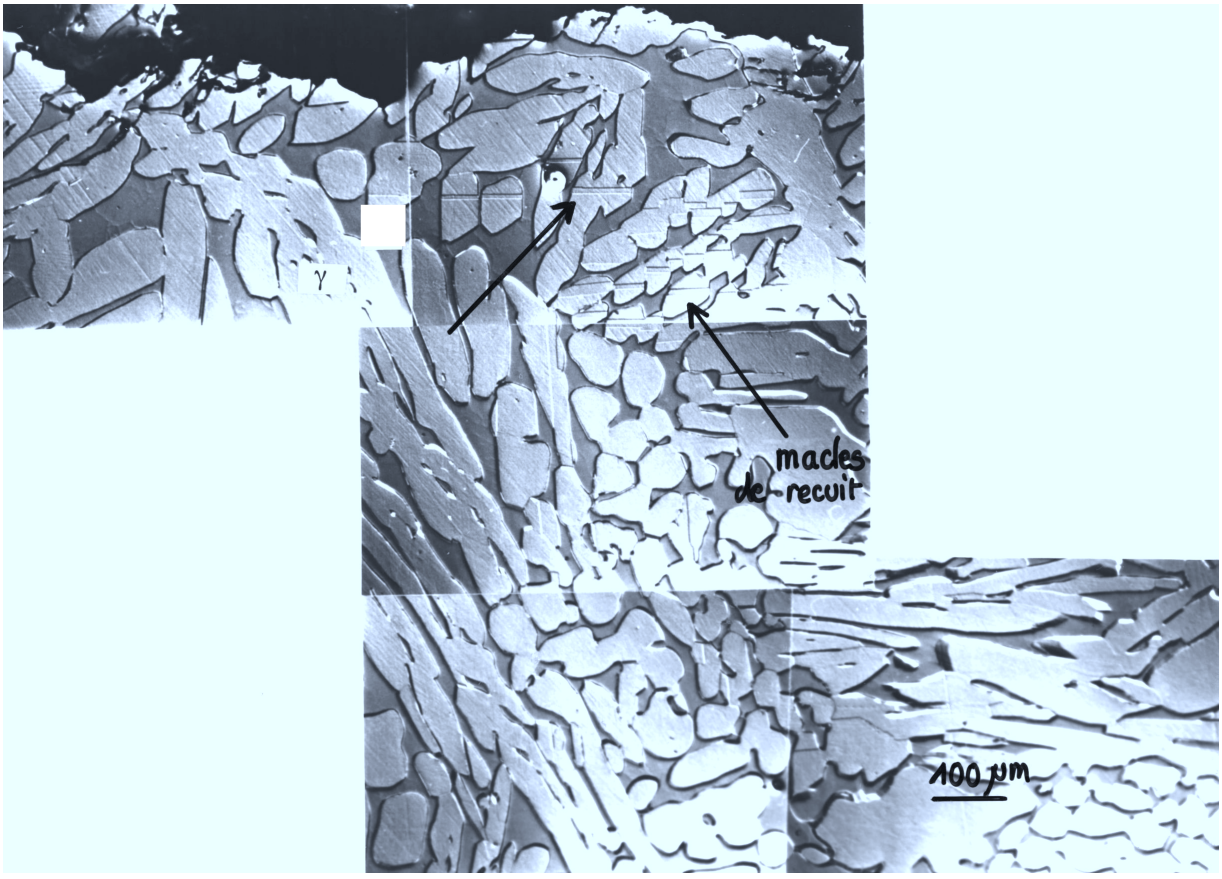


Figure 9.1–4 : Macles de recuit observées dans l'austénite. Observations en microscopie optique sur section polie et attaquée de manière à révéler les lignes de glissement – éprouvette A4C1.

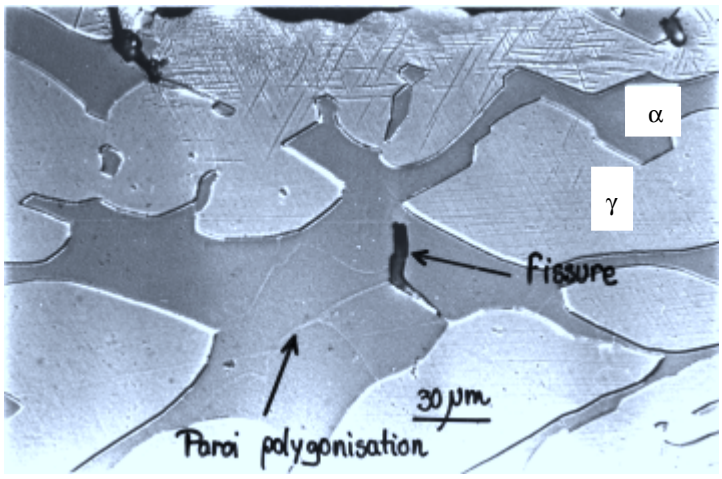


Figure 9.1–5 : Cellules de polygonisation dans la ferrite et amorce de fissure sur celle-ci. Observations en microscopie optique sur section polie et attaquée de manière à révéler les lignes de glissement – éprouvette B6C1.

Des cellules ont été observées dans la ferrite, que le matériau soit vieilli, défragilisé ou à l'état initial (Figure 9.1–5). Elles pourraient correspondre à des parois de dislocations qui se seraient réorganisées au cours du refroidissement du coude moulé. Ces murs de dislocations peuvent servir de manière occasionnelle à l'amorçage de fissure. Les **cellules de polygonisation** observées également sur des échantillons non sollicités indiquent que, avant même d'être sollicitée en fatigue, la ferrite du matériau semble avoir subi une déformation non négligeable. Cette déformation est certainement due à la différence de coefficients de dilatation entre les deux phases. En effet, pendant le chauffage et le refroidissement appliqués au cours du traitement thermique d'homogénéisation à 1 100°C, la ferrite et l'austénite ne se dilatent pas de la même manière. Il en résulte des déformations résiduelles dans les deux phases. Au cours du refroidissement, les dislocations se déplacent alors à nouveau et se positionnent de façon à ce que leur énergie soit minimale. Nous reviendrons sur la déformation de la ferrite et de l'austénite suite au traitement d'homogénéisation dans la partie « Discussion ».

- ***Niveaux de déformation***

La déformation qui accompagne la propagation de fissure par **fatigue reste localisée autour des lèvres** de celle-ci. Les tailles de zone plastique sont récapitulées dans le Tableau 9.1–2. Leur évaluation se fait en déformations planes par les formules :

$$ZPcyclique = \frac{1}{12\pi} \times \left(\frac{\Delta K}{\sigma_y} \right)^2 \qquad ZPmonotone = \frac{1}{3\pi} \times \left(\frac{K_{max}}{\sigma_y} \right)^2$$

Avec σ_y limite d'élasticité cyclique ou monotone prise à 0.2% de déformation plastique.

			σ_y (MPa)	ΔK (MPa.√m)							
				20	**25**	**30**	**35**	**40**	**45**	**50**	**55**
20°C	**matériau vieilli**	**ZP monotone (µm)**	350	428	668	962	1310	1711	2165	2673	3235
		ZP cyclique (µm)	500	42	66	95	130	170	215	265	321
	matériau non vieilli	**ZP monotone (µm)**	325	496	775	1116	1519	1984	2511	3100	3751
		ZP cyclique (µm)	425	59	92	132	180	235	297	367	444
320°C	**matériau vieilli**	**ZP monotone (µm)**	250	838	1310	1886	2567	3353			
		ZP cyclique (µm)	400	66	104	149	203	265			
	matériau non vieilli	**ZP monotone (µm)**	200	1310	2047	2947	4012	5240			
		ZP cyclique (µm)	350	87	135	195	265	346			

Tableau 9.1–2 : Tailles des zones plastiques cycliques et monotones pour les matériaux vieillis et non vieillis testés à l'ambiante et à 320°C.

On constate que la zone plastique cyclique évolue avec l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes de 44 µm à 444 µm pour les matériaux testés à l'ambiante et de 66 µm à 346 µm pour les matériaux testés à 320°C. La zone plastique monotone peut en revanche atteindre 3 mm pour un matériau non vieilli testé à l'ambiante et pour un ΔK de 55 MPa.√m. La taille de zone plastique évolue de la même manière que la limite d'élasticité du matériau : elle diminue avec le vieillissement du matériau et augmente avec la température d'essai.

Il faut noter que les tailles de zones plastiques sont **calculées pour un matériau homogène**. Or les aciers austéno-ferritiques, principalement lorsqu'ils sont vieillis et testés à l'ambiante, ne se déforment pas de la même manière dans la ferrite que dans l'austénite. La taille de zone plastique calculée est donc une « moyenne » entre les zones déformées de chaque phase.

A l'ambiante, pour les matériaux vieillis, la déformation se localise principalement dans l'austénite (Figure 9.1–6). La transmission de la déformation à la ferrite dépend de l'orientation relative des deux phases vis-à-vis de la direction de sollicitation. Si l'austénite est bien orientée par rapport à la direction de sollicitation pour que ses systèmes de glissement soient activés, c'est elle qui va accommoder la plus grande partie de la déformation. En revanche, si elle est mal orientée pour se déformer, la concentration de contraintes va provoquer la déformation de la ferrite.
Pour les matériaux non vieillis, en revanche, les deux phases sont tout autant déformées l'une que l'autre (Figure 9.1–7). Cette déformation est intense mais reste localisée au voisinage des lèvres de la fissure.

A 320°C, dans les matériaux vieilli et non vieilli, les niveaux de déformation observés par microscopie électronique à balayage le long des lèvres de la fissure sont similaires à ceux du matériau non vieilli testé à l'ambiante. La déformation est en effet répartie dans les deux phases.

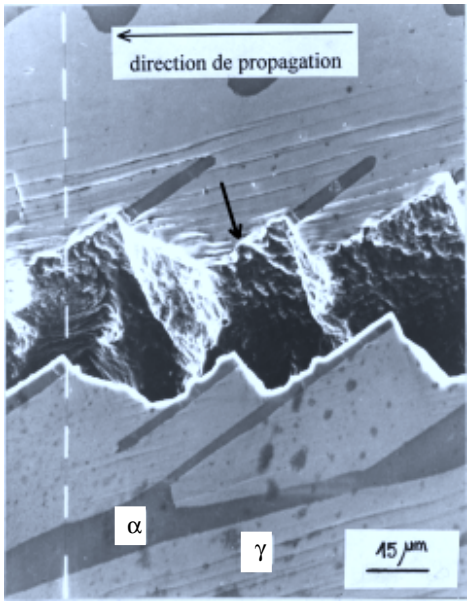


Figure 9.1–6 : Déformation localisée dans l'austénite pour un matériau vieilli testé à l'ambiante (ΔK = 23 MPa.√m). Observation des faces en microscopie électronique à balayage – éprouvette A4.

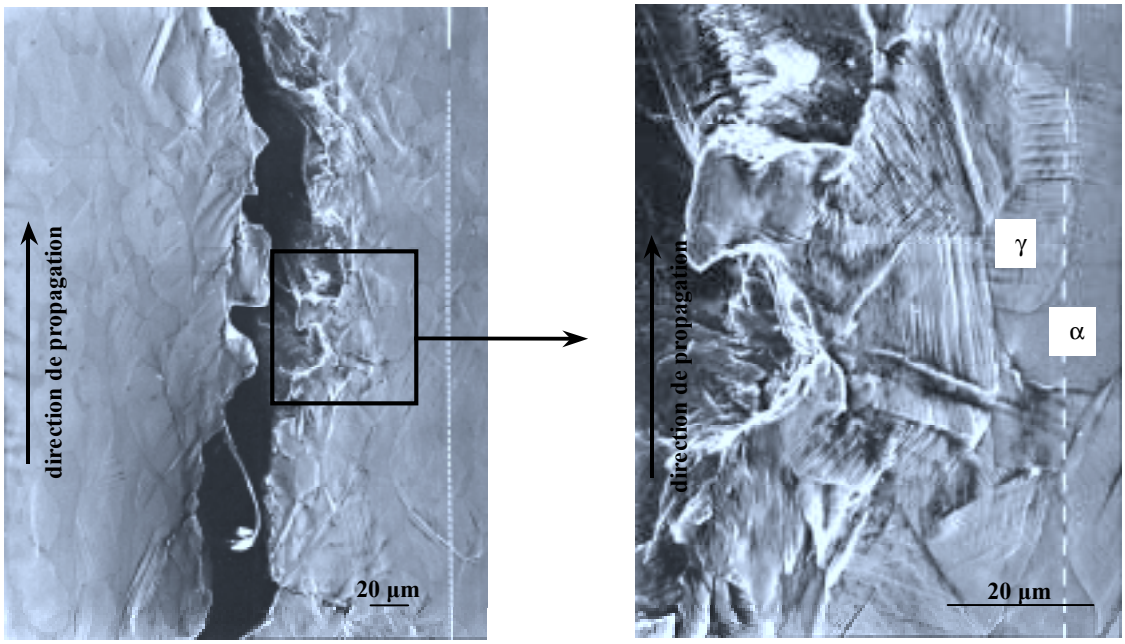


Figure 9.1–7 : Déformation généralisée à la ferrite et à l'austénite pour un matériau non vieilli testé à l'ambiante (ΔK = 41 MPa.√m). Observation des faces en microscopie électronique à balayage – éprouvette B4.

9.1.2. Mécanismes d'endommagement

L'endommagement a été **observé sur les faces des éprouvettes mais également à cœur sur des sections polies parallèles aux faces**. On entend par endommagement l'apparition de fissures dans l'austénite ou dans la ferrite, la dimension de ces fissures ne dépassant pas l'échelle de la latte. Ces fissures sont a priori non connectées à la fissure principale.

➢ Les **matériaux non vieillis** ne présentent **aucun endommagement**, que ce soit sous la surface de rupture ou en pointe de fissure.

➢ Sur **matériaux vieillis**, on observe de l'endommagement mais celui-ci **reste extrêmement faible** par rapport à l'endommagement qu'il est possible d'observer en traction.

- A 320°C, il n'est pas rare de trouver du cisaillement dans la ferrite vieillie au niveau des lèvres de la fissure (Figure 9.1–8.a).

- A l'ambiante, quels que soient la structure de solidification ou le niveau de vieillissement du matériau, l'endommagement de la ferrite sous la surface de rupture reste anecdotique (Figure 9.1–8.b). Il a été vérifié par EBSD que ces petites fissures correspondent à du clivage {100}α. En revanche, aux endroits où la fissure semble avoir du mal à se propager (changement de direction macroscopique accompagné de fissures secondaires), l'endommagement dans la ferrite (clivage et cisaillement) et

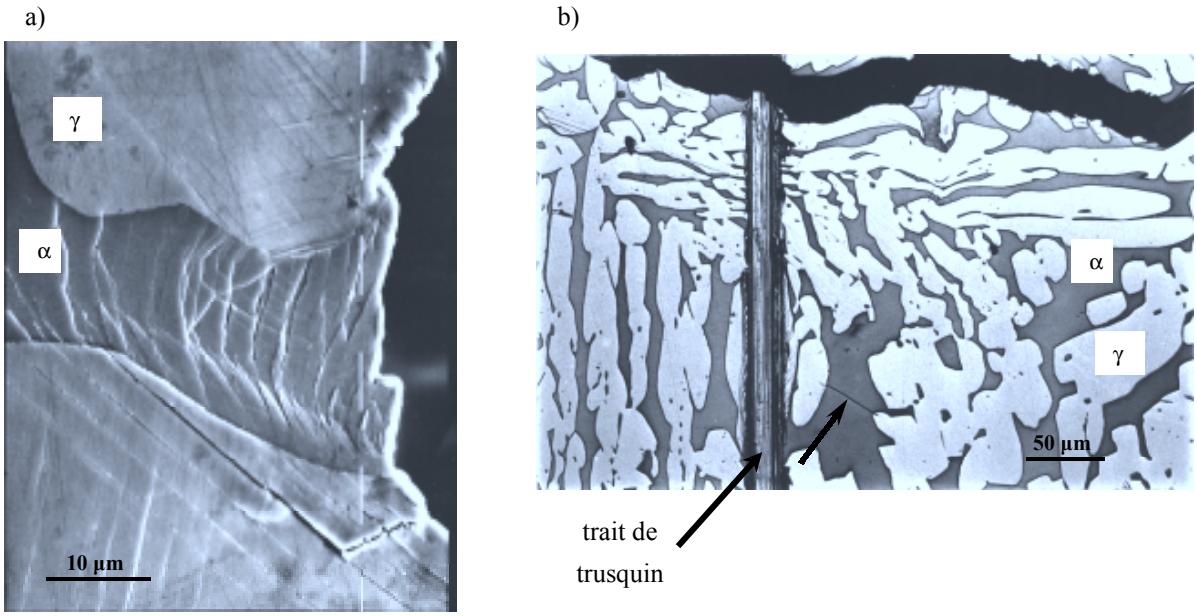


Figure 9.1–8 : (a) Cisaillement de la ferrite à 320°C (éprouvette A1C1) et (b) fissure de clivage dans la ferrite sous la surface de rupture (éprouvette A4C1). Observation des faces en microscopie électronique à balayage.

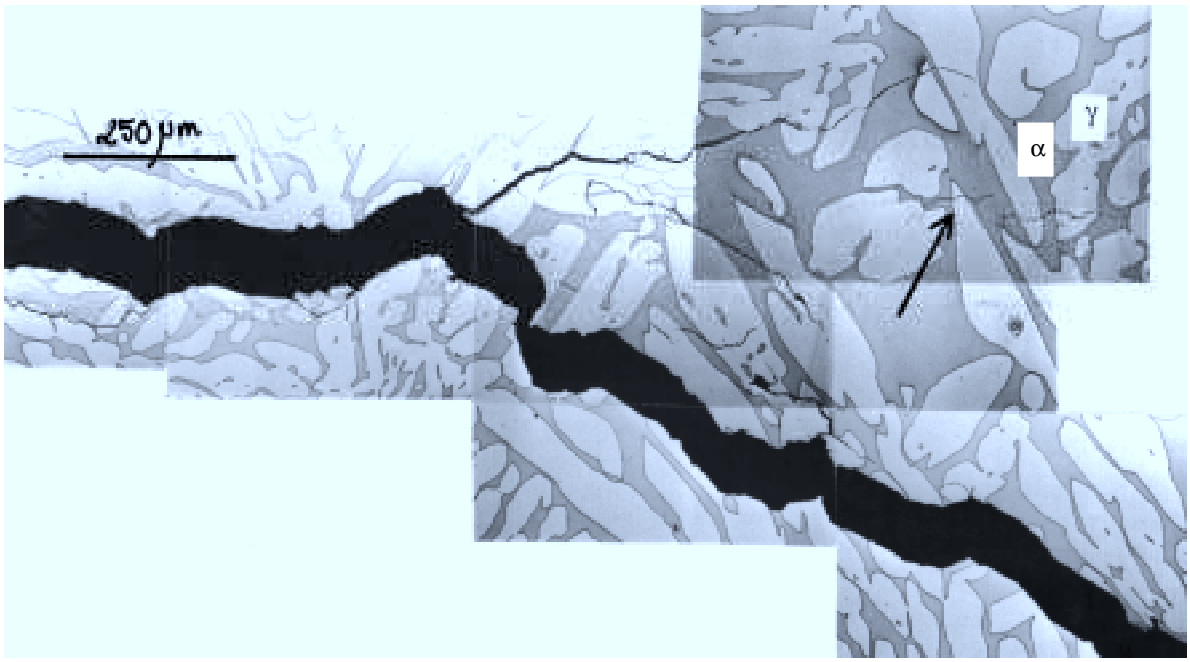


Figure 9.1–9 : Endommagement dans la ferrite et dans l'austénite apparaissant dans une zone de changement de direction macroscopique. Observations en microscopie optique sur section polie – éprouvette A4C1.

dans l'austénite apparaît de manière plus massive (Figure 9.1–9). Ces petites fissures sont cependant peut-être des branchements de la fissure principale. On reviendra ultérieurement sur ces observations.

En pointe de fissure, là où la déformation est maximale, l'endommagement a été observé à cœur et en surface.

En surface, mis à part le glissement généralisé qui témoigne de la forte déformation (Figure 9.1–13), des amorces de fissures de clivage et du cisaillement sont observées dans la ferrite (Figure 9.1–11 et Figure 9.1–12). On notera que l'endommagement dans la phase ferritique apparaît toujours aux endroits où celle-ci se présente sous forme de bandes étroites situées entre deux lattes d'austénite très déformées. Aux interfaces ferrite / austénite, des fissures secondaires apparaissent. Enfin, dans l'austénite, des fissures se forment par cisaillement (Figure 9.1–14).

A cœur, l'endommagement de la ferrite à l'avant de la pointe de fissure, que ce soit par cisaillement ou par clivage, est très faible. Dans le coude n°1 vieilli prélevé en zone équiaxe ou de telle sorte que la fissure se propage perpendiculairement aux basaltes, quelques fissures de clivage ont été observées. Ces fissures se situent très près de la pointe de fissure principale : elles ne sont distantes que d'une ou de deux lattes de la pointe (Figure 9.1–10). En effet, dans le cas de la Figure 9.1–10, l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes en pointe de fissure vaut 42 MPa.√m, ce qui signifie que la taille de zone plastique cyclique est d'environ 200 µm. Les fissures de clivage observées sont effectivement à 200 µm environ de la pointe de fissure, donc dans la zone plastique cyclique estimée pour un matériau homogène. Le fait que ces fissures correspondent à une avancée de la fissure principale dans un autre plan que le plan d'observation n'est cependant pas à écarter.

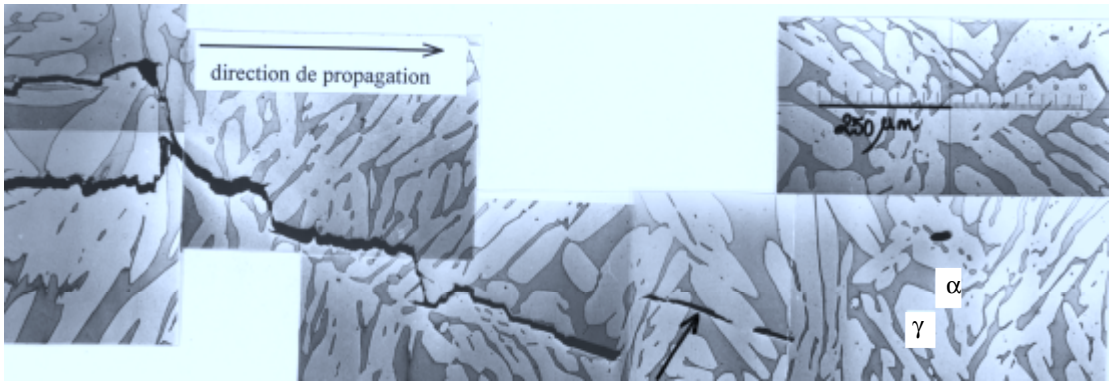


Figure 9.1–10 : Clivage dans la ferrite à l'avant de la pointe de fissure (ΔK = 42 MPa.√m). Observations en microscopie optique sur section polie – éprouvette A4C1.

Ces observations concernant le faible endommagement de la ferrite par clivage en pointe de fissure et sous la surface de rupture ne sont pas conformes aux observations de Le Roux [2000] sur des éprouvettes CT prélevées en zone équiaxe du même matériau. En effet, Le Roux a mis en évidence de l'endommagement par clivage parallèle à la fissure principale ainsi que des zones de ferrite rompues par clivage à l'avant de la pointe de fissure. Il faut cependant rappeler que Le Roux a fait ces observations sur des éprouvettes testées sous des amplitudes de facteurs d'intensité des contraintes de 70 à 80 MPa.√m, 70 MPa.√m correspondant à la limite entre le domaine de fissuration

de Paris et le domaine de fatigue-déchirure. Le Roux a donc observé un endommagement généralisé par clivage dans la ferrite à l'avant de la pointe de fissure sur des éprouvettes pour lesquelles la zone plastique n'est plus confinée et où le chargement correspond pratiquement à un chargement de traction.

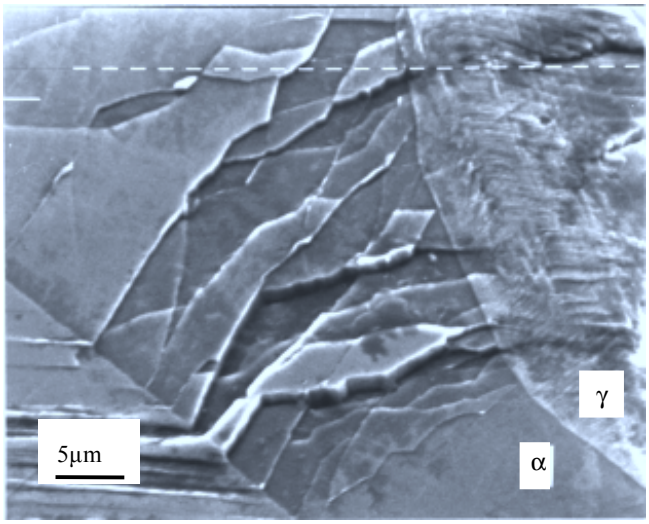


Figure 9.1–11 : Cisaillement de la ferrite (détail A de la cartographie de la Figure 9.1–13).

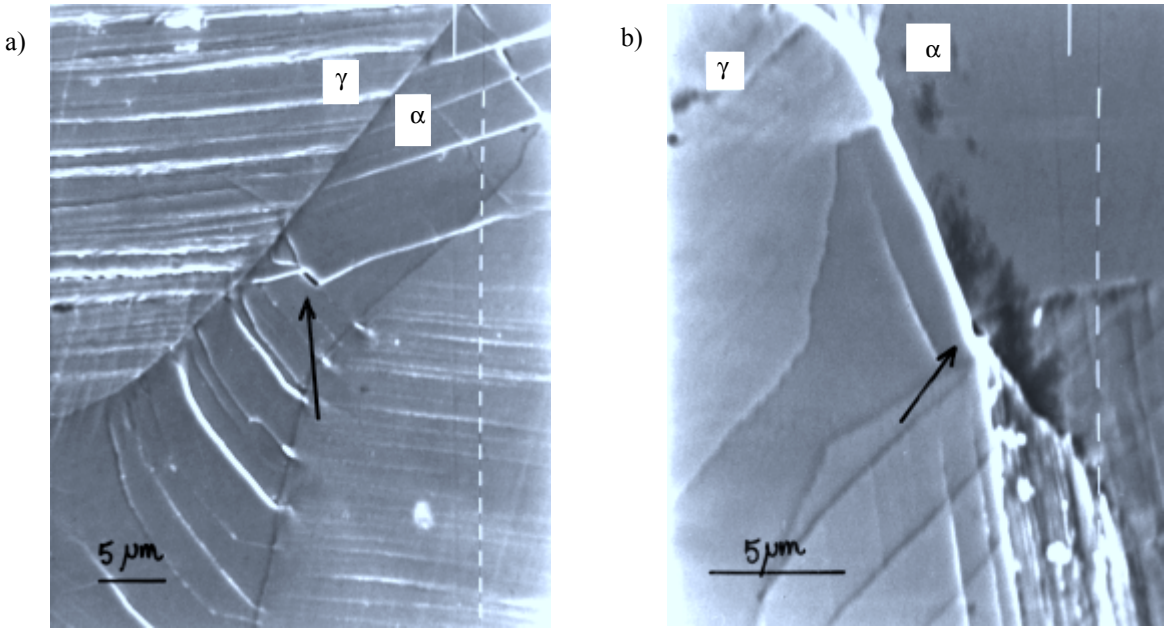


Figure 9.1–12 : Amorces de microfissures dans la ferrite par clivage (a) et par cisaillement (b). Détail B de la cartographie de la Figure 9.1–13.

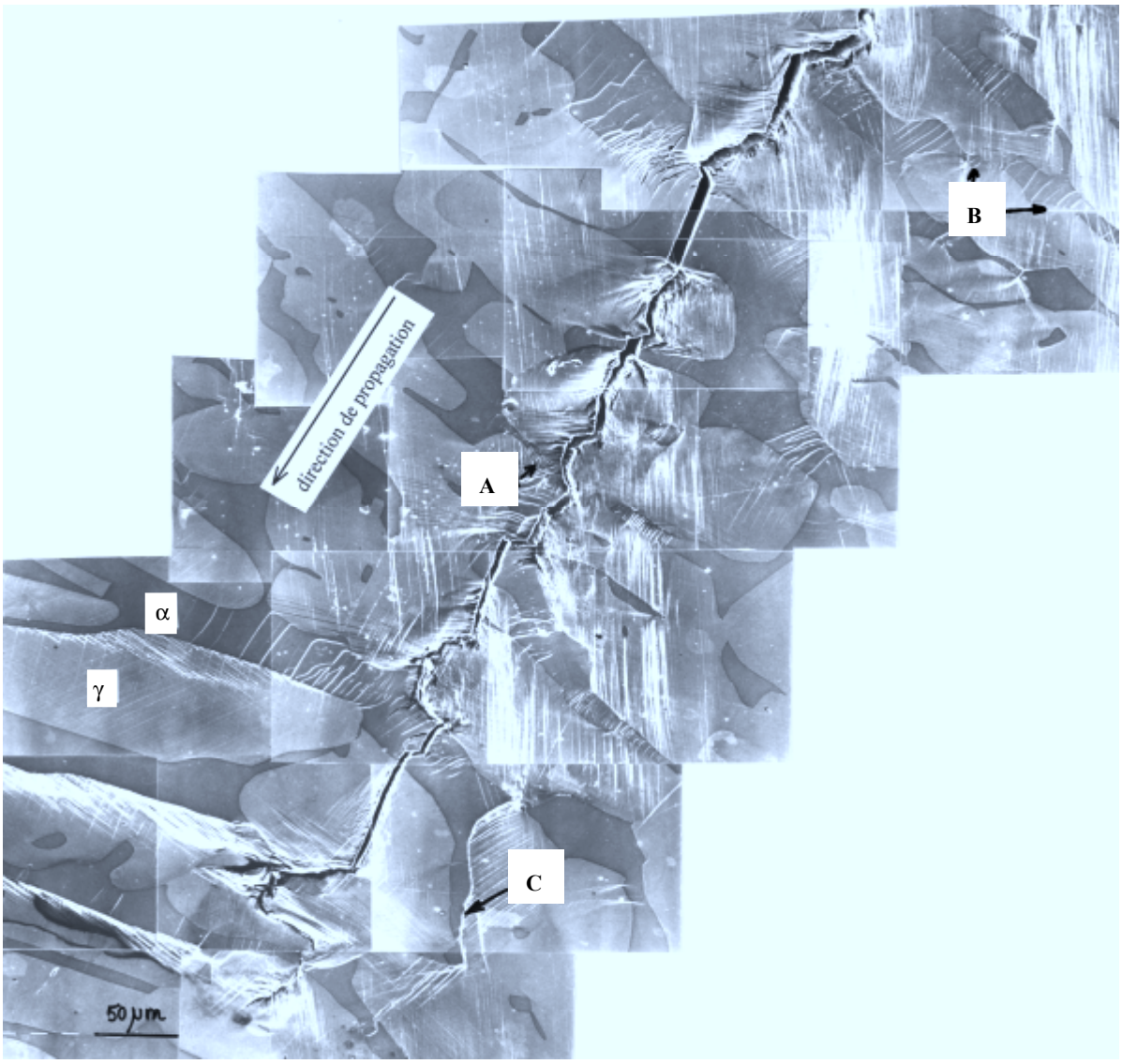


Figure 9.1–13 : Cartographie de la pointe de fissure sur les faces d'une éprouvette CT prélevée en zone équiaxe et vieillie. En A, cisaillement de la ferrite. En B, amorces de microfissures par cisaillement et par clivage dans la ferrite. En C, fissure à l'interface ferrite / austénite. Observation des faces en microscopie électronique à balayage – éprouvette A4C1.

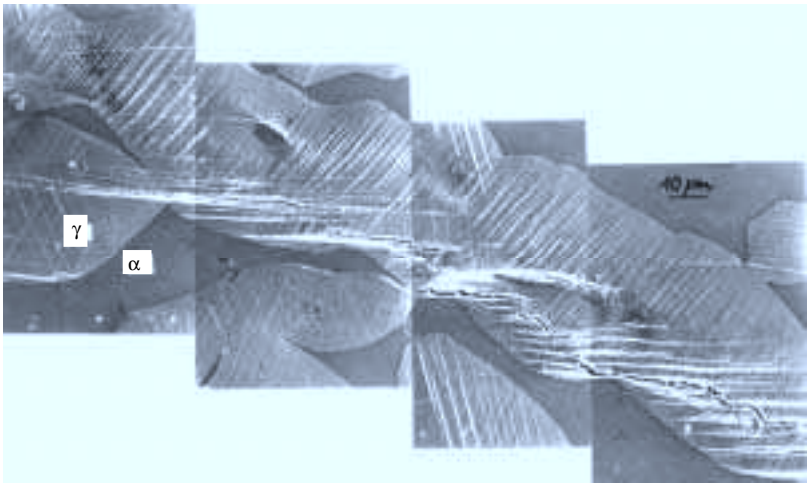


Figure 9.1–14 : Cisaillement de l'austénite. Observation des faces en microscopie électronique à balayage – éprouvette A4C1.

9.1.3. Mécanismes de rupture

Les mécanismes de rupture sont observés **par microscopie électronique à balayage sur les surfaces de rupture**. Alors que le type de **mécanisme diffère dans la ferrite en fonction du niveau de vieillissement ou de la température d'essai, les mécanismes de rupture de l'austénite varient en fonction de l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes.**

- ***Austénite***

Théoriquement, l'austénite rompt de manière ductile par cisaillement selon les systèmes de glissement {111}<110>γ ou par formation de stries. Ces mécanismes correspondent aux étapes microscopiques de la croissance d'une fissure de fatigue dans un matériau CFC ductile, étapes que l'on appelle classiquement stades I et II (Figure 9.1–15) [Suresh, 1991]. Le passage du stade I au stade II dépend des tailles relatives de la zone plastique des grains du matériau.

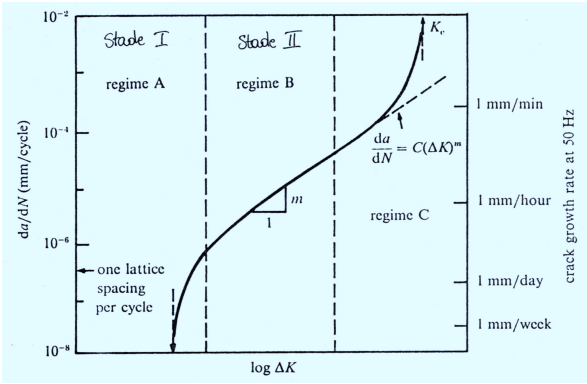


Figure 9.1–15 : Illustration schématique des différents régimes de propagation de fissure [Suresh, 1991].

Selon Suresh, quand la zone de déformation plastique entourant la pointe de fissure est confinée dans un grain, la fissure se propage par simple cisaillement dans la direction du système de glissement primaire situé à 45° environ de la direction de traction locale. Ceci induit un chemin de fissure en zigzag (Figure 9.1–16).

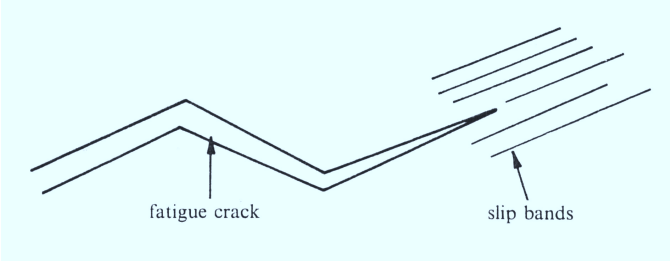


Figure 9.1–16 : Représentation schématique du stade I de la croissance de fissure en fatigue [Suresh, 1991].

Pour des facteurs d'intensité de contraintes supérieurs, la zone plastique en pointe de la fissure englobe plusieurs grains. Le mécanisme de croissance de la fissure met alors en jeu simultanément deux systèmes de glissement. La Figure 9.1–17 montre un modèle de formation de stries par glissement alternatif selon deux plans de glissement qui se coupent au niveau du front de fissure.

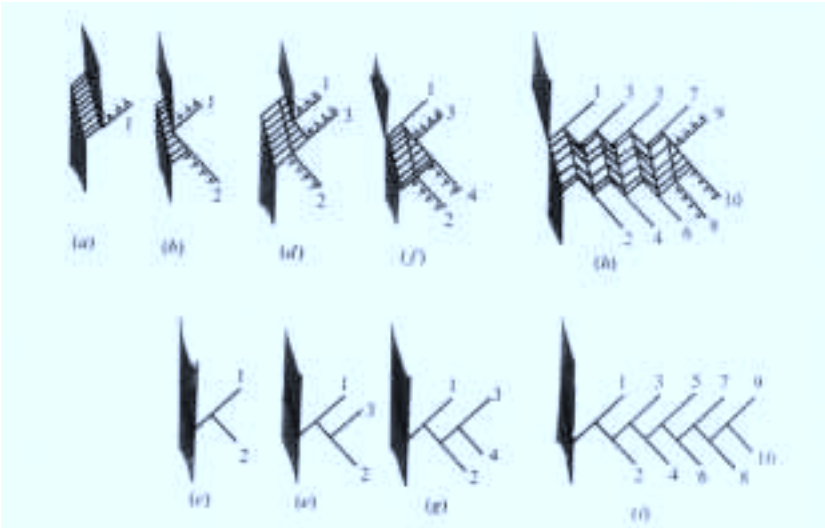


Figure 9.1–17 : Modèle de glissement alternatif expliquant la croissance de fissure dans le stade II [Suresh, 1991].

Les stries sont donc perpendiculaires à la direction locale de propagation de fissure. Au chargement / déchargement de l'éprouvette, l'écrouissage d'un premier plan de glissement situé à 45° de la direction de propagation (plan 1) entraîne un glissement alternatif selon un second plan de glissement (plan 2). L'irréversibilité du glissement cyclique conduit à la formation de stries et à la croissance de la fissure selon un plan contenant les lignes d'intersection de tous les plans de glissement. Dans les métaux CFC comme l'austénite, ce plan est un plan {011} ou {100} résultant du

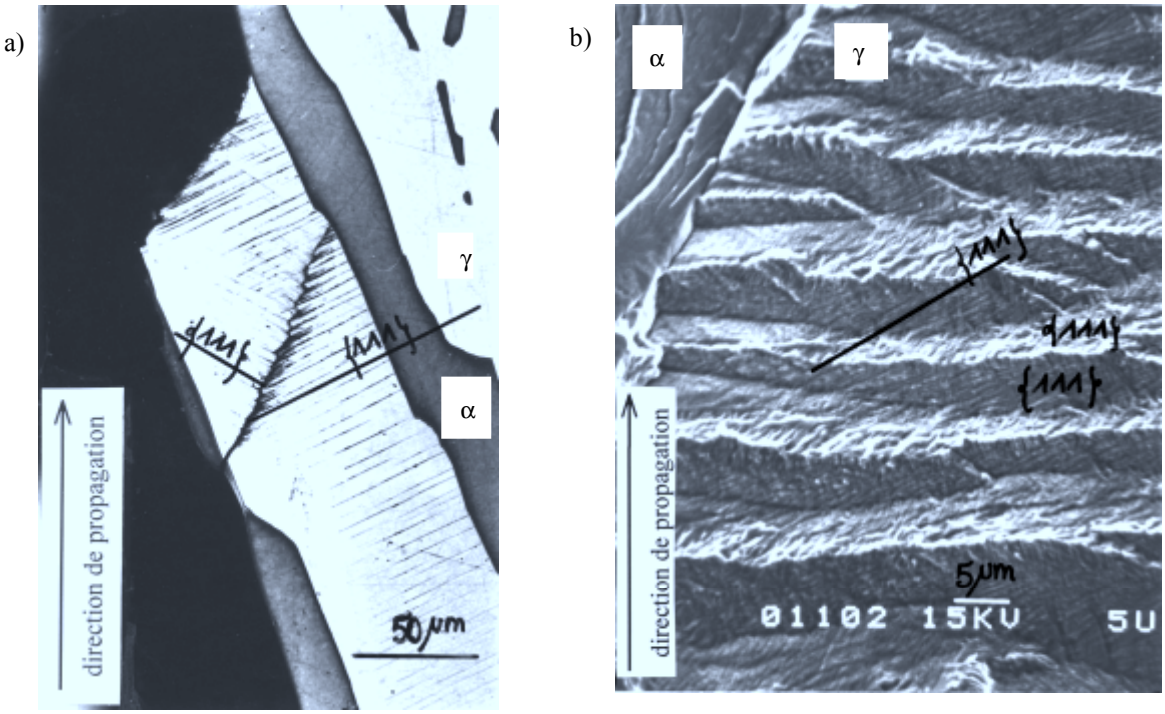


Figure 9.1–18 : Cisaillement selon les plans supposés {111} de l'austénite observé sur les faces de l'éprouvette (microscopie optique – éprouvette A4C1) (a) et sur la surface de rupture (b) (microscopie électronique à balayage – éprouvette A2).

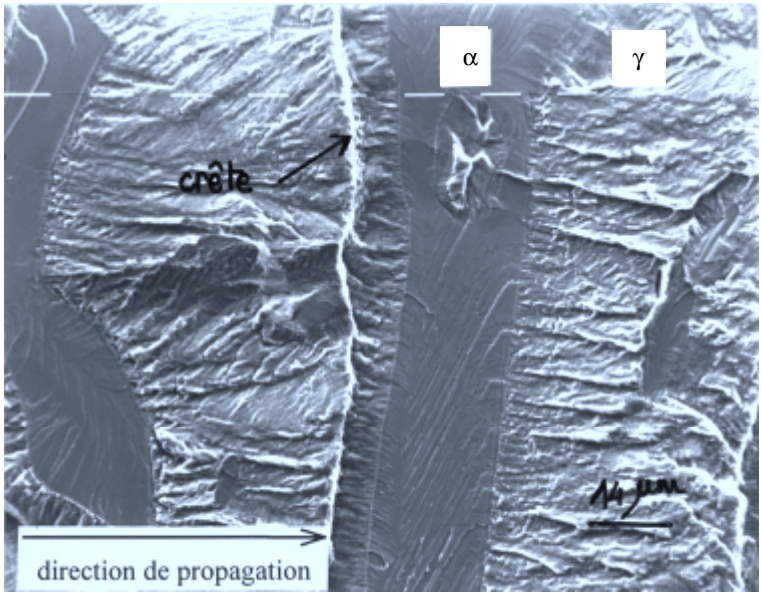


Figure 9.1–19 : Variante du cisaillement selon les plans {111} de l'austénite. Observation de la surface de rupture en microscopie électronique à balayage – éprouvette B5C1.

glissement alternatif dans deux plans {111} suite à une sollicitation cyclique dans une direction <100>.

La structure de nos matériaux étant complexe, on ne peut envisager la propagation de fissure dans un seul grain austénitique dans la mesure où, dans le plan de fissuration, il y a alternance entre les lattes de ferrite et d'austénite. **On s'attend cependant à observer du cisaillement aux faibles ΔK et des stries aux forts ΔK.**

Le cisaillement de l'austénite selon les plans supposés {111}γ est observé localement sur la fissure principale et fréquemment sur de petites fissures secondaires (Figure 9.1–18). De manière plus générale, une variante du cisaillement qu'on pourrait qualifier de moins bien formé est couramment observée (Figure 9.1–19). Elle est caractérisée par l'apparition d'une ligne de crête. Une mauvaise orientation cristallographique du système de glissement de la latte d'austénite par rapport à l'axe de traction pourrait expliquer les différences observées. Bien que moins nettes, on reconnaît les facettes des plans {111} de cisaillement de l'austénite. La fissure semble progresser par cisaillement dans l'austénite qui finit par rompre par arrachement, d'où cette ligne de crête. A 320°C, le cisaillement prend un aspect plus chaotique.
La Figure 9.1–20 présente des stries ductiles de fatigue dans l'austénite.
L'observation du cisaillement et des stries dans l'austénite renseigne sur la direction locale de propagation de fissure par rapport à la direction macroscopique. A la Figure 9.1–21, le changement de direction locale de propagation est certainement lié à un changement de grain austénitique.

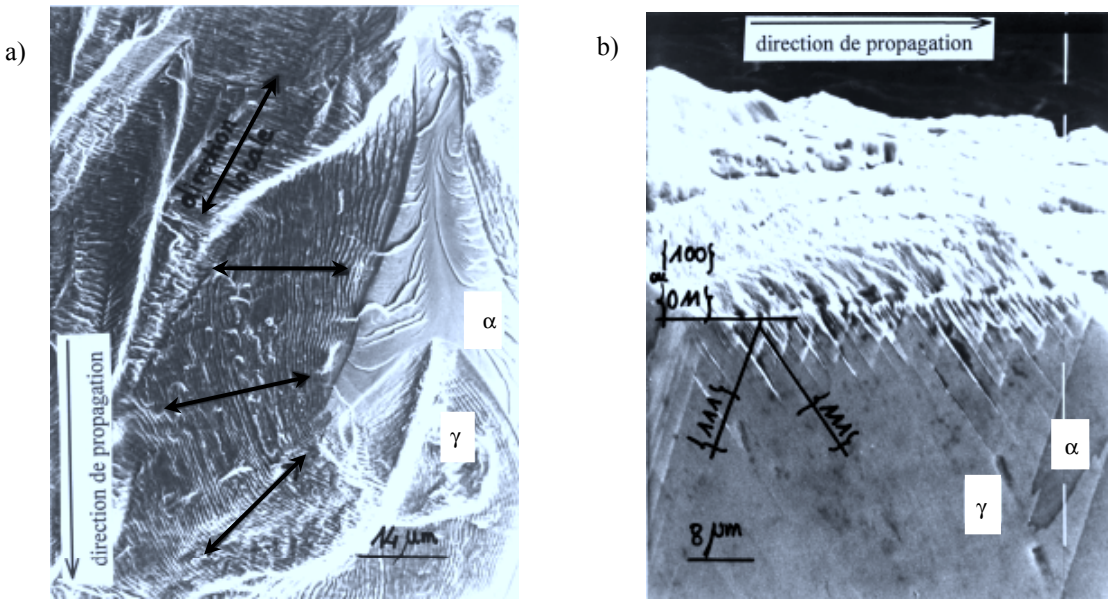


Figure 9.1–20 : Stries de fatigue sur la surface de rupture (a) et traces du cisaillement selon deux systèmes de glissement sur les faces de l'éprouvette (b). Observation en microscopie électronique à balayage – éprouvettes B5C1 et B6C1.

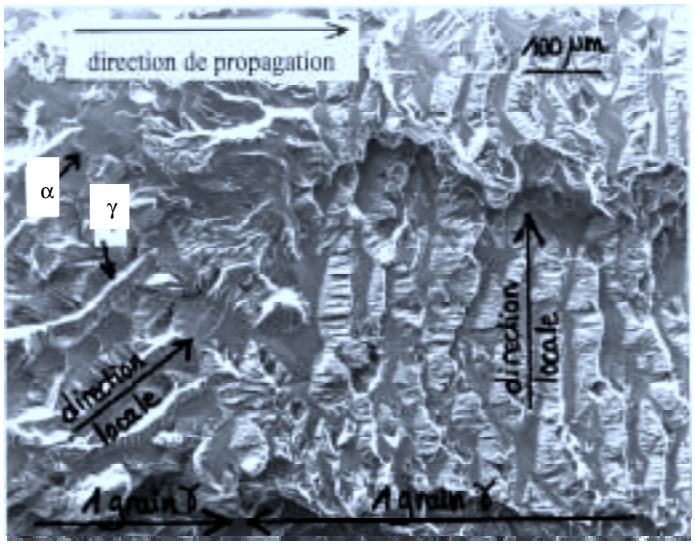


Figure 9.1–21 : Détermination de la direction locale de propagation de fissure à partir du cisaillement dans l'austénite. Le changement de direction locale de propagation correspond à un changement de grain austénitique. Observations en microscopie électronique à balayage – éprouvette B5C1.

De manière générale, le cisaillement de l'austénite est plutôt observé aux faibles ΔK (ΔK < 35 à 40 MPa.√m) alors que les stries sont observées aux plus forts ΔK. Cependant, il est possible de rencontrer des plages striées aux faibles ΔK et des plages cisaillées aux forts ΔK. En effet, l'orientation cristallographique de l'austénite vis-à-vis de la direction de sollicitation joue un grand rôle dans les mécanismes mis en jeu. De plus, comme nous le verrons au paragraphe suivant, la propagation de fissure dans les aciers austéno-ferritiques ne se résume pas en la propagation d'une seule fissure macroscopique. Il n'est pas rare d'observer des fissures secondaires qui se forment à partir de la fissure principale ou plusieurs fissures parallèles qui avancent en même temps. La présence de plusieurs fissures provoque une variation locale du chargement mécanique de la fissure principale, d'où, certainement, un changement local de mécanisme.

➢ ***Ferrite***

Le rapport de charge (R = 0.1 ou R = 0.4) n'a pas d'influence sur les mécanismes de rupture de la ferrite. Seuls le vieillissement et la température d'essai ont des conséquences. Iturgoyen et al. [1997] ont mis en évidence une augmentation de la proportion de ferrite clivée avec l'accroissement de R, ce que nous n'avons pas vérifié de manière quantitative. Il faut cependant mentionner que ces auteurs ont fait varier le rapport de charge en faisant également varier le chargement maximal alors qu'au cours de nos essais, nous avons maintenu ce dernier constant. Par conséquent, Iturgoyen et al. observent une augmentation la proportion de ferrite clivée car, suite à la manière dont ils ont fait varier R, K_{max} augmente ce qui a pour conséquence d'atteindre plus facilement la contrainte critique de clivage. Dans notre cas, la valeur de K_{max} restant identique à R = 0.1 et à R = 0.4, la contrainte de clivage n'a pas pu être atteinte plus facilement à R = 0.4. Les proportions de ferrite clivée doivent donc être identiques, comme cela apparaît sur les faciès.

A l'état vieilli et **à l'ambiante, la ferrite rompt principalement par clivage**. Le clivage se fait selon les plans {100}α. Sur ces plans, il est possible d'observer des rivières ou rattrapages de plans (Figure 9.1–22.a) et également ce qu'on appelle des languettes (Figure 9.1–22.b) correspondant à des traces de macles formées par déformation plastique à la pointe de la fissure. Lorsque l'axe de traction est perpendiculaire au plan de clivage de la ferrite, la surface de rupture est très lisse (clivage plan) mais lorsque l'axe de traction n'est pas perpendiculaire au plan de clivage, la ferrite peut rompre par multiclivage selon plusieurs plans {100}α (Figure 9.1–23). Le multiclivage reste cependant rare.
La ferrite peut également rompre par cisaillement selon ses plans denses {110}α. Le cisaillement prend plusieurs aspects (Figure 9.1–24). Il est également utilisé comme rattrapage de plan entre deux plans de ferrite rompue par clivage (Figure 9.1–25).

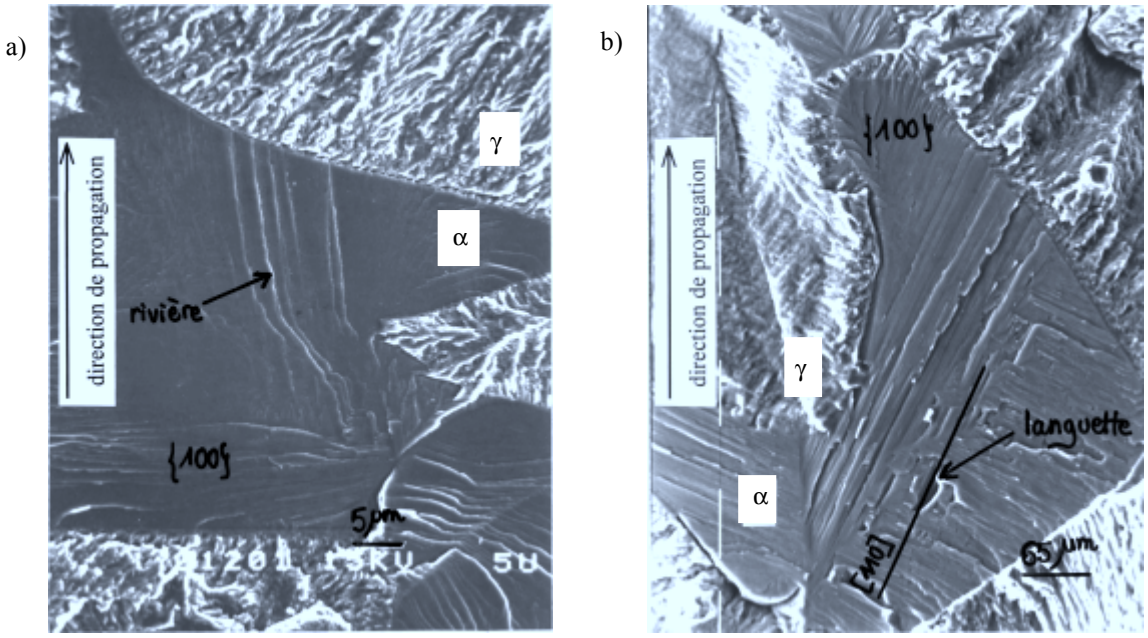


Figure 9.1–22 : Clivage plan dans la ferrite du matériau vieilli testé à l'ambiante. Sur ces plans des rivières (a) ou des languettes (plans de maclage) sont observées (b). Observations par microscopie électronique à balayage – éprouvettes A2 et B5C1.

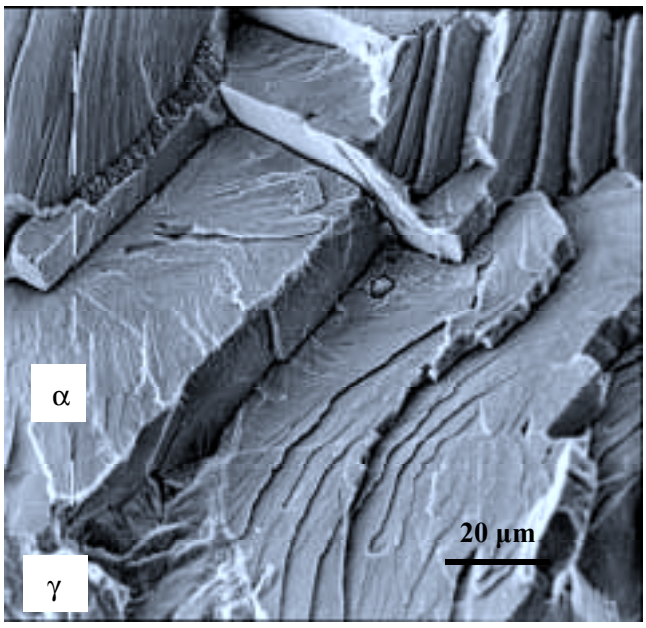


Figure 9.1–23 : Multiclivage dans la ferrite du matériau vieilli testé à l'ambiante. Observations par microscopie électronique à balayage – éprouvette A3C1.

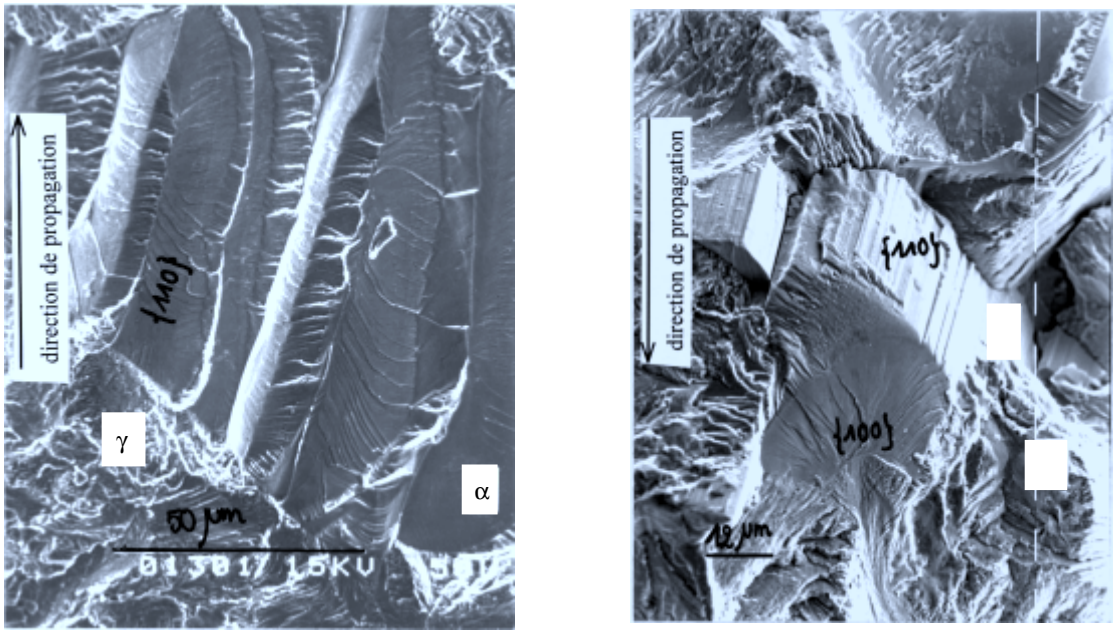


Figure 9.1–24 : Cisaillement dans la ferrite. Observations par microscopie électronique à balayage – éprouvettes A2 et B5C1.

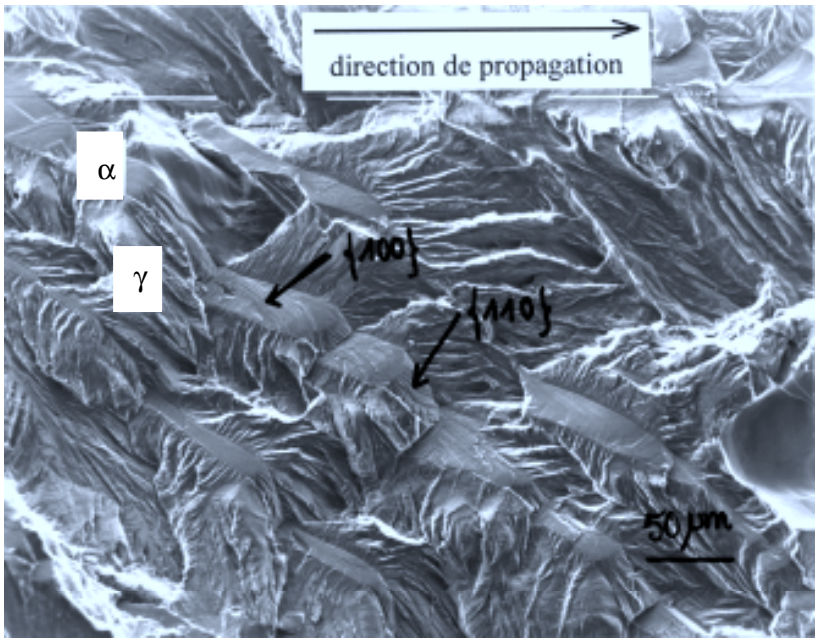


Figure 9.1–25 : Rattrapage de plan par cisaillement entre deux plans de clivage. Observations par microscopie électronique à balayage – éprouvette B5C1.

A l'état vieilli et à 320°C, la phase ferritique rompt principalement par cisaillement (Figure 9.1–26) suite à une augmentation de ductilité. Quelques facettes de clivage, non majoritaires, sont également observées. **Le clivage ne semble apparaître que si la ferrite est vraiment bien orientée pour cliver par rapport à la direction de sollicitation**. En revanche, Marrow et King [1991] ont mis en évidence, en fatigue, sur des matériaux laminés contenant 45% de ferrite, qu'à des températures proches de 320°C, la ferrite vieillie continuait à rompre par clivage et ce, dans les mêmes proportions qu'à l'ambiante, ce qui est surprenant.

Les mécanismes de rupture de la ferrite non vieillie, qu'elle soit à l'état défragilisé ou à l'état initial, testée à l'ambiante ou à 320°C, sont identiques. Il s'agit d'une **rupture ductile**. Il est alors impossible de distinguer la ferrite de l'austénite (Figure 9.1–27). La dissolution sélective de l'austénite par un procédé électrolytique présenté au paragraphe 9.4 a cependant permis de déterminer les mécanismes de rupture de la ferrite à l'ambiante. Aux faibles ΔK, celle-ci rompt par cisaillement (Figure 9.1–28.a) et aux forts ΔK, par stries ductiles (Figure 9.1–28.b).
Les mécanismes de rupture que nous avons observés sont conformes, en ce qui concerne l'influence du vieillissement, à la littérature ([Iacoviello et al., 1999] et [Marrow et King, 1994a]).

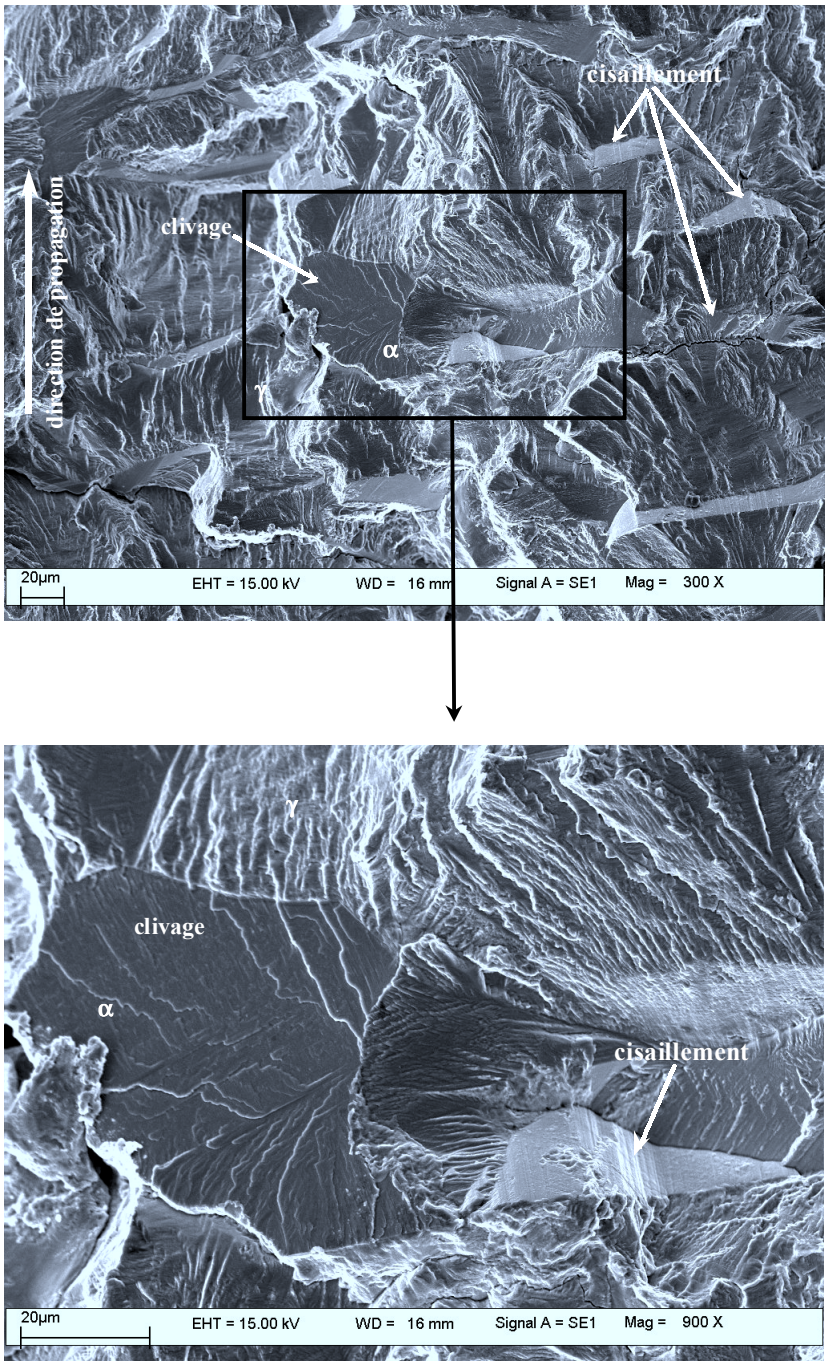


Figure 9.1–26 : Faciès de rupture d'éprouvette CT rompue à 320°C. Clivage et cisaillement de la ferrite. Observations en microscopie électronique à balayage – ***éprouvette 17C1****.*

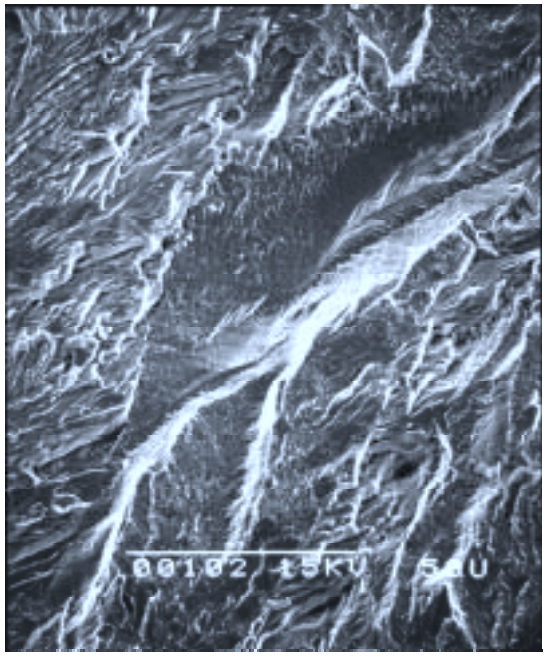


Figure 9.1–27 : Rupture ductile de la ferrite non vieillie. Impossibilité de distinguer la ferrite de l'austénite. Observations en microscopie électronique à balayage – éprouvette B4.

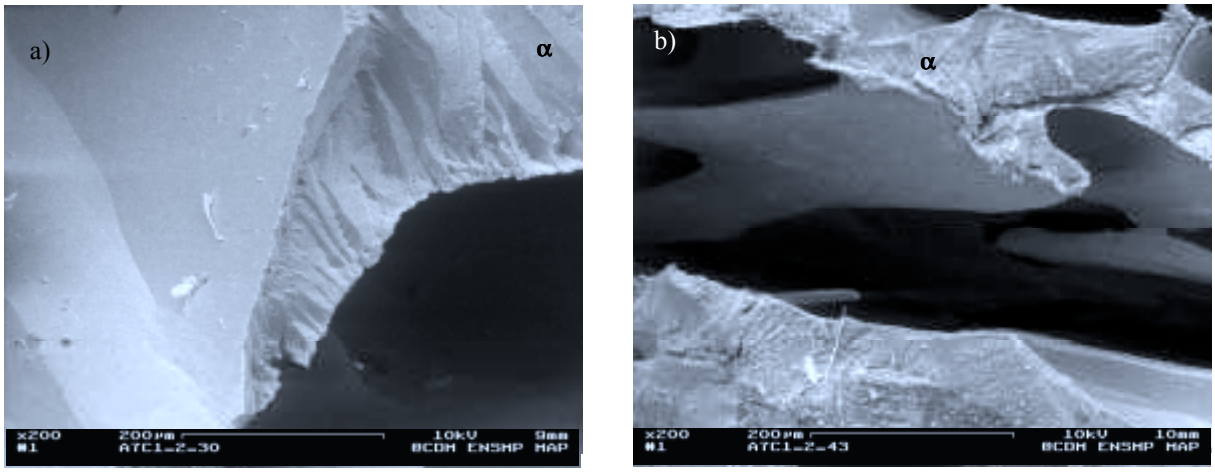


Figure 9.1–28 : Rupture par cisaillement (a) et par stries (b) de la ferrite non vieillie. Observations en microscopie électronique à balayage après dissolution de l'austénite – éprouvette A7C1

- ***Interfaces***

Sur le matériau vieilli, suite à la différence de comportement entre la ferrite et l'austénite, des décohésions sont observées aux interfaces entre les lattes de ferrite et d'austénite (Figure 9.1–6). Cependant, les décohésions ne sont pas un phénomène généralisé à l'ensemble de l'éprouvette. Elles semblent dépendre fortement de l'orientation cristallographique des lattes de ferrite et d'austénite. Ces décohésions correspondent à un arrachement de l'austénite au niveau de l'interface (Figure 9.1–29). Dans le matériau défragilisé, les décohésions aux interfaces n'ont pour ainsi dire pas été observées. En effet, dans ce cas, le comportement de la ferrite est plus proche de celui de l'austénite. Les deux phases sont ductiles.

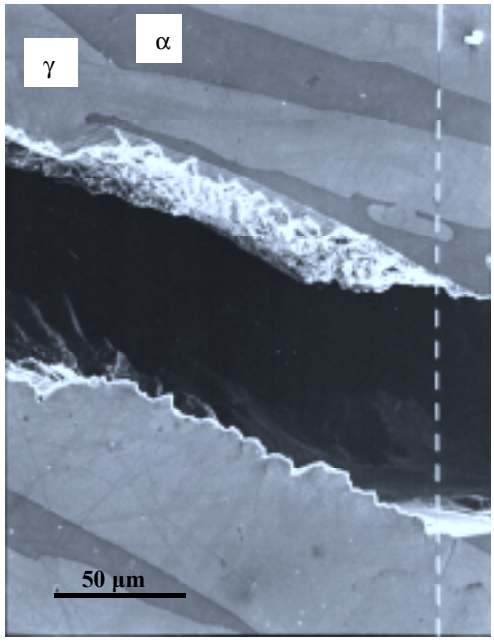


Figure 9.1–29 : Arrachement de l'austénite au niveau de l'interface ferrite / austénite. Observation des faces en microscopie électronique à balayage – éprouvette A1.

***Conclusions** :*

- ***La déformation plastique qui accompagne la propagation de fissure par fatigue reste localisée autour de celle-ci. La zone plastique cyclique atteint en effet au maximum 444 µm pour un matériau non vieilli testé à 20°C et soumis à un ΔK de 55 MPa.$\sqrt{m}$. Cette zone plastique est plus faible dans le matériau vieilli que dans le matériau non vieilli. La déformation est principalement accommodée par glissement plan multiple dans l'austénite du matériau vieilli, alors que les deux phases se déforment, la ferrite se déformant par glissement plan ou sinueux, dans le matériau non vieilli ou testé à 320°C.***

- ***L'endommagement est nul dans le matériau non vieilli et reste faible dans le matériau vieilli. A 320°C, la ferrite s'endommage par cisaillement au niveau des lèvres de la fissure. A l'ambiante, le clivage de la phase ferritique est anecdotique, que ce soit sous la surface de rupture ou en pointe de fissure. Dans ce dernier cas, si des fissures de clivage apparaissent, elles restent confinées dans la zone plastique cyclique.***

- ***Les mécanismes de rupture de l'austénite dépendent de l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes : cisaillement aux faibles ΔK et stries aux forts ΔK. Le chemin complexe de la fissure provoque des modifications locales de l'état de contraintes qui ont pour conséquence de faire apparaître de manière occasionnelle du cisaillement à fort ΔK ou des stries à faibles ΔK.***

La rupture de la ferrite vieillie se fait principalement par clivage à l'ambiante et par cisaillement à 320°C. La ferrite non vieillie rompt de manière identique à 20°C et à 320°C : par cisaillement aux faibles ΔK et par stries aux forts ΔK.

Le rapport de charge R n'influe en revanche aucunement sur les mécanismes de rupture.

9.2. PROPAGATION DE FISSURE A L'ECHELLE MACROSCOPIQUE

Ces matériaux à structure grossière (la taille du grain ferritique vaut 2 à 3 mm en moyenne) présentent un chemin de fissuration complexe. Dans ce paragraphe ainsi que dans le paragraphe 9.3, nous ne nous intéressons qu'aux **essais réalisés à l'ambiante, sous un rapport de charge de 0.1 et sur matériaux vieilli et non vieilli. Pour les matériaux vieillis, trois cas sont étudiés : la propagation en zone équiaxe ainsi qu'en zone basaltique, parallèlement et perpendiculairement aux basaltes.**

9.2.1. Observations sur sections polies et sur faciès de rupture

- **Dans le matériau vieilli** (Figure 9.2–1) **comme dans le matériau non vieilli** (Figure 9.2–2), **la propagation de fissure par fatigue en zone équiaxe est chaotique**. De plus, elle s'accompagne de **nombreuses fissures secondaires**, celles-ci étant d'autant plus nombreuses que le matériau est vieilli. Il en résulte parfois la présence, sur la surface de rupture du matériau vieilli, de ligaments correspondant à des ponts de matière non rompue (Figure 9.2–10). Le faciès de rupture du matériau non vieilli a, quant à lui, une apparence plus homogène due au fait que, dans ce cas, les phases ferritique et austénitique rompent chacune de manière ductile. Iturgoyen et al. [1997] ont à l'inverse remarqué que le chemin de fissuration était moins tortueux dans le matériau vieilli que dans le matériau défragilisé. Le matériau qu'ils ont étudié est en revanche un matériau laminé dont les phases sont fortement texturées, ce qui peut expliquer les différences. Nous verrons en effet au § 9.3 que l'orientation cristallographique des phases joue un rôle important dans la détermination du chemin de propagation.

On notera que, comme l'a déjà mentionné Le Roux [2000], la fissure ne suit pas forcément le plan de symétrie de l'éprouvette CT (Figure 9.2–3).

La propagation parallèlement aux basaltes conduit également à des changements de direction fréquents et à la division de la fissure sur plusieurs plans. La Figure 9.2–4 met en évidence la variation du chemin de fissuration dans l'épaisseur d'une éprouvette. Les faciès de rupture de ces éprouvettes montrent par conséquent de légères différences de niveaux correspondant aux plans de propagation dans chaque basalte. Sur les différentes sections, les mesures des longueurs projetées de fissures permettent d'avoir une idée de l'allure macroscopique du front de fissure (Figure 9.2–5). Celui-ci est courbe. En effet, la zone plastique étant plus grande sur les faces de l'éprouvette qu'à cœur, la fermeture de fissure y est plus grande, ce qui ralentit son avancée.

En revanche, **lorsque la fissure se propage perpendiculairement aux basaltes, la surface de rupture est très plane avec peu de fissures secondaires** (Figure 9.2–6).

Dans des matériaux laminés contenant 45 et 50% de ferrite, Marrow et King [1994.b] et Mateo et al. [1998] ne s'accordent pas sur l'influence de l'orientation des lattes sur le chemin de fissuration. Selon Marrow et King, à chaque joint de phase, la fissure est déviée. En revanche, pour Mateo et al., la fissure ne dévie pas lorsqu'elle se propage perpendiculairement aux lattes, alors qu'elle change souvent de plan lorsqu'elle avance parallèlement à celles-ci. Il s'agit cependant, dans ces cas, de changement de direction au niveau des lattes de ferrite et d'austénite et non pas de changement de

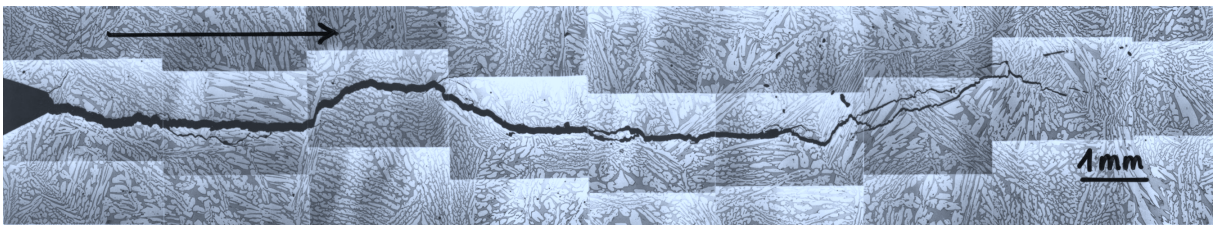


Figure 9.2–1 : Propagation de fissure dans une éprouvette CT prélevée en zone équiaxe du coude n°1 vieilli. Observations sur section polie en microscopie optique – éprouvette A4C1.

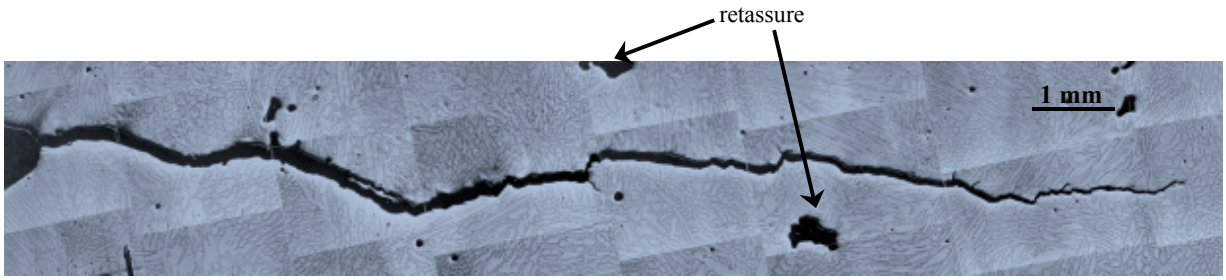


Figure 9.2–2 : Propagation de fissure dans une éprouvette CT prélevée en zone équiaxe du coude n°1 défragilisé. Observations sur section polie en microscopie optique – éprouvette A8C1.

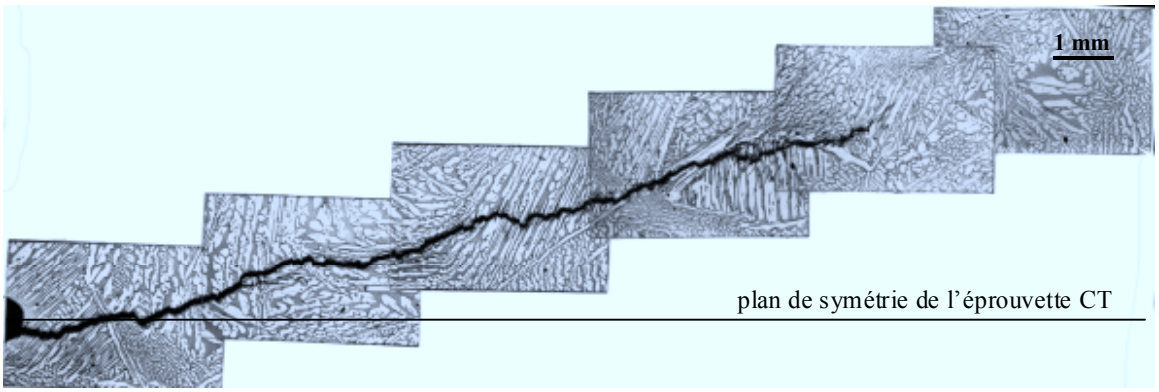


Figure 9.2–3 : Propagation de fissure dans une éprouvette CT prélevée en zone équiaxe du coude EK vieilli. La fissure ne suit pas le plan de symétrie de l'éprouvette CT. Observations sur les faces en microscopie optique – éprouvette A4.

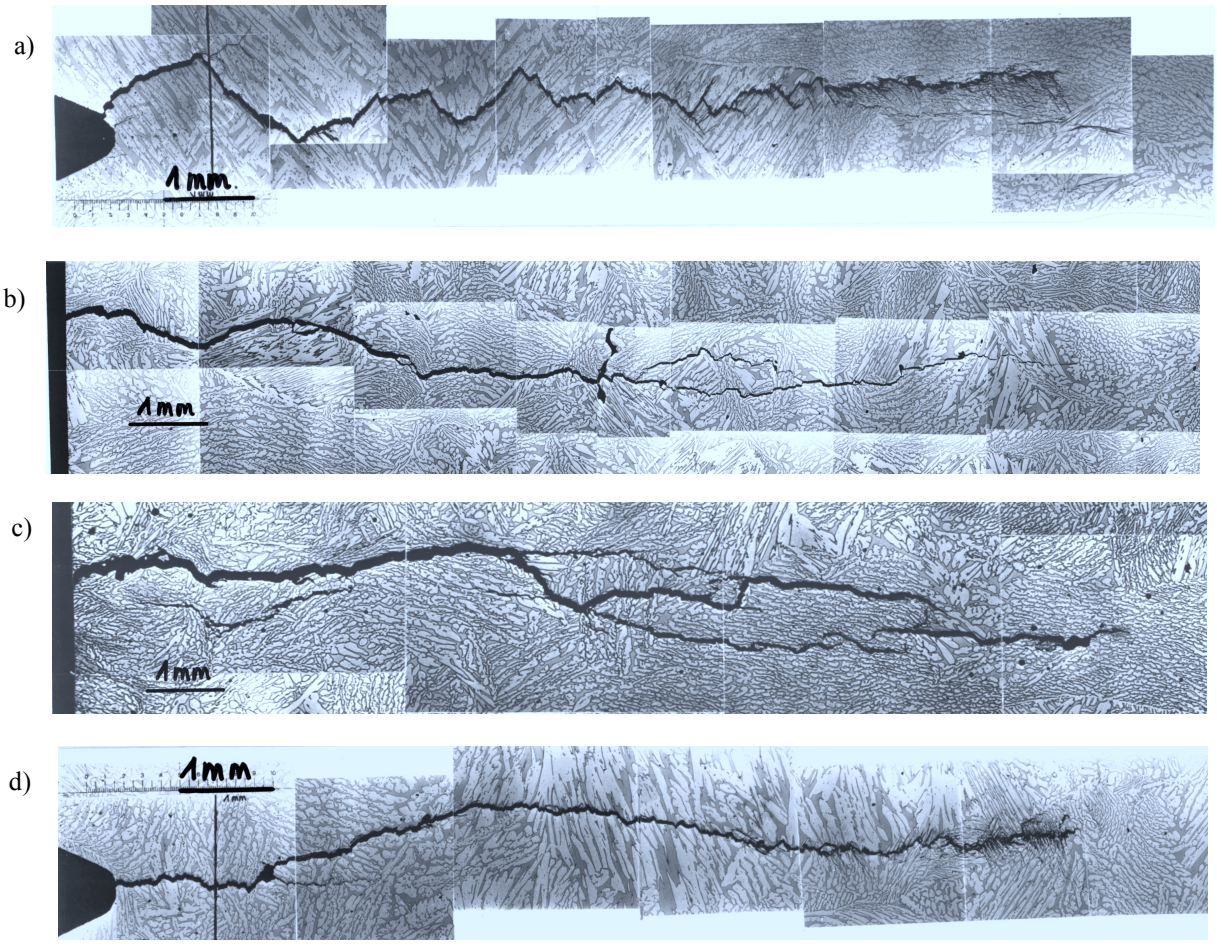


Figure 9.2–4 : Propagation de fissure parallèlement aux basaltes dans le coude n°1 vieilli. Observations sur faces (a et d) et sections polies (b et c) en microscopie optique – éprouvette B6C1.

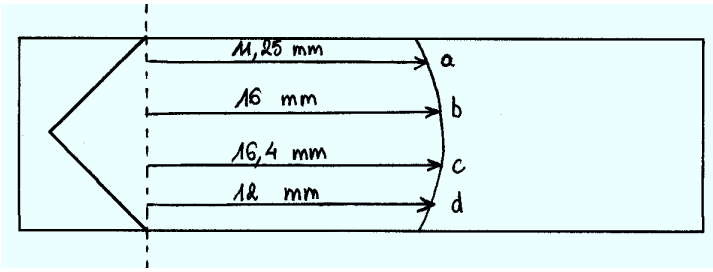


Figure 9.2–5 : Front de fissure de l'éprouvette B6C1.

direction au niveau de grains ferritiques à structure plus complexe. La comparaison avec nos matériaux est donc délicate.

On notera qu'en plus d'être chaotique**, la fissure est tortueuse à l'échelle des lattes d'austénite et de ferrite non vieillie** (Figure 9.2–7).

La présence de retassures (Figure 9.2–2 et Figure 9.2–6) **ne perturbe pas la propagation de fissure** : pas de déviation ni d'amorce de fissure liées à celles-ci. En effet, le volume de matière sollicité au cours de la propagation de fissure par fatigue se réduit à la zone plastique situé en pointe de fissure.

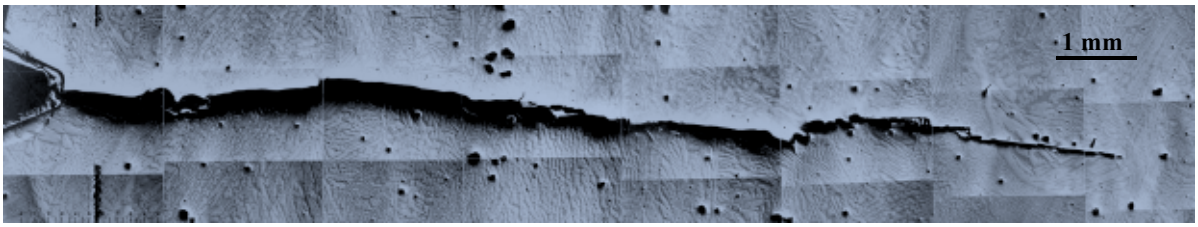


Figure 9.2–6 : Propagation de fissure perpendiculairement aux basaltes dans le coude n°1 vieilli. Observations sur section polie en microscopie optique – éprouvette B8C1.

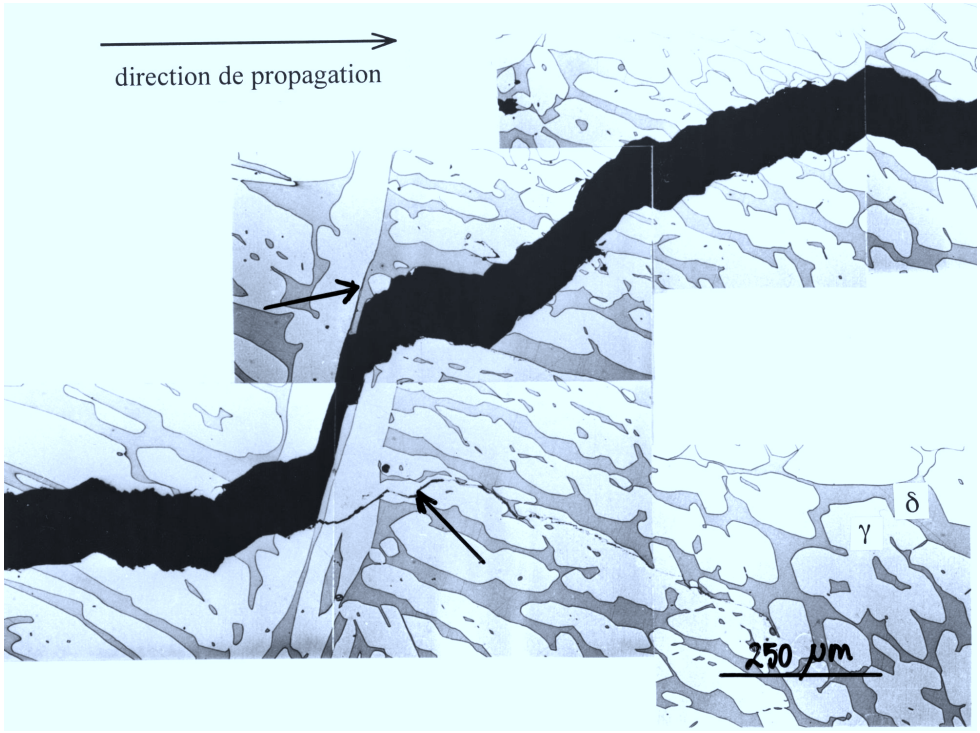


Figure 9.2–7 : Mise en évidence de la tortuosité de la fissure à l'échelle de la latte et apparition de fissures secondaires aux changements de direction macroscopique de la fissure. Observations sur section polie en microscopie optique – éprouvette A4C1.

➢ **Les fissures secondaires sont de trois types :**

- Celles qui bifurquent généralement dans l'austénite à partir de la fissure principale (Figure 9.2–8). Ce type de fissure est observé dans les matériaux vieillis et non vieillis.
- Celles qui apparaissent dans le matériau vieilli aux changements de direction macroscopique de la fissure principale, comme si elles étaient le prolongement de celle-ci (Figure 9.2–7).
- Celles qui se forment en apparence indépendamment de la fissure principale (Figure 9.2–9). Elles peuvent correspondre à une émergence, dans la section observée, de la fissure principale qui se propage, à cœur, selon un autre plan.

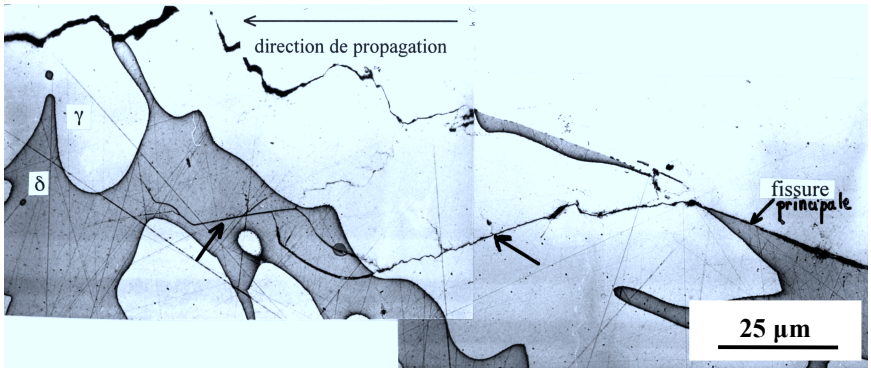


Figure 9.2–8 : Fissure secondaire bifurquant dans l'austénite à partir de la fissure principale. Observations sur section polie en microscopie optique.

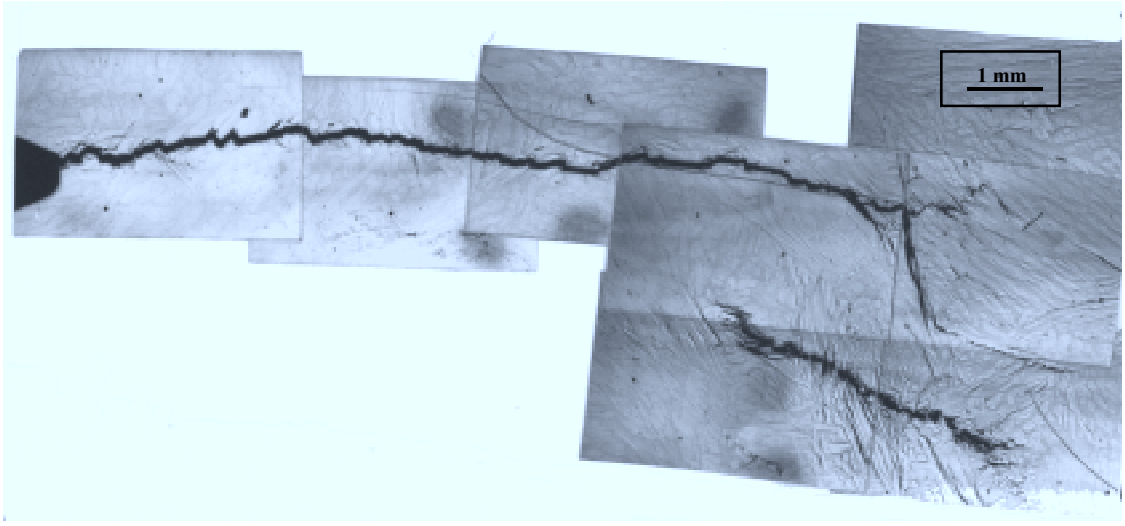


Figure 9.2–9 : Propagation de fissure dans une éprouvette CT prélevée en zone équiaxe du coude EK vieilli. Présence de deux fissures. Observations sur les faces en microscopie optique – éprouvette A2.

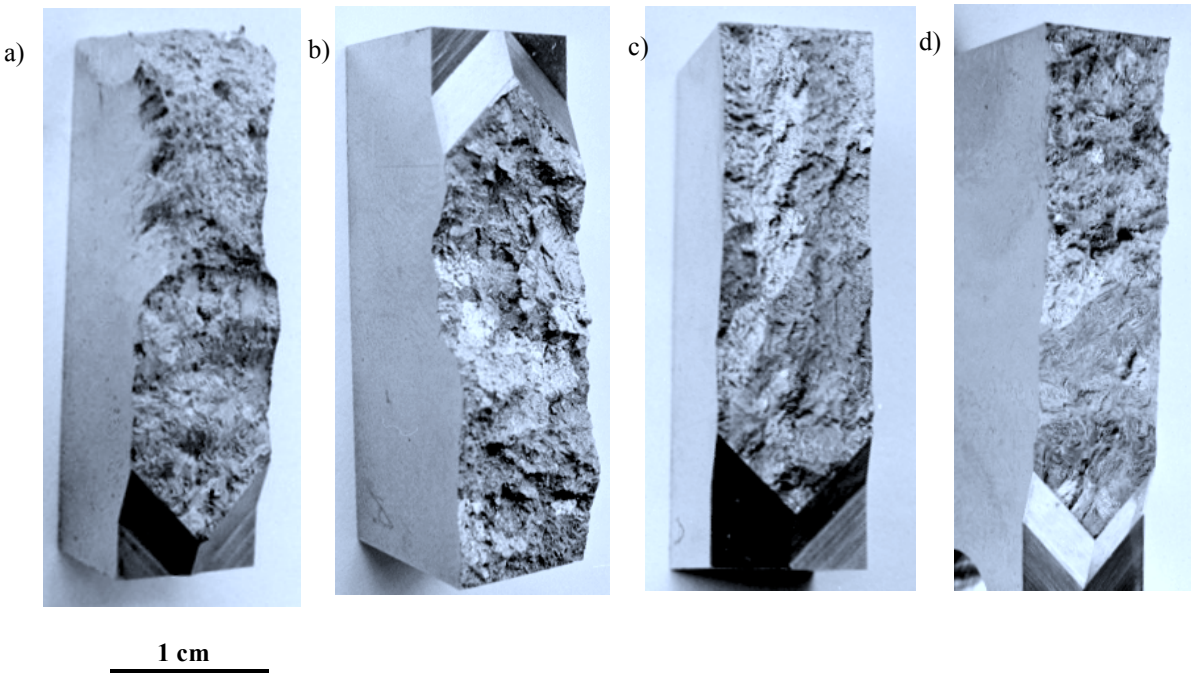


Figure 9.2–10 : Faciès de rupture des éprouvettes CT : a) coude n°1 équiaxe défragilisé, b)coude n°1 équiaxe vieilli, c) coude n°1 basaltique vieilli, d) coude n°1 trans-basaltique vieilli.

9.2.2. Mesures de rugosité

- ***Dispositif expérimental***

Les mesures de rugosité ont été réalisées au Centre de Compétences Industrielles et d'Usinage de SNECMA à l'aide d'un rugosimètre mécanique. L'appareil est équipé d'une pointe conique (angle de 60°) de 3 à 4 µm qui se déplace sur la surface de rupture avec un pas de 5 µm. La résolution verticale est de 3.10^{-3} µm.

La rugosité a été mesurée sur quatre états du matériau selon le vieillissement et la structure de solidification :

- **coude n°1 défragilisé prélevé en zone équiaxe** (éprouvettes B4 et C1),
- **coudes n°1 et EK vieillis prélevés en zone équiaxe** (éprouvettes A1, A4 et A3C1),
- **coude n°1 vieilli prélevé de telle sorte que la fissure se propage parallèlement aux basaltes** (éprouvette B5C1).

Les surfaces de rupture ont été palpées selon 3 lignes perpendiculaires aux faces de l'éprouvette, ces trois lignes correspondant aux amplitudes de facteur d'intensité de contraintes de 25, 32 et 40 $MPa.m^{1/2}$ (Figure 9.2–11). La Figure 9.2–12.a montre un exemple de profil de rugosité. Comme on peut le voir, la présence de ligaments de matière sur la surface de rupture ne facilite pas la mesure. En

effet, les ligaments constituent des variations de hauteur trop brutales pour que le palpeur puisse les mesurer convenablement.

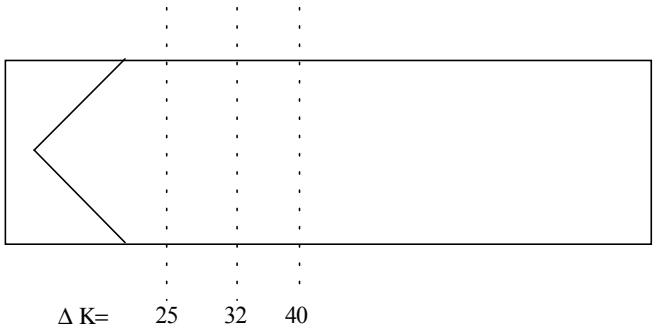


Figure 9.2–11 : Lignes sur lesquelles les profils de rugosité ont été relevés.

- ***Comparaison des profils de rugosité***

Les faciès de rupture étant très tourmentés (Figure 9.2–12.a), se pose le **problème du choix d'échelle de comparaison entre les éprouvettes**. Les critères classiques de rugosité tel que R_a, moyenne arithmétique de toutes les valeurs du profil de rugosité sur la longueur d'évaluation, et R_q, moyenne géométrique de toutes les valeurs du profil de rugosité sur la longueur d'évaluation, ne conviennent pas. Ils sont adaptés à des surfaces relativement planes. Le seul critère de rugosité tenant compte de toutes les échelles de la surface de rupture serait la dimension fractale [Bouchaud et al., 1998]. Nous nous contenterons cependant de remarques générales sur les profils**. La rugosité en elle-même sera évaluée par le rapport longueur totale du profil sur longueur projetée** (c'est-à-dire 10 mm, l'épaisseur de l'éprouvette).

Les surfaces de rupture sont très chaotiques : la différence entre le point haut et le point bas est de l'ordre de 2 mm. **Des « plateaux »,** d'autant plus nets que le matériau est vieilli, d'une largeur de 3 à 4 mm et d'une hauteur de 1 à 2 mm se dégagent. **Ils ont été identifiés, par comparaison avec l'observation des faciès de rupture, comme étant des grains ferritiques**. Les petites dénivelées mises en évidence sur ces plateaux correspondent peut-être à des grains austénitiques (Figure 9.2–12.b).

Les profils de rugosité sont comparés aux Figure 9.2–13 et Figure 9.2–14. Ces comparaisons confirment ce que nous avons observé à l'œil nu sur les faciès de rupture (Figure 9.2–10). **Les surfaces de rupture des matériaux équiaxes vieillis ou défragilisés présentent les mêmes différences de niveau entre le point haut et le point bas** (environ 2 mm**). Le profil du matériau défragilisé reste cependant moins abrupt**. En revanche, la surface de rupture du matériau basaltique est plus lisse que celle des matériaux équiaxes : la différence entre le point haut et le point bas n'est que de 1 mm.

Il y a donc changement du plan de propagation de fissure selon le grain ferritique traversé. En zone équiaxe, les grains étant orientés de manière aléatoire, on constate une grande différence de hauteur en fonction du plan de propagation et donc du grain.

L'évolution du rapport longueur totale / longueur projetée en fonction de l'amplitude du facteur d'intensité de contraintes, du vieillissement et de la structure de solidification du matériau est présentée à la Figure 9.2–15. **La rugosité de la surface de rupture augmente légèrement avec le vieillissement du matériau équiaxe et l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes. En revanche, la rugosité du matériau basaltique est plus faible et n'évolue pas avec le facteur d'intensité des contraintes. Contrairement à l'éprouvette basaltique observée en section, il semblerait qu'il n'y ait pas eu de multifissuration dans cette éprouvette.**
Les mesures de rugosité seront discutées en fonction du niveau de fermeture dans la partie « discussion ».

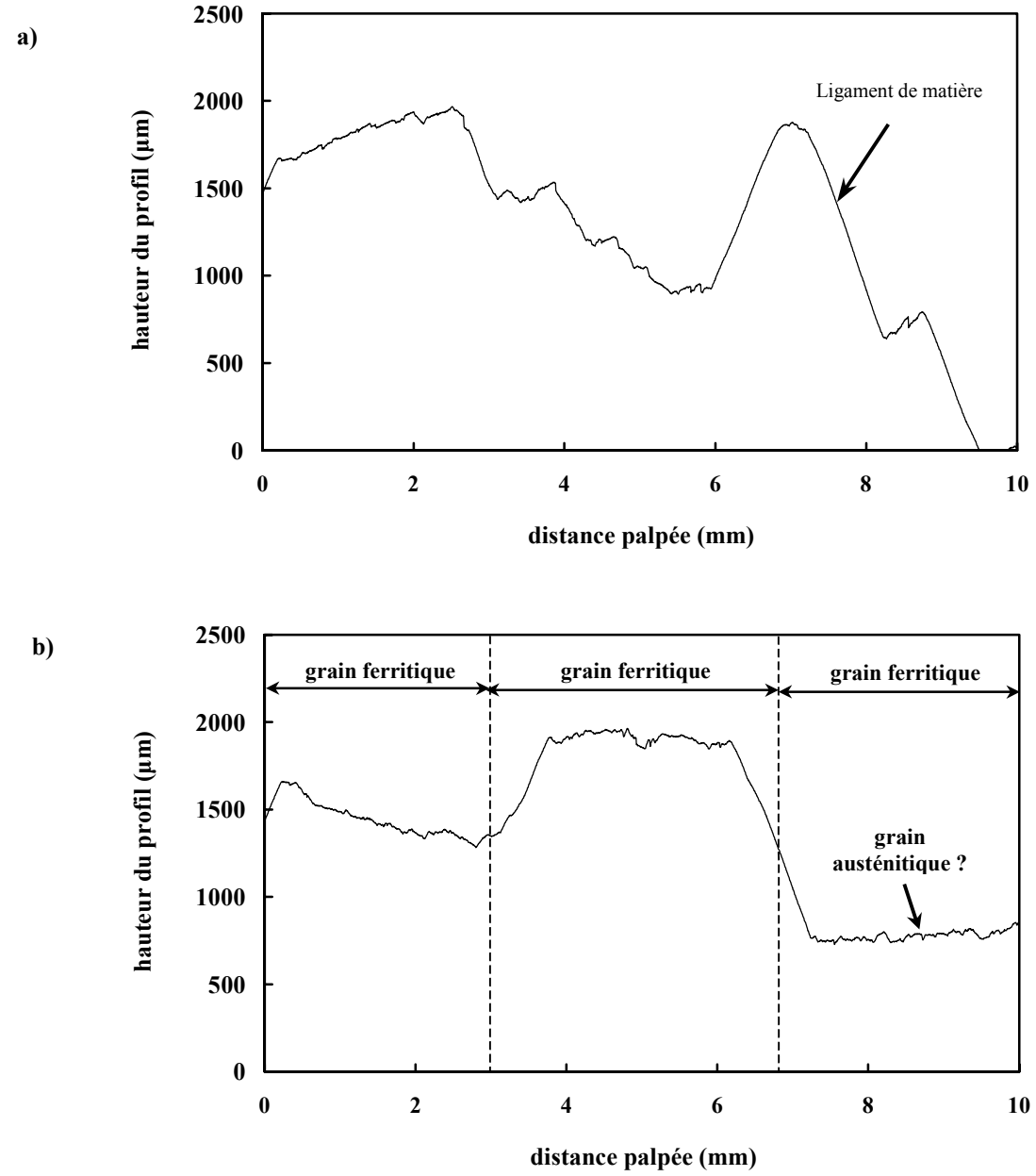


Figure 9.2–12 : a) Exemple de profil de rugosité. Eprouvette A4 - ΔK = 38 MPa.√m. b) Mise en évidence des grains ferritiques sur la surface de rupture. Eprouvette A4 - ΔK = 25 MPa.√m.

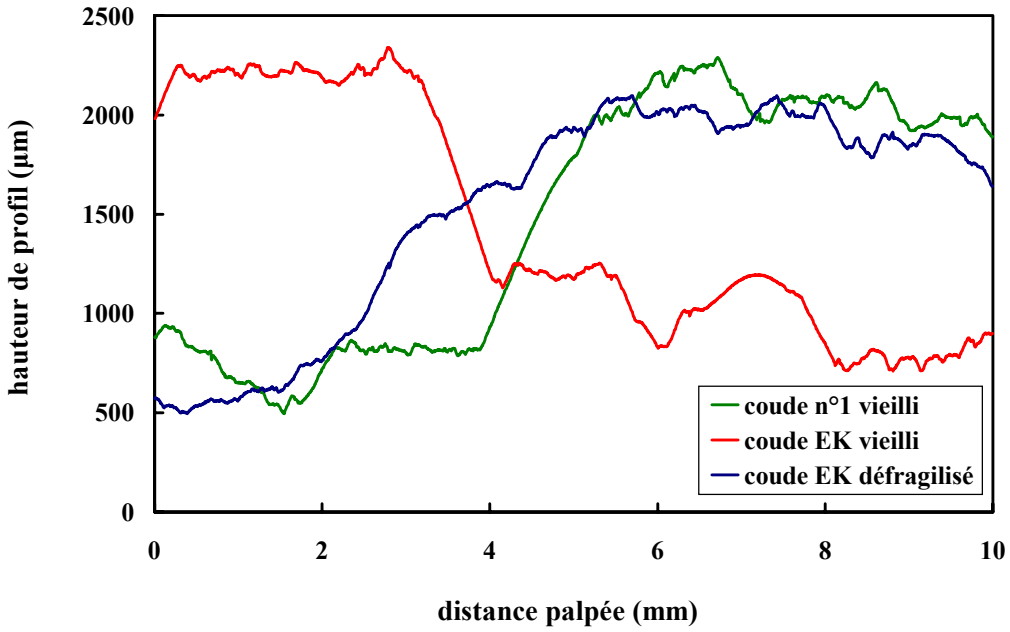


Figure 9.2–13 : Comparaison des profils de rugosité des matériaux vieillis et défragilisé prélevés en zone équiaxe pour ΔK=40 MPa.m$^{1/2}$.

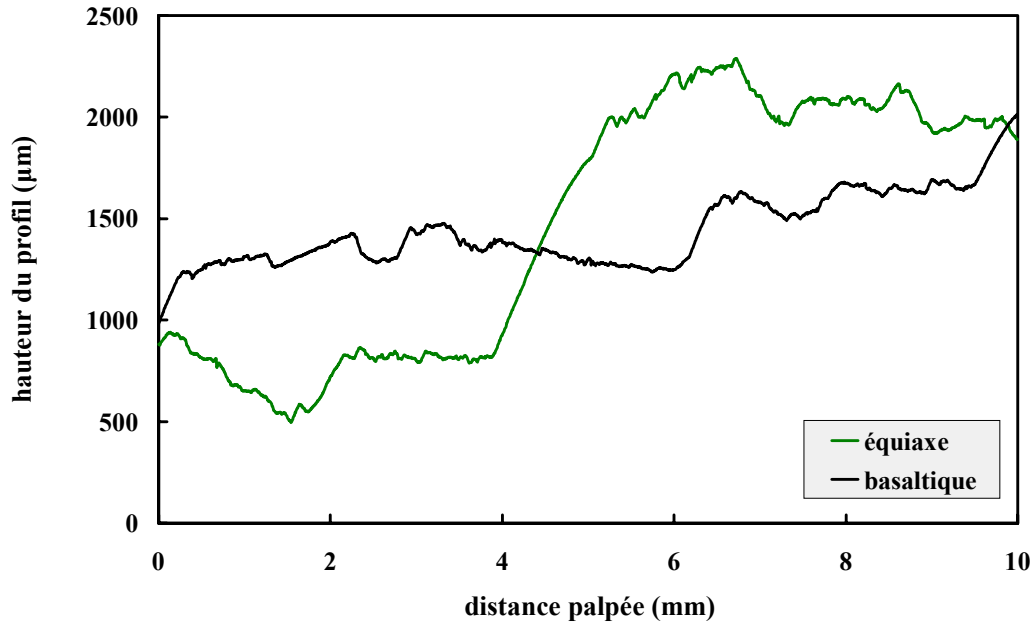


Figure 9.2–14 : Comparaison des profils de rugosité du coude n°1 vieilli basaltique et équiaxe pour un ΔK=40 MPa.m$^{1/2}$.

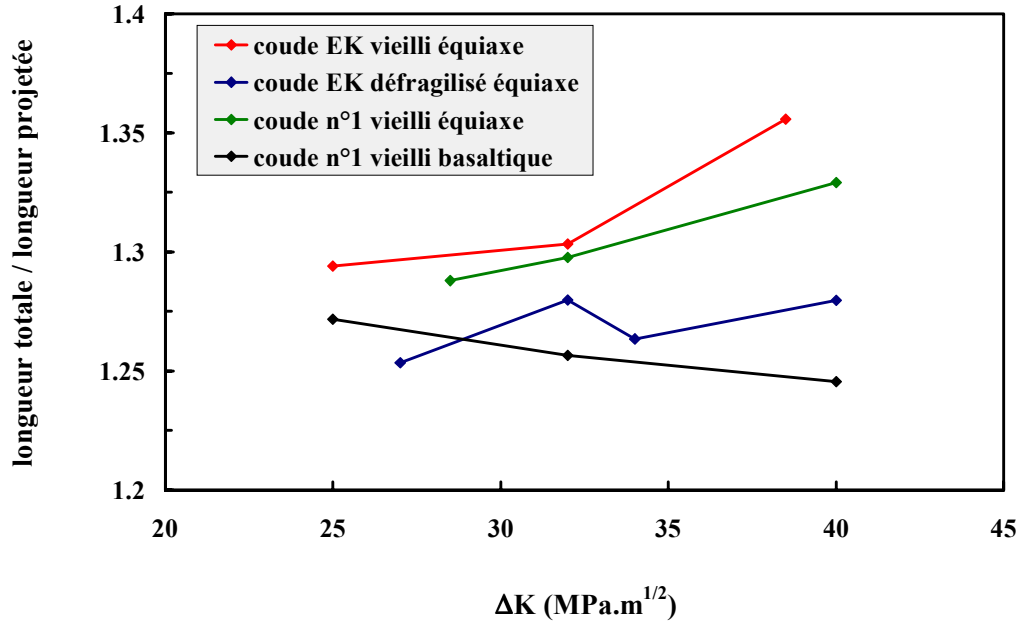


Figure 9.2–15 : Evolution du rapport longueur totale/longueur projetée en fonction du facteur d'intensité de contraintes, du vieillissement et de la structure de solidification du matériau.

9.2.3. Discussion

Il est possible **de s'interroger sur la validité du calcul d'un facteur d'intensité de contraintes en mode I** (ouverture en traction). En effet, la fissure changeant très fréquemment de direction, celle–ci est tout autant soumise à du mode I qu'à du mode II (ouverture en cisaillement). Suresh [1983] a étudié l'influence des changements de direction de fissure sur le calcul du facteur d'intensité de contraintes en mode I. Il a mis au point une méthode de prise en compte de leur influence sur le chargement qui pilote la propagation de fissure et donc sur les vitesses d'avancée. Nous n'avons cependant pas tenu compte de cette méthode de correction car il aurait alors été nécessaire d'étudier en détail le chemin de fissure dans chaque éprouvette et ce, dans toute l'épaisseur de celle-ci. Ce travail est impossible étant donné que le chemin de fissuration dépend de l'orientation de chaque latte de ferrite et d'austénite. Nous calculons donc un facteur d'intensité de contraintes en mode I tout en étant conscient des approximations effectuées.

Il faut de plus ajouter que, même si la fissure était en mode I pur, **le facteur d'intensité de contraintes calculé est un facteur global qui ne rend pas complètement compte du chargement exercé en pointe de fissure**. En effet, la longueur de fissure calculée par suivi électrique correspond à la longueur maximale de la fissure principale. Les fissures secondaires ainsi que les fissures parallèles à la fissure principale ne perturbent pas suffisamment les lignes de champ dans l'éprouvette pour être prises en compte dans la longueur de fissure totale. Exprimé de manière plus simple, la longueur de fissure mesurée par suivi électrique est la longueur maximale de la fissure principale et non pas la somme des longueurs de toutes les fissures présentes dans le volume de l'éprouvette. Le facteur

d'intensité de contraintes correspondant est donc celui de la fissure principale seule. Il est cependant surestimé car il ne tient pas compte des déchargements de la fissure principale liés à la présence de fissures parallèles ou de branchements de la fissure principale.

Enfin, **l'observation du chemin de fissuration à l'échelle macroscopique indique que celui-ci est fortement soumis à l'orientation cristallographique des grains ferritiques par rapport à la direction de sollicitation.** En effet, selon que les grains soient équiaxes ou basaltiques, c'est-à-dire en fonction de l'orientation cristallographique des grains ferritiques, les chemins de fissuration varient. Le rôle de l'orientation des grains austénitiques est moins facile à deviner à partir d'une simple observation des fissures. Une étude plus approfondie du chemin cristallographique de la fissure est donc nécessaire.

Conclusions :

- ***Le chemin macroscopique de la fissure est très perturbé : changements de direction principale fréquents, fissures secondaires, multifissuration. Il en résulte une rugosité non négligeable (2 mm de dénivelée) qui augmente avec le vieillissement et l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes. Ces remarques sont valables pour les matériaux vieilli et défragilisé prélevés en zone équiaxe ou en zone basaltique de telle sorte que la fissure se propage parallèlement aux basaltes. Cependant, lorsque la fissure se propage perpendiculairement aux basaltes, elle est très plane et non branchée.***

- ***Ces remarques nous amènent à considérer le facteur d'intensité de contraintes calculé au chapitre précédent avec plus de prudence. En effet, la fissure n'est pas uniquement sollicitée en mode I et est souvent déchargée par la présence de fissures secondaires.***

De plus, il est indéniable que le chemin de fissuration dépend de l'orientation cristallographique de la ferrite, le rôle de l'austénite étant à confirmer.

9.3. DETERMINATION DU CHEMIN CRISTALLOGRAPHIQUE DE LA FISSURE

L'orientation cristallographique de la ferrite et de l'austénite par rapport à la direction de sollicitation joue un rôle essentiel dans la propagation de fissure par fatigue. Les traces de fissures sont donc étudiées afin de mieux comprendre les mécanismes de propagation. Ces traces ont été analysées par EBSD **sur matériau vieilli et non vieilli. Pour les matériaux vieillis, trois cas ont été considérés : la propagation dans le matériau équiaxe ainsi que parallèlement et perpendiculairement aux basaltes**.

La détermination des plans de fissure par EBSD dans les aciers austéno-ferritiques **a fait l'objet de très peu d'études**. Kim et Marrow [1999] ont mis en évidence la possibilité d'identifier, à partir d'une section polie d'éprouvette de traction, une fissure de clivage dans la ferrite d'un acier duplex laminé. Semprimoschnig et al. [1997] ont, quant à eux, mis au point un outil combinant une technique d'orientation du cristal (l'EBSD) et une technique de reconstruction de la surface en trois dimensions. Cet outil leur permet de déterminer les indices d'un plan de clivage directement sur la surface de rupture d'un acier duplex. N'étant pas en mesure de reproduire cette technique, nous nous sommes contentés d'orienter des traces sur sections polies. En fatigue, les seules études de traces de fissures ont été réalisées sur des alliages de titane ([Christ et al., 2000] par exemple), d'aluminium ([Chen et al., 1999] par exemple) ou de nickel ([Blochwitz et al., 1996] par exemple).

Remarque : Dans la partie qui suit, les vecteurs seront notés en gras.

9.3.1. Méthode de calcul des traces de fissures

La méthode consiste à comparer la trace des fissures observées sur une section polie d'éprouvette à la trace des plans de rupture possibles. Comme mentionné au Tableau 9.1 – 1, la rupture dans la ferrite peut se faire soit par clivage selon les plans {100}, soit par cisaillement selon les plans {110}, {112} ou {123}. Dans l'austénite, la fissure peut correspondre aux plans de cisaillement {111} ou aux plans {100} et {110} résultant du cisaillement alterné selon les plans {111}.

L'EBSD donne accès aux angles d'Euler du cristal, c'est-à-dire aux angles qui permettent de passer du repère macroscopique échantillon (**X, Y, Z**) au repère cristal (**x, y, z**) (Figure 9.3–1). Il est donc possible de déterminer une matrice de passage M permettant de passer du repère échantillon au repère cristal. M est exprimée dans le repère échantillon (plus de détails sont donnés dans l'Annexe 1). Dans le cristal, un plan (h k l) a pour normale le vecteur **n** de coordonnées h, k et l. Ses coordonnées, dans le repère macroscopique, représentées par **N** sont calculées de la manière suivante : $\mathbf{N} = M.\mathbf{n}$.

Dans le repère macroscopique, la trace du plan (h k l) est dirigée par le vecteur **D** qui est perpendiculaire à la fois au vecteur **N** (car **D** appartient au plan (h k l)) et au vecteur **Z** (car **D** appartient au plan de la section polie). Le vecteur **D** est donc défini de la manière suivante : $\mathbf{D} = \mathbf{N} \wedge \mathbf{Z}$.

L'angle que fait la direction **D** avec la direction **X** du repère échantillon est alors comparé à l'angle que fait la trace de fissure avec **X**. Si ces angles sont très proches, alors on considère que la fissure a une forte probabilité de correspondre au plan (h k l).

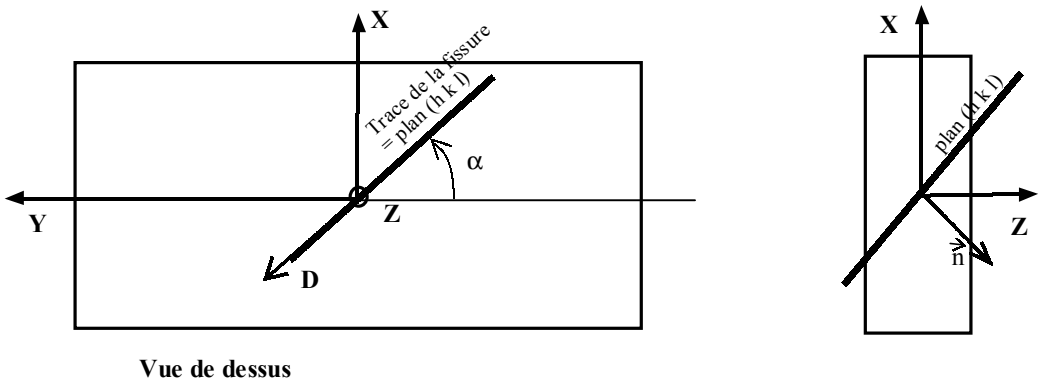


Figure 9.3–1 : Représentation schématique de l'échantillon et de la fissure.

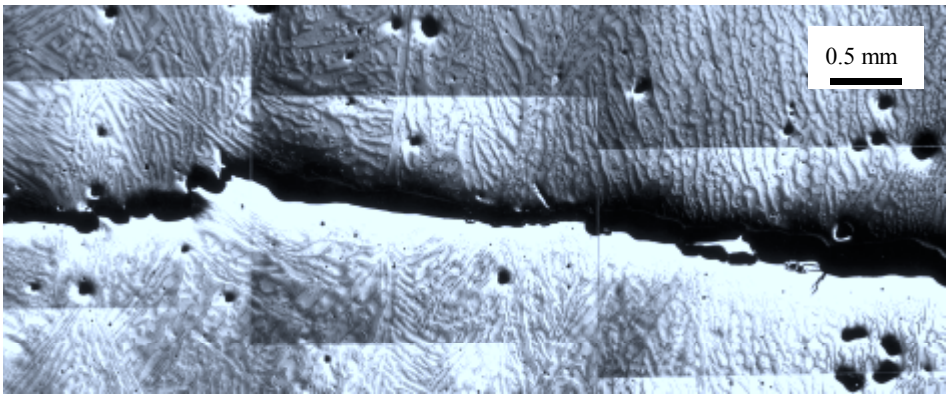


Figure 9.3–2 : Section polie d'éprouvette. Polissage électrolytique.

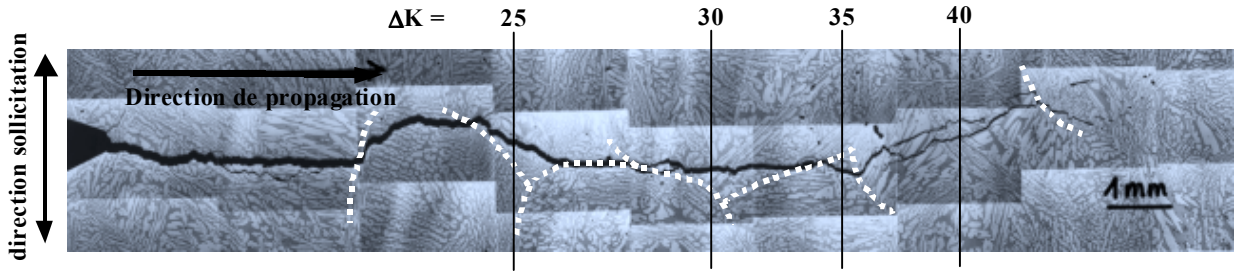


Figure 9.3–3 : Chemin de fissuration au cœur d'une éprouvette prélevée en zone équiaxe du coude n°1 vieilli (A4C1). Les traits pointillés blancs correspondent aux limites des grains ferritiques.

L'EBSD permet d'avoir accès aux angles d'Euler avec une précision de 1°. La mesure de l'angle entre la trace de fissure et **X** se fait sur des cartographies optiques de la fissure. Un trait de trusquin tracé sur l'échantillon permet de s'assurer que son orientation est identique en EBSD et en microscopie optique. La déformation plastique en fin d'essai et le polissage électrolytique nécessaire à la préparation des échantillons d'EBSD laissent la fissure légèrement ouverte avec les bords émoussés (Figure 9.3–2). Il n'est par conséquent pas aisé de déterminer avec précision l'orientation de la trace d'une fissure. L'erreur faite sur la mesure de l'angle entre la trace de fissure et **X** est estimée à 2°. L'erreur maximale tolérée entre les angles (**D**, **X**) et (trace de fissure, **X**) est donc de 5° maximum.
De plus, le chemin de fissuration est tortueux à l'échelle macroscopique mais aussi à l'échelle microscopique, dans les lattes d'austénite. Les lattes de ferrite vieillie sont généralement rompues plus franchement. Leur épaisseur est cependant faible ce qui rend la détermination de la trace incertaine. Par **conséquent les mesures de traces de fissure dans l'austénite ne sont pas réalisées sur la fissure principale.** Ces mesures sont effectuées sur des fissures secondaires qui, étant fermées, sont moins tortueuses et moins émoussées par le polissage électrolytique. **En ce qui concerne la ferrite, seules les fissures les plus longues et les moins émoussées sont prises en compte**. Enfin, les traces de plans macroscopiques ne sont déterminées que sur des portions planes. **Les mesures les plus précises restent néanmoins celles réalisées en pointe de fissure dans la ferrite car dans ce cas les fissures sont rectilignes et fermées.**

Les probabilités de déterminer un plan de clivage ou de cisaillement dans la ferrite dépendent à priori de l'orientation de chaque grain vis-à-vis de la fissure. Cependant, les plans de clivage étant moins nombreux que les plans de cisaillement, la probabilité d'en trouver un est plus faible. Par conséquent, lorsqu'un plan de clivage est identifié, on est quasiment sûr que s'en est un.

9.3.2. Détermination des plans de fissuration

- ***Coude n°1 vieilli équiaxe (éprouvette A4C1)***

La structure équiaxe se caractérise par une **orientation aléatoire des grains ferritiques**. Leurs limites ont été identifiées comme l'indique la Figure 9.3–3. Globalement, la fissure est non linéaire avec de nombreuses fissures secondaires. **Les changements de direction macroscopique correspondent aux changements de grains ferritiques**. Le grain austénitique ne semble en effet pas avoir d'influence sur le changement de direction de propagation (Figure 9.3–4). Le passage d'un grain ferritique à un autre ne se fait pas toujours simplement. Il n'est pas rare de voir apparaître une fissure secondaire dans le prolongement de la première fissure et de l'endommagement dans la ferrite et dans l'austénite (Figure 9.1 - 9). En effet, il est possible qu'un grain ferritique situé dans un autre plan que celui de la section polie impose également à la fissure un autre chemin que le chemin principal observé sur cette section polie.

Pour la fissure A4C1, les plans de rupture de la ferrite n'ont pu être déterminés précisément que dans trois grains ferritiques situés en pointe de fissure, c'est-à-dire ceux que l'on peut voir à la Figure 9.3–4. Dans le grain ferritique rouge, la ferrite rompt clairement par clivage (Figure 9.3–5). L'angle entre la trace de fissure et un plan de la famille {100} est inférieur à 2°. En revanche, dans les grains ferritiques vert et bleu, les plans de rupture s'éloignent de 15 à 20° des plans de clivage. Les traces de fissure sont plutôt proches des plans {123} et {112}. Il faut cependant noter que les lattes de ferrite sur

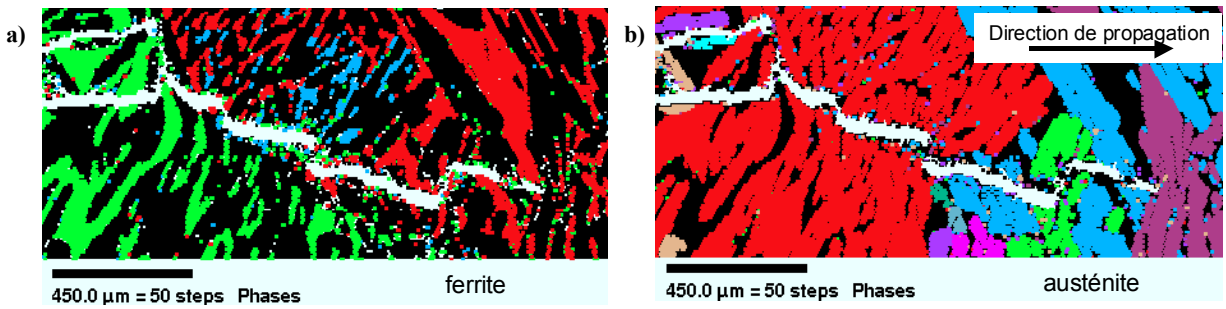


Figure 9.3–4 : Changement de direction macroscopique en pointe de fissure de l'éprouvette A4C1. Cartographie EBSD. La fissure est en blanc. Chaque couleur correspond à une orientation cristallographique de la ferrite (a) et de l'austénite (b).

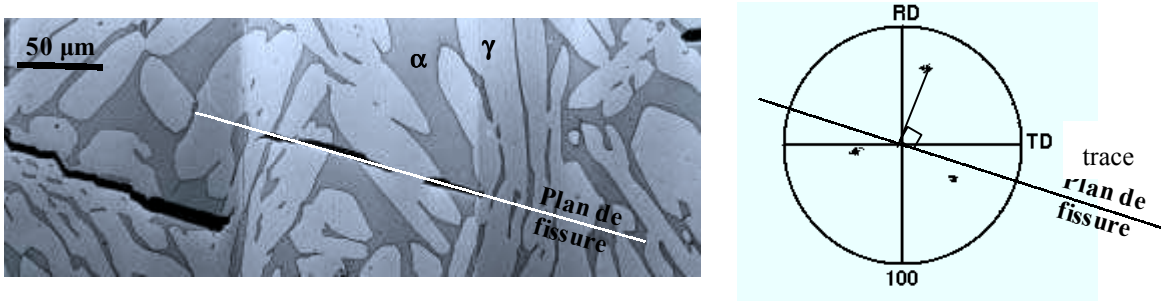


Figure 9.3–5 : Identification d'un plan de clivage en pointe de fissure de l'éprouvette A4C1 : micrographie et figure de pôles {100} du grain ferritique.

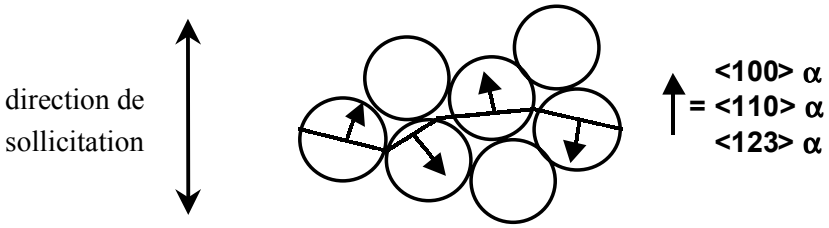


Figure 9.3–6 : Représentation schématique de la propagation de fissure par fatigue en zone équiaxe du matériau vieilli.

lesquelles les traces de fissures sont déterminées sont étroites, ce qui peut entraîner des erreurs d'estimation de trace.

Nous avons comparé les angles que font les traces de plans {100}, {123} et {112} par rapport à la direction de sollicitation. Dans le grain ferritique rouge, la direction de sollicitation est à 85° d'un plan de la famille {100} alors que dans les grains ferritiques vert et bleu, cette même direction se situe à 70° des plans {100}. De même, le grain ferritique rouge est orienté de telle sorte que la direction de sollicitation fasse un angle inférieur à 70° par rapport aux plans de cisaillement {112} et {123}, ce même angle étant compris entre 80 et 85° pour les grains bleu et vert. Par conséquent, même si les mesures réalisées sur les grains ferritiques vert et bleu ne sont pas parfaites, il semblerait que ces deux grains soient moins bien orientés pour cliver que le grain rouge.
Afin de confirmer ces premiers résultats, les mêmes mesures devraient être réalisées dans tous les grains ferritiques présents le long de la fissure.

Pour conclure, le chemin de fissuration dépend de l'orientation des grains ferritiques. C'est pourquoi, en zone équiaxe, les grains étant orientés de manière aléatoire, la fissure change souvent de direction (Figure 9.3–6). **Une étude plus approfondie est nécessaire pour déterminer avec certitude si le plan de fissuration correspond majoritairement à du clivage ou à du cisaillement dans la ferrite. La ferrite étant vieillie, on s'attend tout de même à** trouver des plans de clivage {100}α. L'observation des faciès de rupture permettra de vérifier cette hypothèse. L'orientation de l'austénite, qui n'a pas été discutée ici, joue certainement un rôle non négligeable, non pas sur la direction de propagation en elle-même, mais sur le mécanisme de rupture de la ferrite. En effet, c'est l'austénite qui accommode la plus grande partie de la déformation et qui est donc responsable du niveau de contraintes dans la ferrite.

- ***Coude n°1 vieilli – fissure parallèle aux basaltes (éprouvette B6C1)***

Lorsque la direction de sollicitation est perpendiculaire aux basaltes, **la fissure se propage quasiment dans un seul grain ferritique dans le plan de la section polie**. Ici, dans la zone de préfissuration, deux autres grains ferritiques sont présents (Figure 9.3–7). L'axe de croissance des basaltes correspond à une direction <100>α. **Les grains ne sont donc pas forcément bien orientés pour cliver**. En dehors de la zone de préfissuration, la fissure se propage en « marches d'escalier » (Figure 9.3–8). Ces marches correspondent à du clivage dans la ferrite mis à part à l'endroit où la fissure est double. En effet, à cet endroit, clivage et cisaillement selon les plans {110} et {123} se côtoient.
Lorsque la fissure se propage parallèlement aux basaltes, la fissure apparaît fortement branchée. Deux ou trois fissures peuvent même coexister (Figure 9.2-4). **Cette particularité peut s'expliquer par la présence, dans l'épaisseur de l'éprouvette de plusieurs grains ferritiques ayant des plans de clivage différents et dans lesquels, des fissures se propagent indépendamment** (Figure 9.3–9). Par conséquent, dans les zones où deux fissures se rencontrent, la ferrite, perturbée, rompt plus facilement par cisaillement que par clivage. De plus, la présence de plusieurs fissures parallèles provoque un écrantage. La variation de chargement ralentit la fissure ce qui implique que les vitesses de propagation dans des plans parallèles aux basaltes sont identiques aux vitesses de propagation en zone équiaxe.

Figure 9.3–8

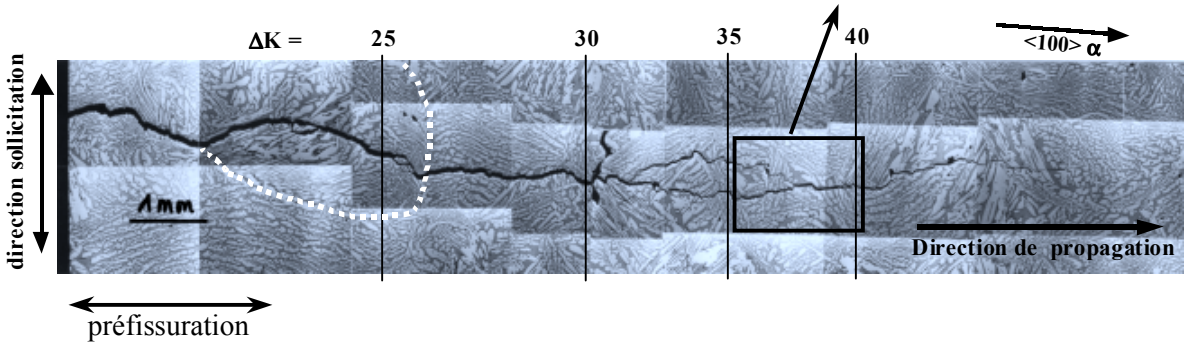


Figure 9.3–7 : Chemin de fissuration au cœur d'une éprouvette prélevée en zone basaltique du coude n°1 vieilli (B6C1). Les basaltes sont parallèles à la fissure. Les traits pointillés blancs correspondent aux limites des grains ferritiques.

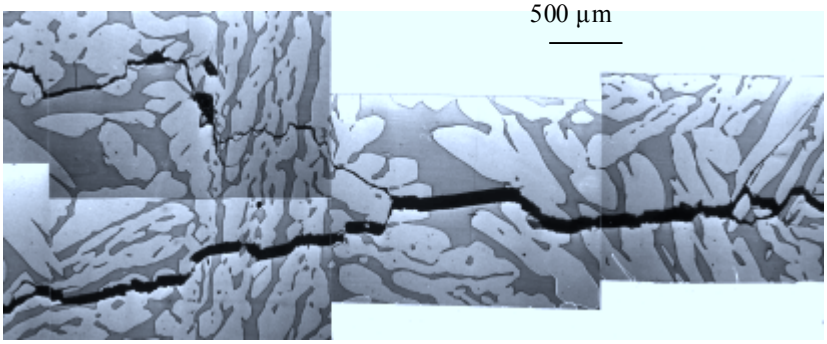


Figure 9.3–8 : Zoom sur une partie du chemin de fissuration au cœur d'une éprouvette prélevée en zone basaltique du coude n°1 vieilli (B6C1)

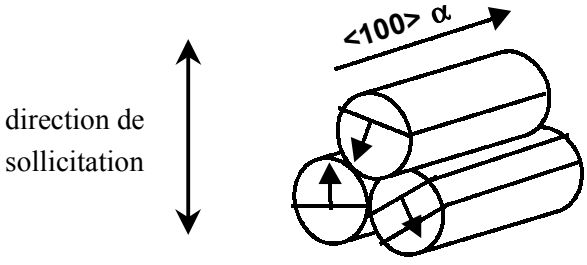


Figure 9.3–9 : Représentation schématique de la propagation de fissure par fatigue parallèlement aux basaltes dans le matériau vieilli.

- ***Coude n°1 vieilli – fissure perpendiculaire aux basaltes (éprouvette B8C1)***

La fissure se propage dans un plan perpendiculaire aux basaltes. **Ceux-ci ont une direction [010] commune autour de laquelle les grains sont libres en rotation** comme le montre la Figure 9.3–10. La fissure est globalement linéaire et non branchée avec très peu de fissures secondaires (Figure 9.3–11). Le plan de fissuration, même dans la zone en « marches d'escalier », est toujours proche des plans de clivage {100}α que se soit à l'échelle du grain ou de la latte. **Etant donnée l'orientation des grains ferritiques, il est aisé pour la fissure de trouver dans chaque grain un plan {100}α perpendiculaire à la direction de sollicitation de l'éprouvette** (Figure 9.3–12), ce qui explique la planéité de la fissure à l'échelle macroscopique et probablement, le fait que dans ces conditions de prélèvement, les vitesses de propagation soient plus élevées. Les facteurs d'intensité des contraintes sont également calculés de manière plus correcte : il n'y a pas de variation de chargement mécanique suite à des fissures secondaires.

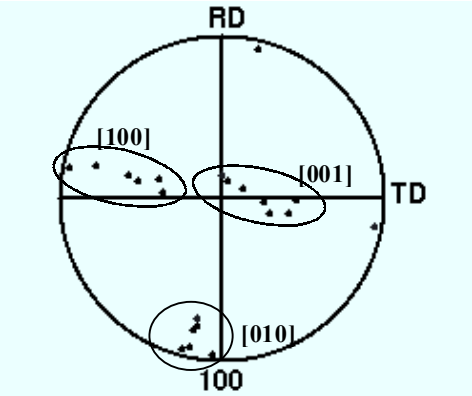


Figure 9.3–10 : Figure de pôles {100} des grains ferritiques présents sur la section polie de l'éprouvette B8C1.

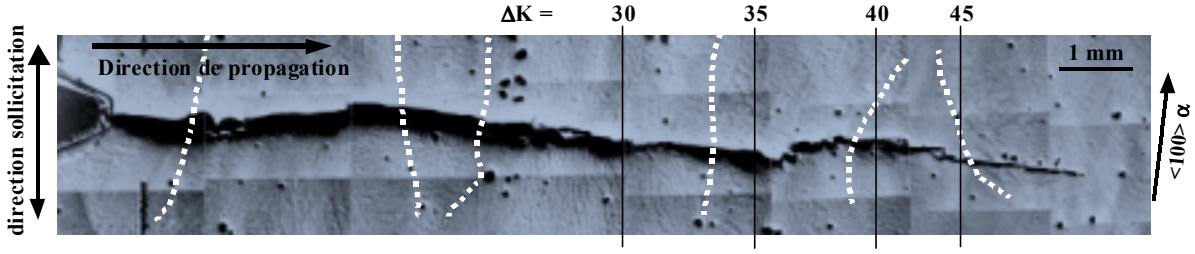


Figure 9.3–11 : Chemin de fissure au cœur d'une éprouvette prélevée en zone basaltique du coude n°1 vieilli (B8C1). Les basaltes sont perpendiculaires à la fissure. Les traits pointillés blancs correspondent aux limites des grains ferritiques.

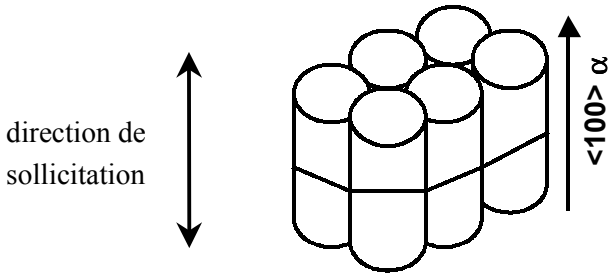


Figure 9.3–12 : Représentation schématique de la propagation de fissure par fatigue parallèlement aux basaltes dans le matériau vieilli.

- ***Fissuration dans l'austénite des matériaux vieillis***

L'identification des traces **se fait sur les fissures secondaires**. Contrairement à la fissure principale, celles-ci ne sont pas ouvertes et n'ont pas les bords émoussés. En revanche, **elles sont tout aussi tortueuses que la fissure principale** comme le montre la Figure 9.3–13.

De manière générale, l'identification des traces de fissure est approximative : la désorientation entre la trace de fissure sur la section polie et les plans cristallographiques de rupture connus est de 6 à 7°. **Les plans identifiés sont les plans {111}γ, {110}γ et {100}γ mais aucune tendance ne se dégage** comme le montre la Figure 9.3–14. Il apparaît clairement que la propagation de fissure dans l'austénite **ne se fait pas selon le mécanisme classique de propagation d'une fissure par fatigue dans un acier de structure cubique à faces centrées**. En effet, à l'échelle de la photo, si nous avions affaire au mécanisme classique de propagation, les plans {111}γ ne devraient pas être identifiés, l'interstrie étant de 0.1 à 0.2 µm.

Il faut cependant rappeler qu'il s'agit d'une fissure secondaire et donc que son chargement est certainement différent de celui de la fissure principale, d'où peut-être un changement de mécanisme de rupture.

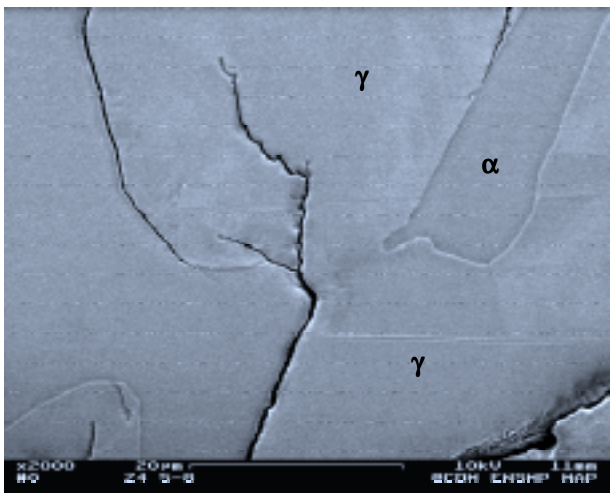


Figure 9.3–13 : Fissure secondaire dans l'austénite (B8C1).

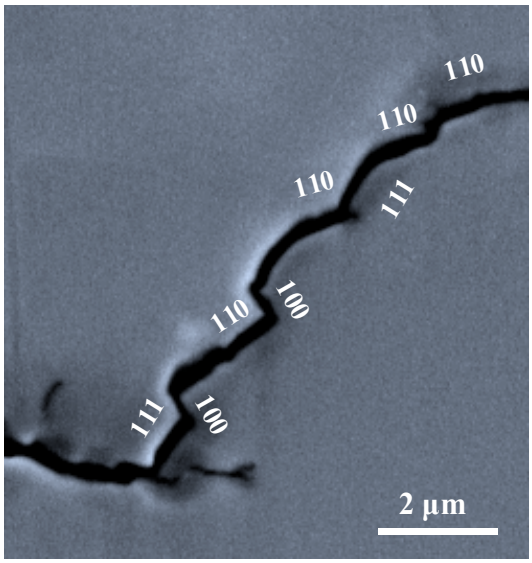


Figure 9.3–14 : Identification des traces de plans sur une portion de fissure secondaire dans l'austénite.

- ***Coude n°1 défragilisé équiaxe (éprouvette A8C1)***

Les traces de fissure n'ont été identifiées que sur matériau testé en **zone équiaxe** (Figure 9.3–15). Dans le cas du matériau non vieilli, **la fissure est encore davantage tortueuse à l'échelle de la latte car les deux phases rompent de manière ductile**. Il n'a donc pas été possible de déterminer le plan de propagation dans une latte. Au niveau macroscopique, la fissure n'est pas plane mais il semblerait qu'elle suive quand même des directions privilégiées. De manière générale, **la fissure est très éloignée des plans de clivage** (25 à 40°) ce qui est rassurant car le matériau non vieilli ne clive pas. **La trace de la fissure est souvent très proche (1 à 2°) de plans {123}α mais également assez proche (2 à 5°) de plans {110}α et {112}α.** Ceci dit, il existe 24 plans {123}α et 12 plans {112}α. Il faudrait donc plus de résultats pour conclure.

Les changements de direction de propagation macroscopique ne correspondent pas forcément aux changements de grains ferritiques. On constate en étudiant chaque changement de direction macroscopique qu'il n'y a changement de direction que lorsque dans le grain voisin, les plans de cisaillement sont fortement désorientés (20°) par rapport au plan de fissuration actif. Etant donné que les plans {123}α sont très nombreux, le changement de direction à chaque changement de grain n'est pas systématique. De plus, la différence de comportement mécanique entre la ferrite et l'austénite n'étant pas très importante dans le cas du matériau non vieilli, la ferrite doit certainement jouer un rôle moins important dans le contrôle de la propagation de fissure que dans les matériaux vieillis.

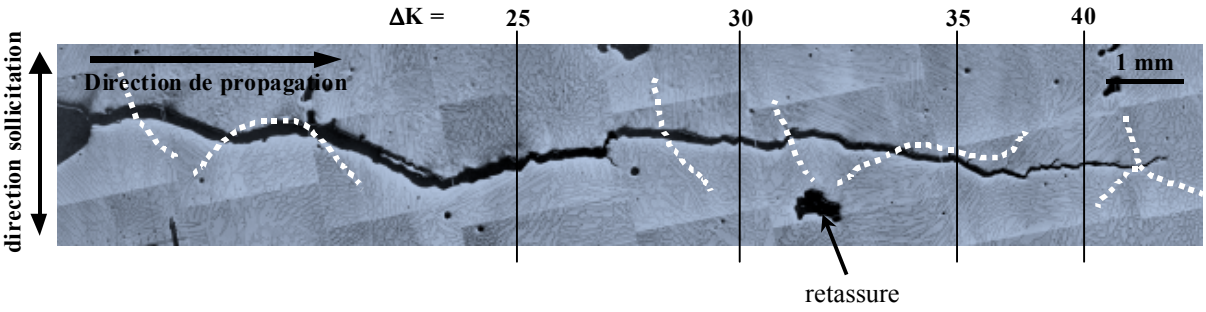


Figure 9.3–15 : Chemin de fissuration au cœur d'une éprouvette prélevée en zone équiaxe du coude n°1 défragilisé (A8C1). Les traits pointillés blancs correspondent aux limites des grains ferritiques.

Conclusions :

- ***L'étude des traces de fissure par EBSD a permis de mettre en évidence que le chemin de fissuration est imposé par l'orientation des grains ferritiques, du moins dans les matériaux vieillis. Localement, du clivage {100}α et du cisaillement {110}, {112}, {123}α sont identifiés dans la phase ferritique. L'orientation de celle-ci par rapport au chargement macroscopique joue un rôle dans le déclenchement de tel ou tel mécanisme. Cependant, il ne faut pas oublier que l'austénite, qui accommode la plupart de la déformation en pointe de fissure, doit également influer sur le mécanisme de rupture de la ferrite. Son rôle n'a cependant pas pu être mis en évidence.***

- ***Dans le matériau défragilisé, les deux phases ont un comportement similaire. Le rôle de la ferrite est donc moins évident, même si le plan macroscopique de la fissure semble correspondre aux plans de cisaillement de la phase ferritique.***

- ***Dans l'austénite, aucune tendance n'a été dégagée. Celle-ci rompt selon les plans {111}, {110} et {100}γ. Le mécanisme de rupture par cisaillement alterné selon les plans {111}γ n'a donc pas été mis en évidence.***

- ***La ferrite jouant un rôle prépondérant dans la direction de propagation de fissure par fatigue, il est possible de s'interroger sur l'existence d'un chemin préférentiel de la fissure entre les deux phases.***

9.4. MESURES DES PROPORTIONS DE FERRITE ET D'AUSTENITE TRAVERSEES PAR LA FISSURE

Sur des éprouvettes de résilience rompues sous chargement monotone, Sanchez et al. [1996] ont montré que la proportion de ferrite présente sur le chemin de fissuration augmente avec le vieillissement du matériau. Ils ont de plus mis en évidence que la proportion de ferrite rompue est légèrement supérieure à celle de leurs matériaux moulés de type CF8M. Leurs résultats sont présentés dans le Tableau 9.4–1.

proportion de ferrite (%)	12	18	22
durée du vieillissement à 400°C (h)	14 800	10 000	9 650
proportion de ferrite sur la surface de rupture (%)	13	23	27

Tableau 9.4–1 : Récapitulatif des caractéristiques (% ferrite et niveau de vieillissement) des matériaux testés par essais de résilience et proportions de ferrite mesurées sur la surface de rupture. [Sanchez et al., 1996].

En propagation de fissure par fatigue, Marrow et King [1991] et [1994a] ont observé sur un matériau laminé vieilli contenant 45% de phase ferritique que la proportion de ferrite clivée croît avec le vieillissement du matériau et l'amplitude du facteur d'intensité de contraintes (Chapitre 3, § 3.7). La proportion maximale de ferrite clivée atteint et ne dépasse pas la proportion de ferrite présente dans le matériau. Dans les matériaux laminés, la ferrite est cependant toujours bien orientée pour cliver vis-à-vis de la direction de sollicitation si, bien sûr, cette dernière est parallèle ou perpendiculaire à la direction de laminage (comme c'est le cas des articles de Marrow et King).
Marrow et King [1994b] ainsi que Nyström et Karlsson [1996] n'ont pas constaté de chemin préférentiel de la fissure entre les deux phases et ce, quelle que soit la direction de sollicitation par rapport à la texture laminée.

Nous avons voulu savoir si, comme Marrow et King, la proportion de ferrite clivée sur la surface de rupture de nos éprouvettes augmente avec l'amplitude du facteur d'intensité de contraintes. Cet accroissement pourrait être responsable de l'augmentation de la pente de la droite de Paris avec le vieillissement du matériau. D'autre part, **il est intéressant de savoir si, dans une structure aussi complexe que les aciers austéno-ferritiques moulés, il existe un chemin de fissuration préférentiel.** En effet, le chemin de fissuration semble imposé, du moins dans les matériaux vieillis, par la phase ferritique.

Dans ce but, deux types de mesures ont été réalisées. **Dans un premier temps, on a déterminé la proportion moyenne de ferrite présente le long de la fissure. Puis ces proportions ont été mesurées sur les surfaces de rupture afin de connaître l'évolution de la part de ferrite rompue en fonction de l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes.**

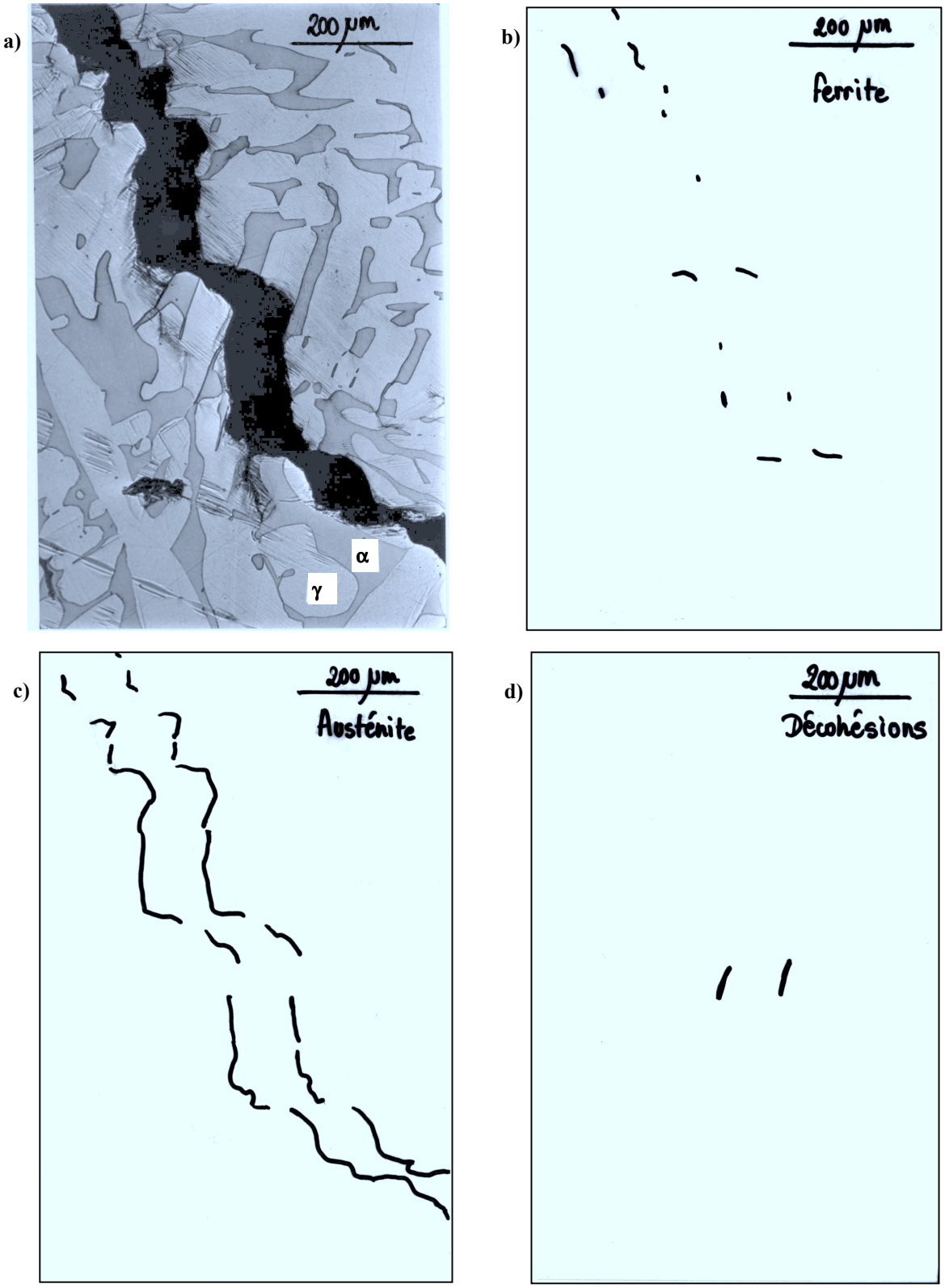


Figure 9.4–1 : Photographie de la fissure prise en microscopie optique (a) et calques correspondants : ferrite (b), austénite (c) et décohésions (d).

9.4.1. Mesures le long de la fissure

A partir des cartographies de fissures effectuées sur sections polies, trois calques sont préparés : un pour chaque phase et un pour les décohésions aux interfaces ferrite / austénite (Figure 9.4–1). L'analyse d'image permet alors de calculer la longueur de l'élément tracé en noir sur le calque. Ces mesures ont été effectuées sur trois éprouvettes correspondant à des vieillissements et à des structures de solidification différentes : le coude EK défragilisé (éprouvette C4) et le coude n°1 vieilli, la fissure se propageant en zone équiaxe (éprouvette A4C1) ou parallèlement aux basaltes (éprouvette B6C1).

Sur l'éprouvette A4C1, trois mesures ont été faites (une sur chaque face et une à cœur) afin d'estimer les dispersions au sein d'une éprouvette. Pour ces trois mesures, la proportion de ferrite varie de 3%, celles d'austénite et de décohésions de 10% (Figure 9.4–2). Si on ne s'intéresse qu'à la proportion de ferrite, on constate une bonne reproductibilité de la mesure sur les différentes sections de l'éprouvette. Les proportions de décohésions dépendent en revanche fortement des orientations relatives de la ferrite et de l'austénite et donc varient en fonction de l'endroit où la mesure est effectuée.

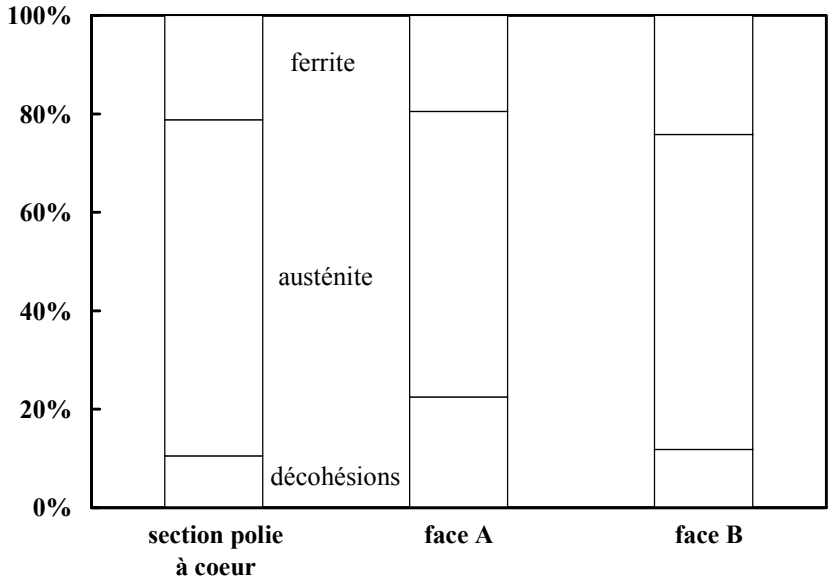


Figure 9.4–2 : Mesures des proportions de ferrite, d'austénite et de décohésions le long de la fissure. Mesures réalisées sur les faces et sur une section d'une éprouvette de coude n°1 vieilli (éprouvette A4C1).

Au vu de la dispersion expérimentale, la proportion de ferrite traversée par la fissure est la même dans les trois états du matériau (Figure 9.4–3) : elle ne varie donc ni en fonction du vieillissement, ni en fonction de la structure de solidification. Par contre, la proportion de décohésions chute lorsque le matériau n'est pas vieilli. Ceci peut être lié comme nous l'avons mentionné précédemment aux orientations relatives de la ferrite et de l'austénite. Cependant, il faut rappeler que les décohésions correspondent à un arrachement de l'austénite à l'interface

ferrite / austénite. Il semblerait donc logique que leur proportion diminue lorsque la différence de dureté entre les deux phases s'estompe.
Les proportions mesurées le long de la fissure ont été comparées à celles que l'on peut mesurer le long d'une ligne tracée de manière aléatoire sur la surface de la section polie. Il apparaît que les proportions de ferrite mesurées le long de cette ligne aléatoire sont identiques à celles mesurées le long de la fissure. **Il n'y a donc pas de chemin préférentiel de la fissure entre ferrite et austénite au cours de la propagation de fissure par fatigue**.

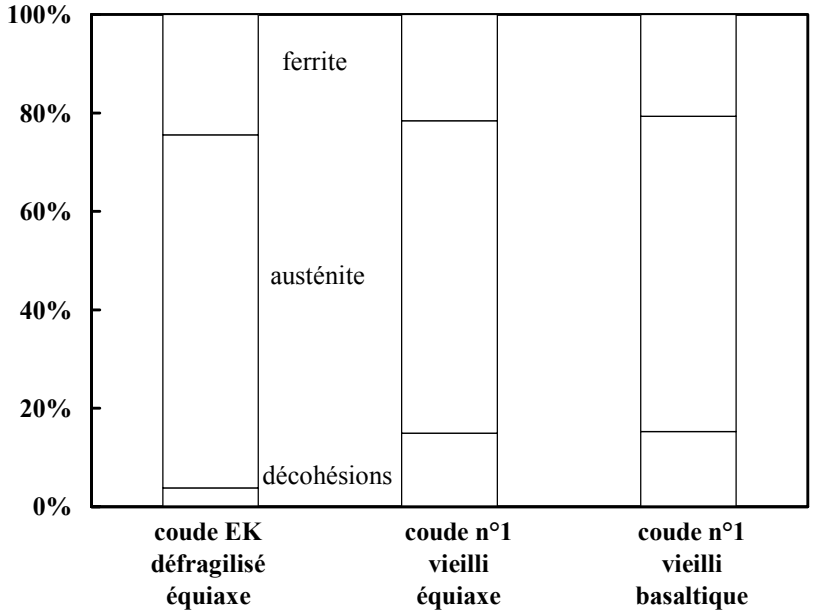


Figure 9.4–3 : Proportions de ferrite, d'austénite et de décohésions traversées par la fissure sur des sections d'éprouvettes. Comparaison en fonction du vieillissement et de la structure de solidification du matériau.

9.4.2. Mesures sur les surfaces de rupture

La mesure de la proportion de ferrite présente sur la surface de rupture des éprouvettes fournit des renseignements complémentaires par rapport à la mesure de la proportion de ferrite présente le long de la fissure sur section polie. La mesure sur surface de rupture permet d'estimer l'évolution de la proportion de ferrite rompue avec le facteur d'intensité des contraintes alors que la mesure sur section polie donne une proportion moyenne de ferrite le long de la fissure.

- ***Mise en œuvre expérimentale***

Des cartographies de 400×600 µm^2 sont réalisées sous microscopie électronique à balayage (MEB) sur les faciès de rupture des éprouvettes CT à un grossissement de 1 000. Les zones sélectionnées, de taille inférieure ou égale à celle du grain ferritique, correspondent à différentes

valeurs de l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes : 30, 35, 40, 45 MPa.√m. Sur chaque zone, les plages de ferrite sont délimitées et leur proportion mesurée par la méthode de la pesée comparative.

Sur une première éprouvette, les variations de proportions de ferrite d'un grain ferritique à un autre sont estimées par deux mesures réalisées à 3 mm des bords de la CT (Figure 9.4–4). L'éprouvette choisie est telle que la dispersion d'une zone à l'autre soit maximale. Il s'agit d'une éprouvette prélevée en zone équiaxe (grains orientés de manière aléatoire) du coude n°1 vieilli. D'un grain ferritique à l'autre, pour un même ΔK, la proportion de ferrite mesurée peut varier de ±5% (Figure 9.4–5). Cette dispersion est grande par rapport à la proportion moyenne de ferrite présente sur la surface de rupture puisque celle-ci vaut 20%. Cependant, la méthode de mesure étant longue (une cartographie est un assemblage de 25 photographies), nous avons choisi de ne faire qu'une seule mesure au centre de l'éprouvette (Figure 9.4–6).

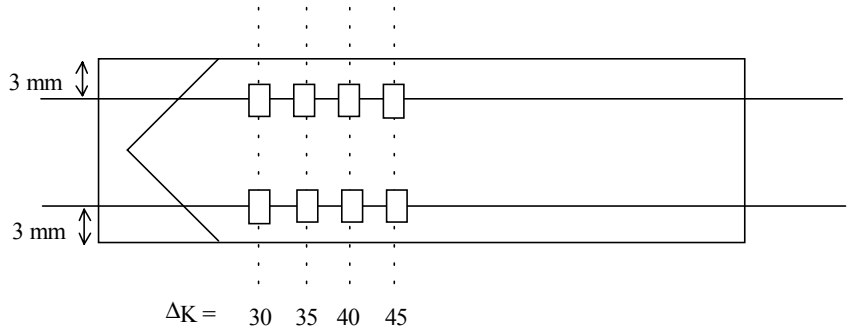


Figure 9.4–4 : Zones cartographiées en MEB afin d'estimer les variations de proportions de ferrite d'un grain ferritique à un autre.

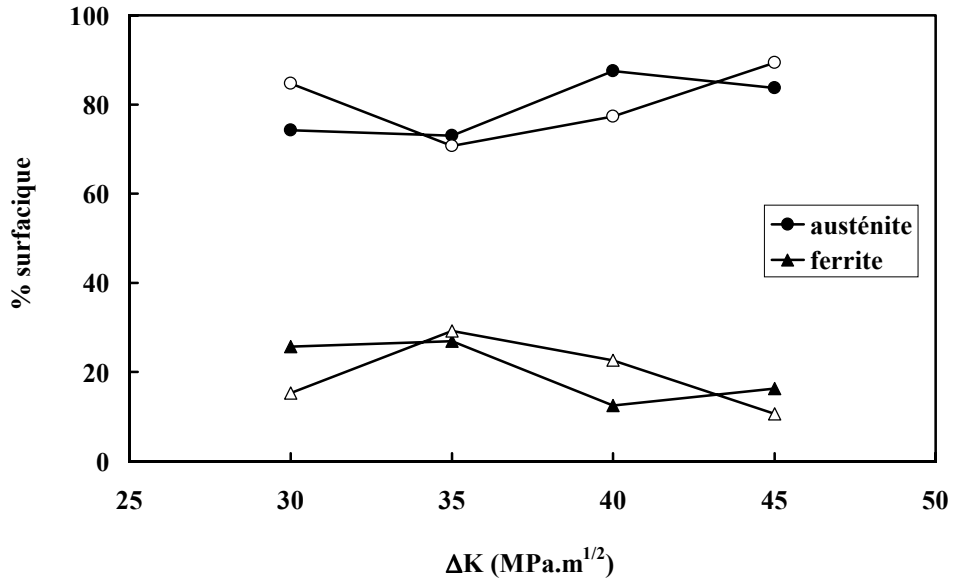


Figure 9.4–5 : Variations des proportions de ferrite et d'austénite mesurées entre les deux côtés d'une éprouvette de coude n°1 équiaxe vieilli.

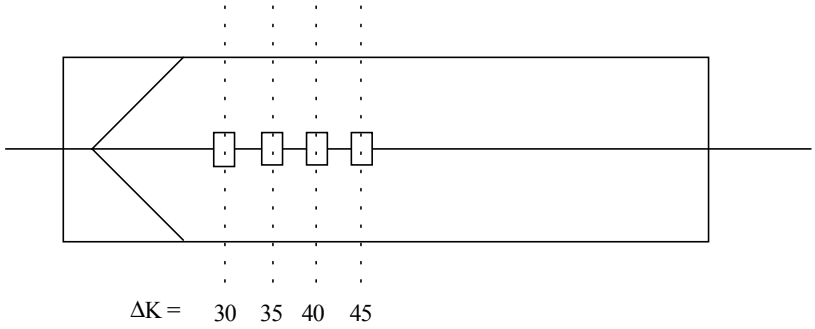


Figure 9.4–6 : Zones cartographiées pour chaque éprouvette en MEB.

Les mesures réalisées sur les faciès de rupture sont ensuite comparées à des mesures réalisées dans les mêmes conditions (cartographies de 400×600 µm^2 à un grossissement $\times$ 1 000 et mesures par la méthode de la pesée) sur les faces de éprouvettes CT.

Les mesures ont été effectuées sur **les coudes EK et n°1 vieillis et défragilisés** (éprouvettes A1, C1, A3C1 et A7C1). Pour les matériaux vieillis, le mécanisme de rupture de la ferrite qui est fragile se distingue facilement de celui de l'austénite qui est ductile. En revanche, **pour les matériaux défragilisés, ferrite et austénite rompent de manière ductile, ce qui ne permet pas de reconnaître les phases. Dans ce dernier cas, il a été nécessaire de dissoudre électrolytiquement l'austénite.**
La proportion de ferrite mesurée sur la surface de rupture des matériaux vieillis correspond donc à la proportion de ferrite rompue par clivage (le cisaillement n'est jamais pris en compte) alors que pour les matériaux défragilisés, c'est toute la ferrite rompue qui est quantifiée.

En s'inspirant de la thèse de Bathily [1974], les conditions électrochimiques de séparation des phases ont été déterminées par l'établissement de la courbe intensité-potentiel d'un système de trois électrodes placées dans un électrolyte. Le montage est représenté à la Figure 9.4–7. Pour cela, un potentiostat capable d'appliquer une tension stable entre l'échantillon et une électrode de référence au calomel saturé a été utilisé. La tension est augmentée avec une vitesse lente de 0.5 V/h. Cette vitesse place le système dans des conditions quasi-stationnaires de manière à ce que la courbe intensité-potentiel soit indépendante de la vitesse de variation du potentiel. L'intensité correspondant à chaque tension est mesurée grâce à un ampèremètre placé dans le circuit de la contre-électrode en platine. L'électrolyte utilisé contient une solution sulfurique à 3.6 N mélangée à 10^{-1} M de thioxyanate. L'ensemble du système est placé à la température ambiante.
La courbe intensité-potentiel est présentée à la Figure 9.4–8. Les conditions de dissolution de l'austénite correspondent à l'application d'une tension de –200 mV pendant à peu près 2 heures. Sur toute la surface de l'échantillon plongée dans la solution, l'austénite a été dissoute sur une profondeur de 800 µm environ (Figure 9.4–9). L'échantillon présenté à la Figure 9.4–9 avait été placé trois jours dans la solution. Au delà des 800 µm, la réaction ne semble plus se faire, peut-être suite à l'épuisement de la solution en ions et à la difficulté de celle-ci à s'infiltrer en profondeur. La dissolution de

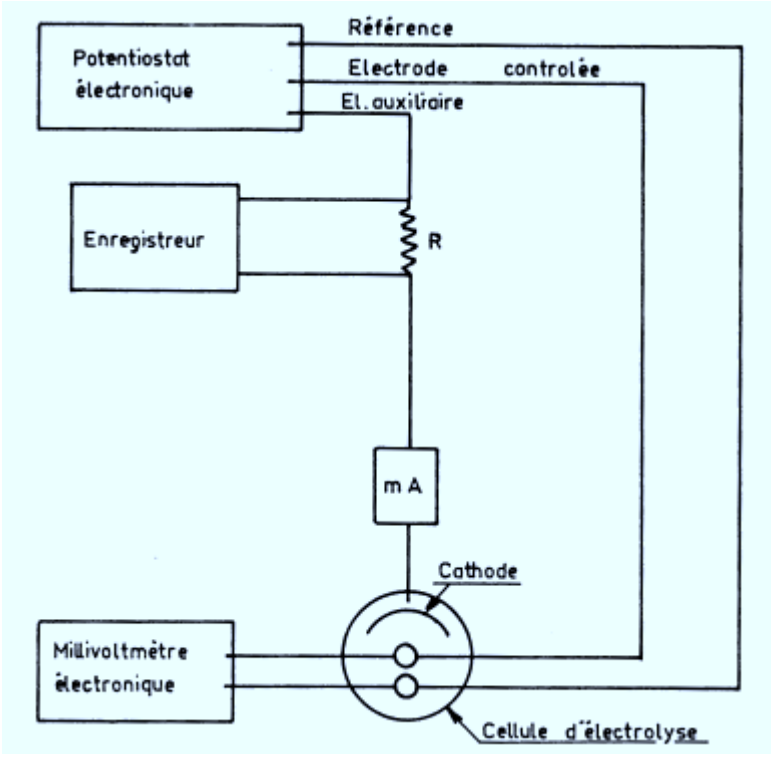


Figure 9.4–7 : Montage potentiostatique [Bathily, 1974].

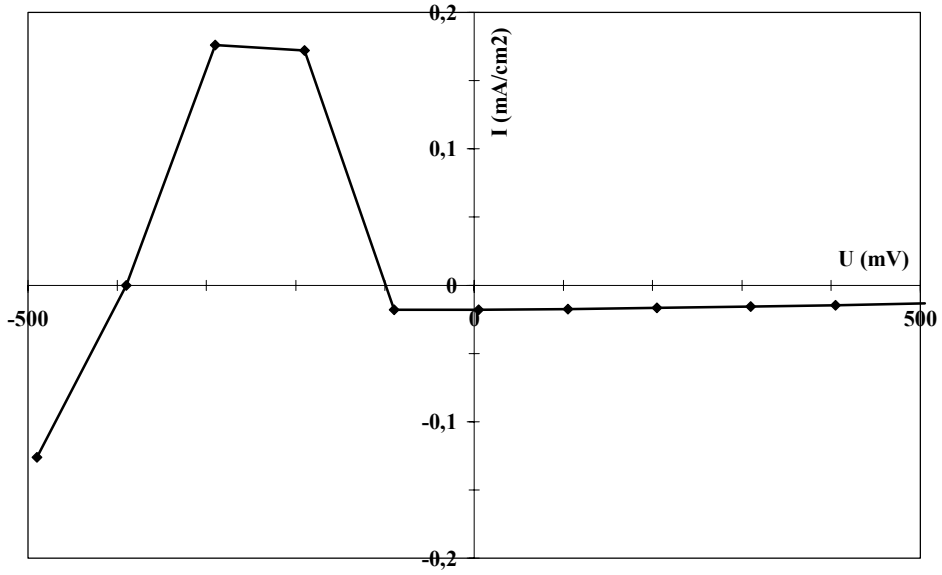


Figure 9.4–8 : Courbe intensité-potentiel relevée expérimentalement.

l'austénite se fait cependant sur une profondeur suffisamment grande pour que l'austénite et la ferrite puissent être distinguées sur une surface de rupture. Les zones analysées des surfaces de rupture du coude EK vieilli et défragilisé sont présentées à la Figure 9.4–11.

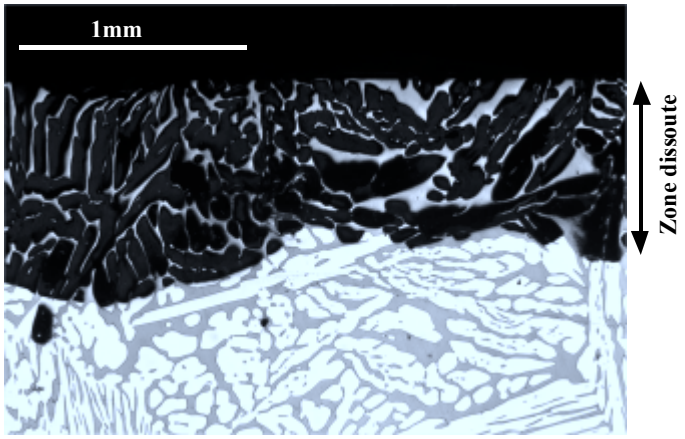


Figure 9.4–9 : Section polie d'un échantillon pour lequel l'austénite a été dissoute.

- ***Résultats***

Que le matériau soit vieilli ou non, on ne constate **pas d'augmentation ou de diminution de la proportion de ferrite sur la surface de rupture avec l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes** (Figure 9.4–10). En revanche cette proportion varie fortement (jusqu'à 20%) selon l'orientation du grain ferritique par rapport à la direction de sollicitation.

Les valeurs moyennes des proportions de ferrite mesurées sur les surfaces de rupture sont comparées aux valeurs moyennes sur les faces de l'éprouvette (Tableau 9.4–2).

		ferrite (%)	
		faciès	**faces**
coude n°1	**vieilli (A3C1)**	20	31.1
	défragilisé (A7C1)	27.7	27.8
coude EK	**vieilli (A1)**	16.6	32.8
	défragilisé (C1)	33.8	30

Tableau 9.4–2 : Valeurs moyennes des proportions de ferrite présentes sur les faciès de rupture par fatigue et sur les faces des éprouvettes de coudes n°1 et EK.

Pour les matériaux défragilisés, les proportions de ferrite sur faciès ou sur les faces sont équivalentes. En revanche, pour les matériaux vieillis, la proportion de ferrite sur faciès est inférieure

à celle mesurée sur les faces. Or pour ces matériaux, seule la ferrite rompue par clivage a été quantifiée. De plus, sur faciès, la proportion de ferrite rompue est mesurée sur une projection plane d'une surface chaotique. Il y a donc sous-estimation de la surface des plages de ferrite pratiquement verticales. Etant donné qu'au paragraphe précédent (§ 9.3.1) il a été montré que la proportion de ferrite rompue par fatigue était identique à la proportion de ferrite présente dans le matériau, on conclut que la différence entre la proportion de ferrite sur les faces et sur le faciès correspond à la proportion de ferrite rompue par cisaillement (soit de 10 à 16% de la surface totale de rupture). **La ferrite vieillie rompt donc par clivage mais également, dans une part quasiment équivalente, par cisaillement.**

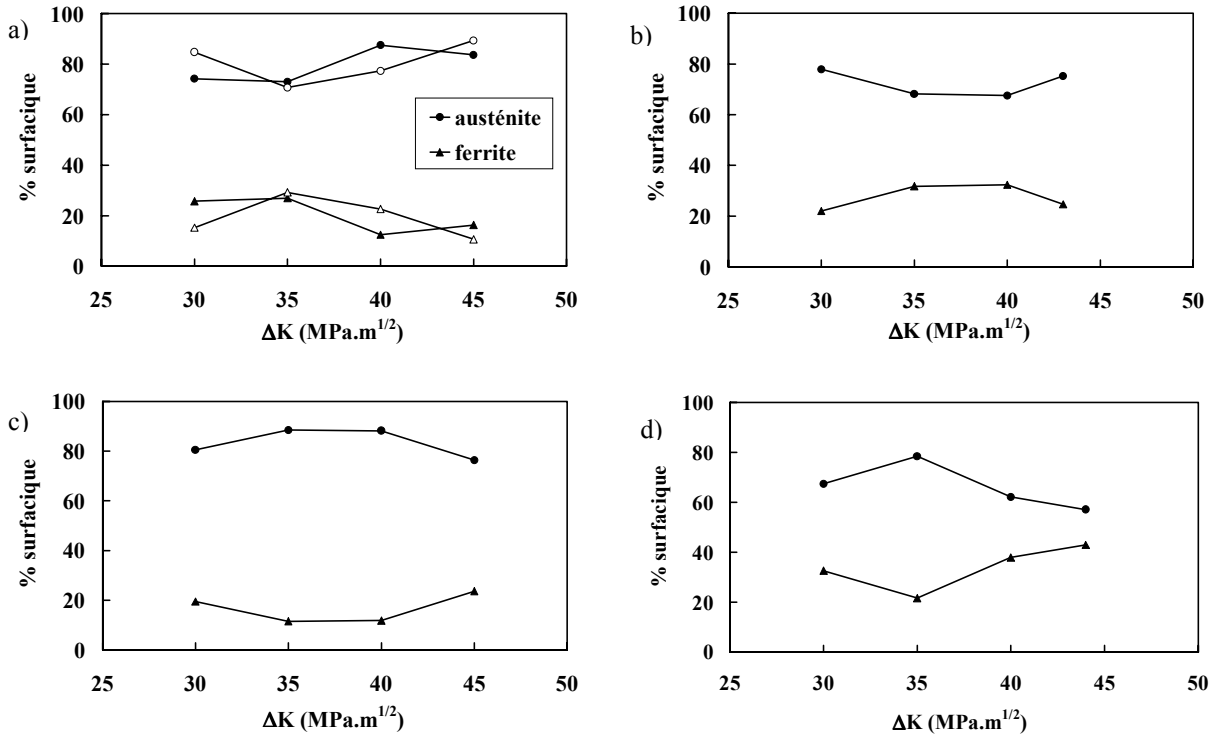


Figure 9.4–10 : Variation des proportions de ferrite et d'austénite sur les faciès de rupture en fonction de ΔK : proportions de ferrite clivée pour les coudes n°1 (a) et EK (c) vieillis ; proportions de ferrite pour les coudes n°1 (b) et EK (d) défragilisés.

***Conclusions** :*

Il n'y a pas de chemin préférentiel entre la ferrite ou l'austénite au cours de la propagation de fissure par fatigue. De plus, la proportion de ferrite rompue n'augmente pas avec l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes. Ce n'est donc pas uniquement la proportion de ferrite clivée qui est à l'origine de l'accroissement de la pente de la droite de Paris entre matériaux vieillis et non vieillis.

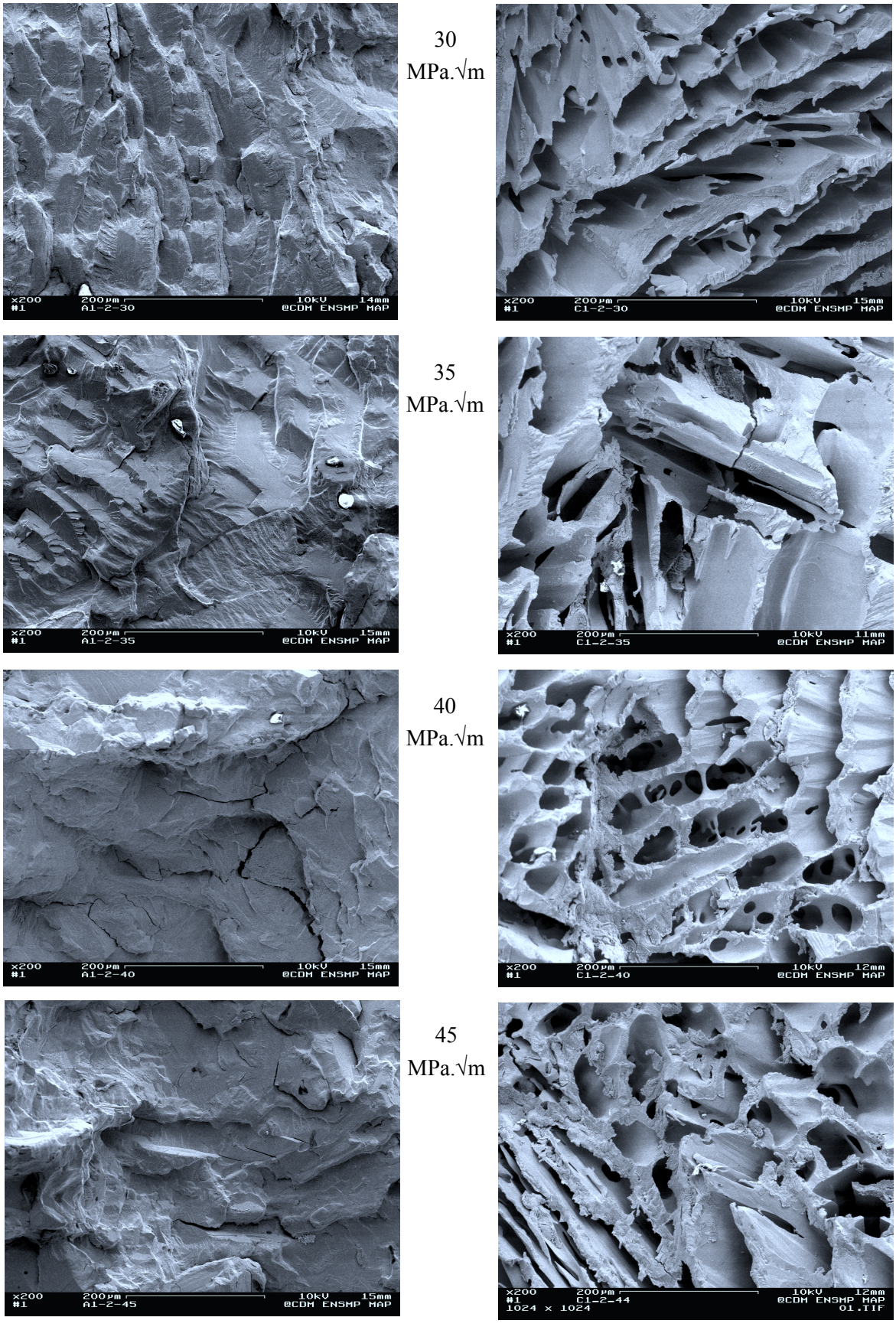


Figure 9.4–11 : Zones cartographiées : coude EK vieilli (à gauche) et défragilisé (à droite - dissolution de l'austénite).

9.5. MESURES DES INTERSTRIES

La mesure des interstries **permet d'estimer les vitesses de propagation de fissure dans le cas d'une expertise.** Ceci se fait grâce à des abaques qui donnent la correspondance entre les interstries et les vitesses de propagation macroscopiques, cette correspondance étant déterminée expérimentalement.

Les stries apparaissent dans le domaine des vitesses variant de 10^{-8} m/cycle à 10^{-6} m/cycle, domaine de vitesses que nous avons exploré. C'est Pelloux [1969] qui a mis en évidence la formation d'une strie par cycle.

Une strie se formant à chaque cycle, pour des raisons de géométrie, l'écartement à fond de fissure (COD) est proportionnel à l'écartement entre les stries (da/dN) [Bathias et Baïlon, 1980] :

$COD = (1/4)\times(\Delta K^2 / (E\sigma_y))$ en conditions de déformations planes

d'où $da/dN = (1/8)(\Delta K^2 / (E\sigma_y))$

A la différence de la relation de Paris, la théorie selon laquelle une strie est formée à chaque cycle implique que da/dN est fonction de ΔK^2 et non de ΔK^m, m variant de 2 à 10 pour les aciers. De plus, pour un ΔK donné, la vitesse macroscopique diffère de la vitesse microscopique d'une quantité qui varie selon le domaine considéré (Figure 9.5–1). Pour les faibles ΔK, la vitesse microscopique est plus grande que la vitesse macroscopique. Cet écart est attribué à la désorientation locale des stries par rapport à la direction générale de propagation, à la subdivision des plages striées et surtout à l'arrêt momentané du front de fissure.

La surface de rupture de l'éprouvette A3C1, prélevée en zone équiaxe du coude n°1 vieilli et testée à l'ambiante, a été observée en microscopie électronique à balayage à des grossissements variant de 10 000 à 30 000 et pour des ΔK variant de 30 à 45 MPa.√m. Les stries ductiles de fatigue n'apparaissent que dans l'austénite étant donné que la ferrite rompt principalement de manière fragile par clivage. Ces stries ont un aspect soyeux. Il ne faut pas les confondre avec les fissures secondaires qui sont fréquentes (Figure 9.5–2). Les stries ont pu être observées à partir d'un ΔK de 30 MPa.√m, sachant que les plages striées augmentent avec l'amplitude du chargement. Cependant, la présence de stries dépend fortement du grain austénitique observé, à savoir s'il est bien orienté ou non pour que des stries puissent se former à partir des plans de glissement actifs dans les métaux cubiques à faces centrées. C'est pourquoi on constate une forte dispersion sur les valeurs d'interstries. L'ordre de grandeur d'une interstrie peut varier de 0.1 à 0.2 µm.

La comparaison des interstries aux vitesses de propagation macroscopiques est présentée à la Figure 9.5–3. **On constate que pour les ΔK supérieurs à 35 MPa.√m, la mesure des interstries sous-estime les vitesses de propagation jusqu'à pratiquement un facteur 10.**

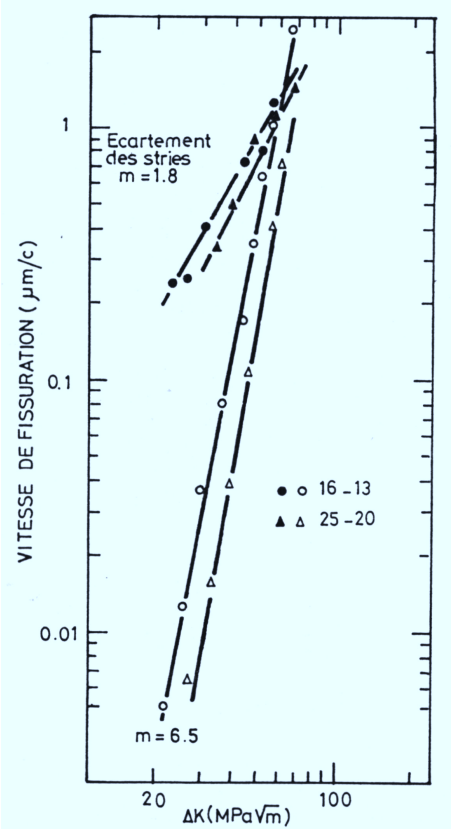


Figure 9.5–1 : Différence entre la vitesse de propagation de fissure mesurée à partir de la distance interstrie et la vitesse de propagation macroscopique [Bathias et Baï lon, 1980].

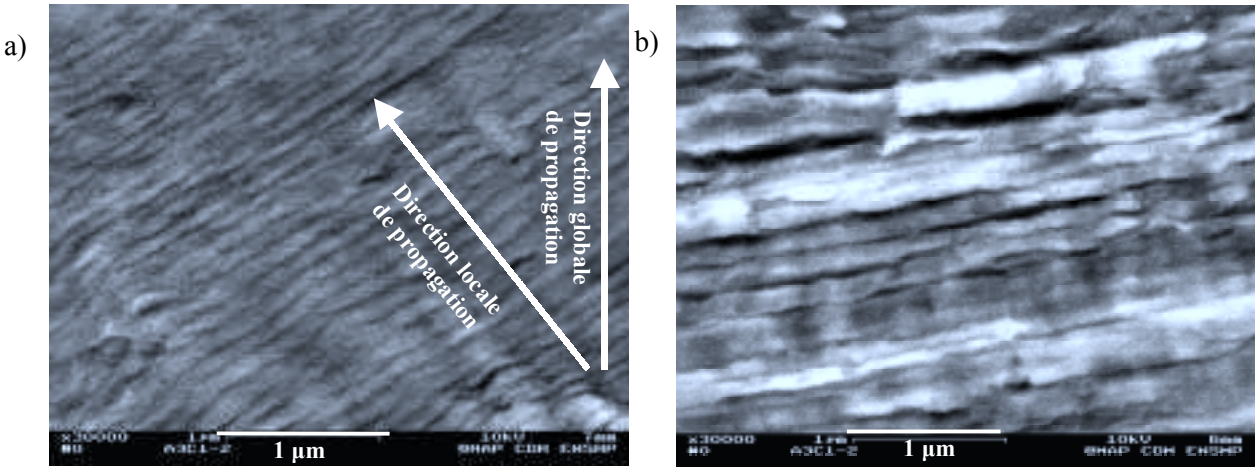


Figure 9.5–2 : Stries de fatigue (a) et fissures secondaires (b).

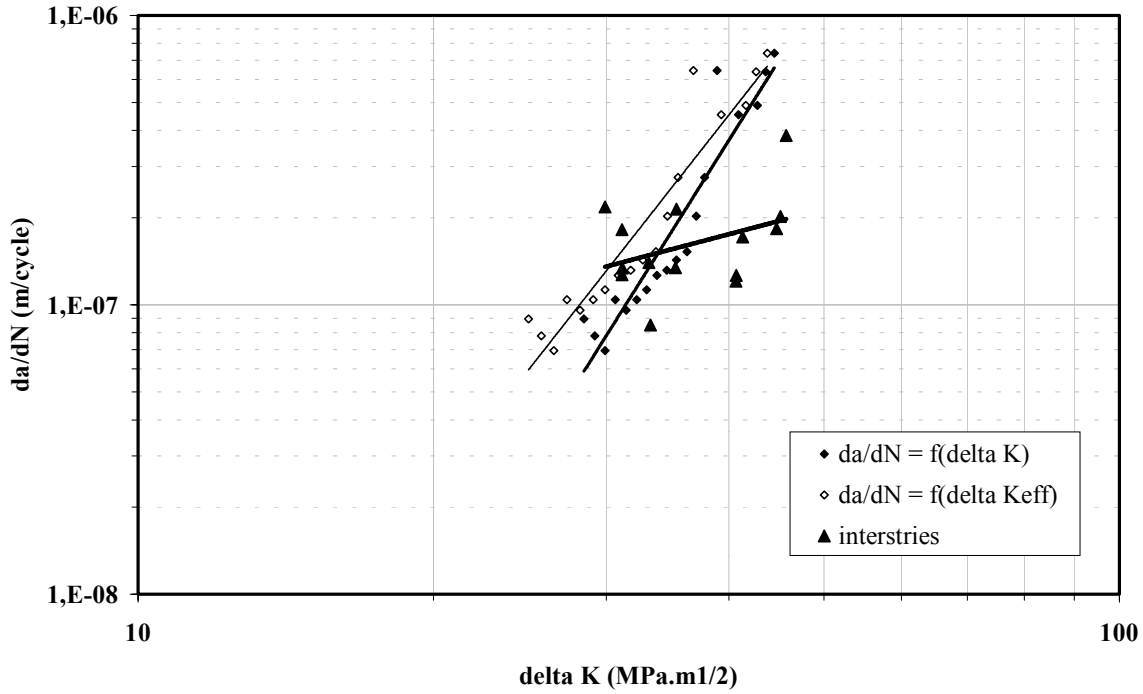


Figure 9.5–3 : Correspondance entre les mesures de vitesses de propagation de fissure sur les éprouvettes CT et les mesures d'interstries.

La différence entre les vitesses microscopiques et les vitesses macroscopiques ne peut être attribuée au fait que les stries soient rarement orientées dans la direction de propagation macroscopique de la fissure. En effet, si l'on veut ramener la distance d'interstrie locale à une distance dans la direction macroscopique de propagation de fissure, il faut la multiplier par le cosinus de l'angle que fait la direction locale avec la direction globale, ce qui diminuerait encore les vitesses locales de propagation.

Une hypothèse plus probable concernant la différence de vitesses de propagation entre les mesures locales et les mesures macroscopiques serait que le ΔK local ne serait pas équivalent au ΔK global. En effet, localement, la fermeture de fissure peut être supérieure à la fermeture de fissure globale ce qui décalerait la courbe des interstries vers la gauche.

Cependant**, il est possible de s'interroger, dans le cas de matériaux biphasés, sur la validité de la correspondance entre les vitesses mesurées à partir des interstries dans l'austénite et les vitesses macroscopiques**. En effet la mesure d'interstries dans l'austénite permet de déterminer la vitesse locale de propagation dans cette phase alors que la **vitesse macroscopique dépend de la propagation de fissure dans deux phases. Il faut ajouter que la rupture de la ferrite est fragile donc quasi instantanée, ce qui devrait relever les courbes de vitesses locales vers des vitesses supérieures si sa contribution pouvait être prise en compte.**

Conclusions :

La correspondance entre les interstries et les vitesses de propagation macroscopiques dans les aciers duplex n'est pas évidente. En effet, il existe des différences rencontrées classiquement dans les matériaux homogènes : la propagation locale de fissure ne se fait pas selon la même direction que la propagation globale et donc pas à la même vitesse. A cela vient s'ajouter une différence entre le facteur d'intensité des contraintes local et le facteur d'intensité des contraintes macroscopique. Cependant, le principal facteur de différence provient certainement du fait que le matériau est biphasé. La présence d'une phase fragile dont la rupture instantanée provoque un fort accroissement de la vitesse globale par rapport à la vitesse locale.

9.6. CONCLUSIONS

➢ A l'ambiante, il n'existe pas de chemin préférentiel de la fissure entre la phase ferritique et la phase austénitique. La proportion de ferrite rompue est identique à la proportion de ferrite présente dans la matériau. En revanche, la direction de la fissure dépend principalement de l'orientation de la ferrite. Ceci indique que la propagation de fissure est contrôlée par la ferrite. Cependant, l'endommagement de la phase ferritique vieillie sous la surface de rupture et en pointe de fissure, sur les faces de l'éprouvette, est inexistant. Seules quelques traces de clivage ont été observées, à cœur, en pointe de fissure, là où la zone plastique est maximale. Cet endommagement reste confiné dans la zone plastique cyclique. Le chargement en pointe de fissure n'est donc pas suffisant, dans la gamme de ΔK explorée et pour les proportions de ferrite présentes dans le matériau, pour provoquer la rupture de la ferrite, de façon généralisée, en pointe de fissure. **L'avancée de la fissure se fait apparemment par rupture successive des lattes de ferrite et d'austénite et non pas par rupture de la ferrite à l'avant de la pointe de la fissure. Il ne se forme pas de zone semi-cohésive**.
Ces conclusions vont à l'encontre de ce que Le Roux [2000] a observé sur un matériau identique au nôtre. En effet, selon Le Roux, la ferrite rompt à l'avant de la pointe de la fissure, formant une zone semi-cohésive. Il y a donc rupture des lattes de ferrite, puis rupture de l'austénite tout comme dans une éprouvette de fatigue oligocyclique. Cependant, les observations fractographiques de Le Roux ont été réalisées sur des éprouvettes ayant subi un chargement de 70 à 80 MPa.√m, ce qui est bien supérieur à nos chargements (55 MPa.√m maximum) et coïncide avec la limite entre la fatigue et la fatigue déchirure. Le matériau ne se trouve donc plus en plasticité confinée à la pointe de la fissure : la ferrite subit pratiquement un chargement de traction d'où un endommagement par clivage important.
Ces conclusions vont également à l'encontre du mécanisme de rupture que Marrow et King [1991] ont établi sur un matériau laminé contenant 45% de ferrite (Chapitre 3, § 3.7). Ceci n'est cependant pas surprenant : le matériau que ces auteurs ont étudié est toujours bien orienté pour cliver et sa teneur en ferrite est importante ce qui fragilise davantage le matériau.

Nous n'avons pas remarqué d'évolution de la proportion de ferrite en fonction du facteur d'intensité des contraintes et du vieillissement du matériau. **Ce n'est donc pas uniquement la proportion de ferrite clivée qui est responsable de l'augmentation de la pente de la droite de Paris avec le vieillissement du matériau**.

Le chemin de fissuration est complexe : multifissuration et branchements sont fréquemment observés. Il en résulte un écrantage de la fissure et une sollicitation en mode mixte I et II. Par conséquent, **le facteur d'intensité des contraintes calculé de façon approximative** dans la mesure où il ne tient compte que d'une seule fissure sollicitée en mode I. De plus, **l'écrantage de la fissure peut être responsable de la diminution des vitesses de propagation** même si les grains ferritiques sont bien orientés pour cliver.

➢ **A 320°C, nous ne nous sommes intéressés qu'aux mécanismes de déformation, d'endommagement et de rupture**. Le mécanisme de rupture de l'austénite reste inchangé. En revanche, celui de **la ferrite passe de fragile (clivage à l'ambiante) à ductile (cisaillement à 320°C).** Sur la base uniquement des mécanismes de rupture, les vitesses de propagation à 320°C

devraient être inférieures à celles mesurées à 20°C. Pour tirer des conclusions plus complètes, il serait cependant nécessaire d'étudier les chemins de fissuration.

Partie E :

DISCUSSION

Dans ce dernier chapitre, la discussion s'articule autour de trois points principaux. Le premier point met l'accent sur l'interaction entre la microstructure complexe des matériaux moulés et leurs modes de déformation et de rupture au cours de la propagation de fissure. Puis nous nous intéresserons à la fermeture de fissure et essaierons d'expliquer les différences de niveaux de fermeture selon les conditions expérimentales. Finalement, nous étudierons les mécanismes responsables de l'augmentation de la pente de la droite de Paris avec le vieillissement du matériau.

10.1. INTERACTION MICROSTRUCTURE – MODES DE DEFORMATION ET DE RUPTURE…….……..321

10.2. FERMETURE DE FISSURE PAR FATIGUE……...324

10.3. ETUDE DES VITESSES DE PROPAGATION INTRINSEQUES……..…339

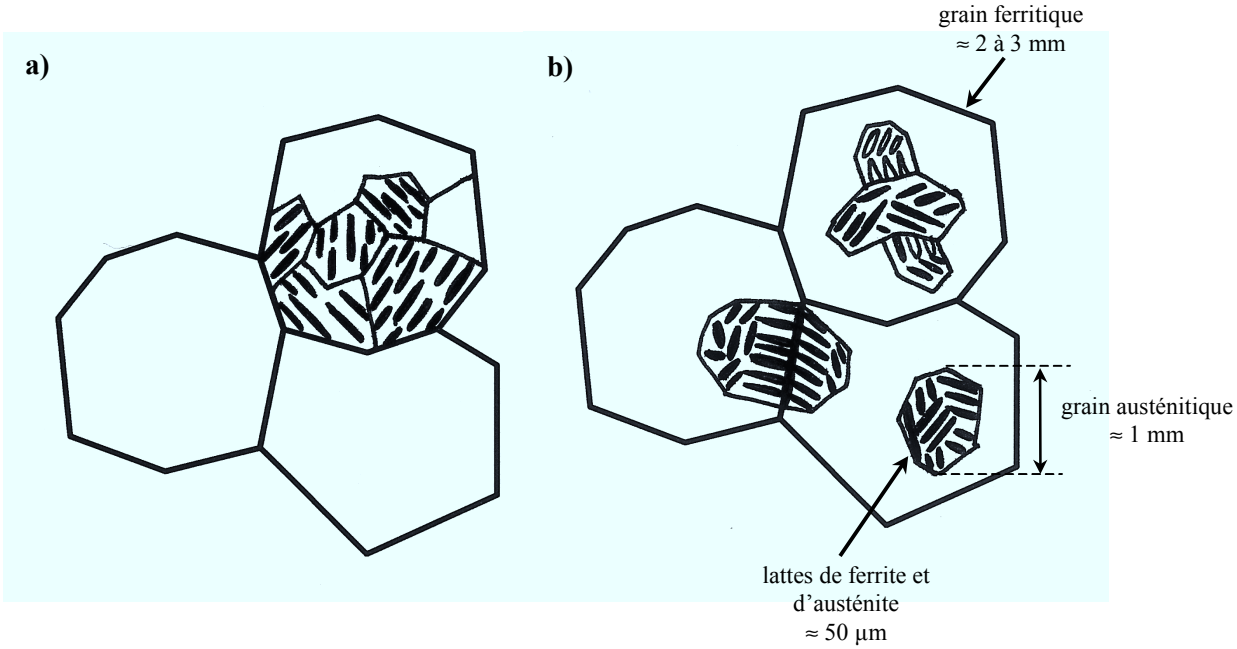


Figure E - 1 : Représentations schématiques de la structure moulée des aciers austéno-ferritiques : a) représentation classique qui n'est pas réaliste et b) représentation déduite des observations EBSD.

L'originalité de ce travail de thèse consiste à tenter d'établir un **lien entre la microstructure du matériau, ses propriétés mécaniques sous sollicitations cycliques et les mécanismes de propagation de fissure par fatigue**. C'est dans ce contexte que les trois points suivants seront abordés au cours de la discussion.

On **étudiera tout d'abord l'influence de la microstructure sur les mécanismes d'endommagement et de rupture**. En effet, la microstructure résultant du moulage statique s'est révélée plus complexe que la représentation qui en est couramment faite. Ceci a bien entendu des conséquences, non seulement sur le chemin de fissuration, mais également sur les mécanismes d'endommagement et de rupture des deux phases.

Puis on s'intéressera à la propagation de fissure par fatigue. Pendant une partie du cycle ($P_{ouv} - P_{min}$), la pointe de fissure reste fermée empêchant celle-ci de se propager. **Cette charge à ouverture (P_{ouv}) dépend des conditions d'essai** : niveau de vieillissement, structure de solidification et température d'essai. Nous chercherons à **expliquer ces différences à partir des mécanismes de rupture et des propriétés mécaniques cycliques**. Cependant, si pour l'étude des mécanismes, il est indispensable de prendre en compte la complexité de la microstructure, pour l'étude du comportement mécanique, le matériau sera considéré de manière simplifiée comme s'il était homogène.

Enfin, nous tenterons **d'expliquer, pour les vitesses intrinsèques, l'augmentation de la pente de la droite de Paris avec le vieillissement du matériau à partir des mécanismes d'endommagement et de rupture.**

10.1. INTERACTION MICROSTRUCTURE – MODES DE DEFORMATION ET DE RUPTURE

Les étapes et la structure de solidification des aciers austéno-ferritiques moulés ont été étudiées en détail au Chapitre 5.

- Au cours de la solidification, dans un barreau de TSD, la ferrite apparaît en premier, puis l'austénite se forme par transformation péritectique aux interfaces des dendrites de ferrite. Une fois la solidification terminée, la ferrite régresse par transformation à l'état solide au profit de l'austénite. Les deux phases restent en relations cristallographiques de type KS [Kurdjumov-Sachs, 1930] ({111}<110> γ // {110}<111> α) tout au long de la formation du biphasé.

Il résulte de cette solidification une structure complexe (Figure 5 – 6). Les deux phases sont bipercolées et en relations proches de KS. La phase ferritique se présente sous forme de grains convexes qui possèdent une orientation cristallographique uniforme. La phase austénitique forme elle aussi des grains au sein desquels les désorientations cristallographiques peuvent atteindre 26°. La morphologie du grain n'est pas simple. Celui-ci peut être constitué de lattes ayant bien sûr la même orientation cristallographique mais des orientations morphologiques variées. De plus, les grains sont enchevêtrés les uns dans les autres. Enfin, un même grain d'austénite peut être en relation KS avec deux grains ferritiques voisins.

Nous avons donc démontré que **la structure des aciers austéno-ferritiques ne se résume pas à l'emboîtement de « poupées gigognes »** (un grain ferritique constitué de grains austénitiques eux-

mêmes formés de lattes de ferrite et d'austénite de mêmes orientations cristallographique et morphologique) comme cela a longtemps été considéré. Il existe bien trois échelles : la latte (15 à 80 µm pour α et 40 à 160 µm pour γ), le grain austénitique (environ 1 mm) et le grain ferritique (2 à 3 mm). Ces trois échelles sont cependant **interconnectées et ne peuvent être dissociées les unes des autres** (Figure E - 1).

➢ La complexité de la structure ne facilite pas l'étude des mécanismes d'endommagement et de rupture au cours de la propagation de fissure par fatigue. En effet, même si la fissure traverse un grain ferritique d'orientation cristallographique homogène, il arrive que chaque latte d'austénite présente le long de la fissure ait une orientation différente (Figure E - 2). Par conséquent, **dans la zone plastique cyclique, toutes les lattes austénitiques ne sont pas forcément bien orientées par rapport à la direction de sollicitation pour se déformer facilement.**

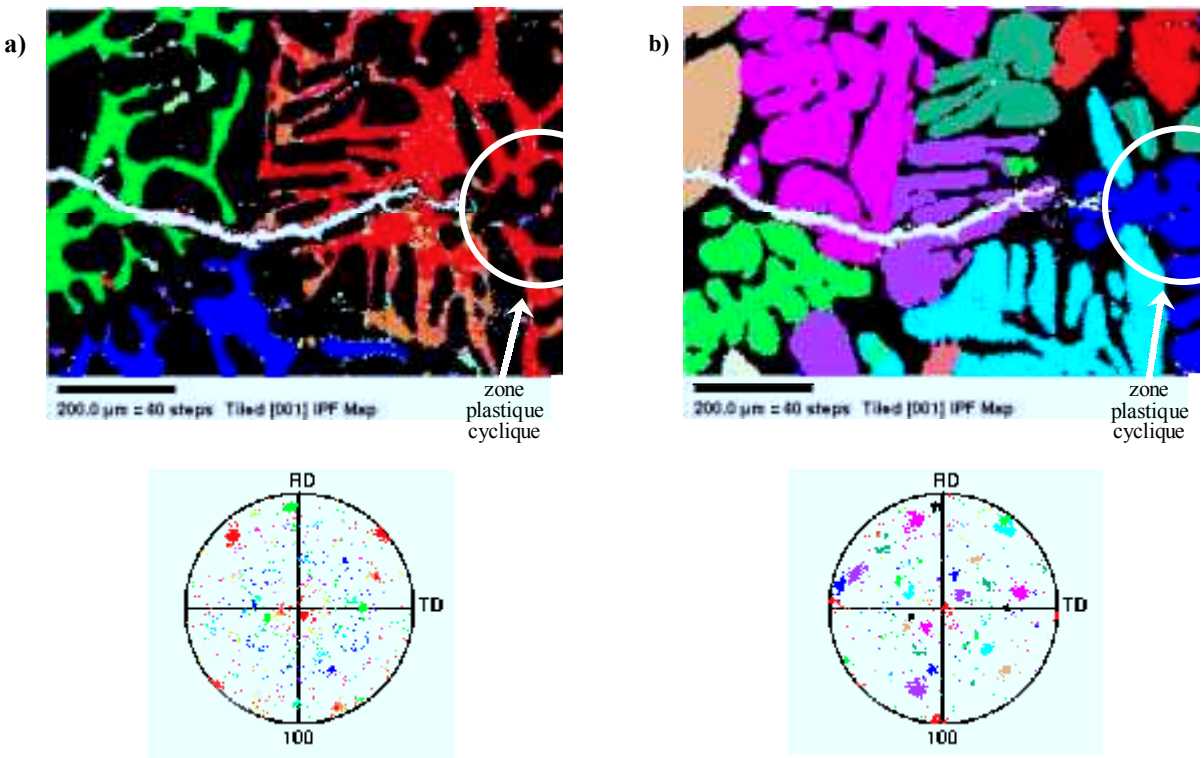


Figure E - 2 : Orientations cristallographiques des lattes de ferrite (a) et d'austénite (b) le long de la fissure. Eprouvette A8C1, ΔK = 43 MPa.√m. Chaque couleur représente une orientation cristallographique. La taille de la zone plastique indiquée est calculée à partir d'un matériau homogène.

En traction, Bugat [2000] a montré que l'endommagement par clivage dans la ferrite vieillie dépend non seulement de l'orientation de celle-ci vis-à-vis de la direction de sollicitation mais également de l'orientation de l'austénite. Lorsque le système dense commun aux deux phases présente un facteur de Schmid élevé (> 0.4), l'incompatibilité de déformation entre α et γ est faible. Ceci a pour conséquence de réduire les contraintes dans la latte de ferrite et donc de diminuer l'apparition du

clivage. En revanche, même si la ferrite est mal orientée pour cliver par rapport à la direction de sollicitation, le clivage peut apparaître suite à une augmentation de contrainte ou de déformation, augmentation due à l'incompatibilité de déformation entre les deux phases.

On suppose que le rôle de l'orientation cristallographique de l'austénite sur l'apparition ou non de clivage dans la ferrite est tout aussi important en fatigue. Ceci n'a pas pu être mis en évidence par Le Roux [2000] car l'auteur qui a réalisé des essais de fatigue oligocyclique sur des éprouvettes dites « monograin », c'est-à-dire ne contenant qu'un seul grain de ferrite dans leur section utile, ne s'est intéressé qu'à l'orientation cristallographique de la ferrite (§ 2.6). Nous ne l'avons également pas vérifié au cours de l'étude par EBSD du chemin cristallographique de la fissure. Néanmoins, l'observation sur la surface de rupture de la présence de cisaillement entre deux plans de clivage dans un même grain ferritique (Figure 9.1 - 25) est certainement liée à l'incompatibilité de déformation locale entre les deux phases. **L'austénite n'impose pas, au niveau macroscopique, le chemin de fissuration** car nous avons montré que les changements de direction de propagation correspondent aux joints de grains ferritiques. Cependant, **l'austénite doit influer localement sur le mode de rupture de la ferrite**. C'est peut-être pour cette raison que la proportion de ferrite vieillie cisaillée est quasiment aussi importante que la proportion de ferrite clivée. C'est peut-être aussi pour cette raison, associée au fait que la taille de zone plastique cyclique et que l'amplitude des déformations en pointe de fissure sont réduites, que l'endommagement de la ferrite sous la surface de rupture et en pointe de fissure apparaît rarement.

Ces problèmes d'échelles expliquent également certainement pourquoi le chemin de fissuration dans l'austénite ne correspond pas à l'alternance de plans {111} classiquement observée dans les métaux cubiques à faces centrées. **Perturbées par la présence de la ferrite, le comportement mécanique des lattes d'austénite n'est pas identique à celui d'un acier austénitique pur**.

Conclusions :

La structure de solidification d'un acier austéno-ferritique moulé est constituée de trois échelles entremêlées et indissociables les unes des autres : le grain ferritique convexe (2 à 3 mm), le grain austénitique (environ 1 mm) non convexe et pouvant appartenir à deux grains ferritiques distincts, et enfin les lattes de ferrite et d'austénite (15 à 100 µm).

En raison de cette structure complexe, la zone plastique cyclique peut contenir des lattes austénitiques d'orientations cristallographiques différentes. Si le système de glissement commun (au sens des relations de Kurdjumov-Sachs) à la ferrite et à l'austénite est facilement activé, la ferrite rompt par cisaillement. Sinon, elle rompt par clivage. L'austénite n'impose cependant pas le chemin de propagation de fissure macroscopique. Celui-ci dépend uniquement de l'orientation cristallographique de la phase ferritique.

10.2. FERMETURE DE FISSURE PAR FATIGUE

La structure de solidification étant particulièrement complexe, dans cette partie consacrée à la fermeture de fissure, **le problème sera simplifié en considérant, non plus un matériau biphasé, mais un matériau homogène.**

Au cours de la propagation de fissure par fatigue (Chapitre 8), les niveaux de fermeture de fissure ont été mesurés par la méthode de la complaisance grâce à un extensomètre placé aux lèvres de l'entaille de l'éprouvette. Les mesures à 320°C ont été particulièrement délicates (§ 8.1.3). Même si l'extensomètre est maintenu à température constante et inférieure à 320°C au moyen d'un ventilateur, la dilatation des lames de l'extensomètre, l'échauffement probable des jauges et l'instabilité du signal électrique ne permettent pas de garantir la fiabilité des mesures. En effet, le niveau de fermeture relevé est nul, ce qui est particulièrement étonnant. **Nous n'analyserons donc dans cette partie que les résultats obtenus à l'ambiante.**

10.2.1. Bilan

On constate que les niveaux de fermeture peuvent être classés de la manière suivante (Figure 8 - 18) : **coude EK vieilli ≤ coude n°1 vieilli < coude n°1 défragilisé < coude EK défragilisé**
Avec, de plus, un niveau de fermeture anormalement élevé pour l'éprouvette 14C1 (coude n°1 défragilisé).
En revanche, le **niveau de fermeture du coude EK à l'état initial n'est pas décelable**, ce qui est très surprenant, comme nous le verrons par la suite.

Dans **le matériau équiaxe et dans le matériau basaltique** (fissure parallèle aux basaltes), les fermetures de fissure sont **équivalentes**. Le niveau de fermeture n'a pas pu être mesuré lorsque la fissure se propage perpendiculairement aux grains ferritiques.

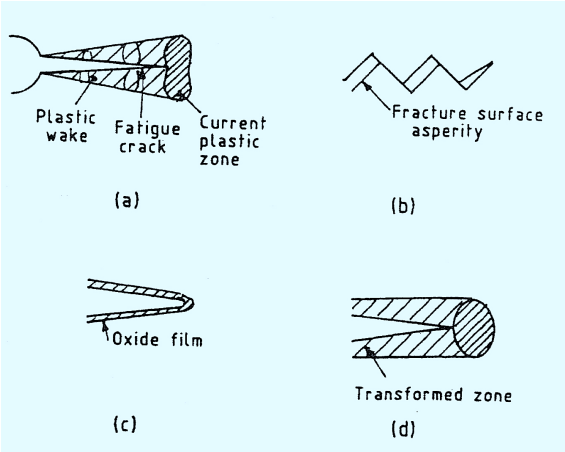


Figure E - 3 : Illustration schématique des mécanismes de fermeture de fissure : a) plasticité, b) rugosité, c) oxydation, d) transformation de phase [Suresh, 1991].

10.2.2. Mécanismes de fermeture

Les principaux mécanismes à l'origine de la fermeture de fissure sont la **rugosité**, la **plasticité**, l'**oxydation** et les **transformations de phases** (Figure E - 3) [Suresh, 1991].

La fermeture de fissure par oxydation est fortement improbable dans un acier inoxydable testé à l'ambiante.

Les aciers inoxydables austénitiques peuvent donner lieu à deux transformations martensitiques : γ(CFC) $\rightarrow$ ε(HCP) et γ(CFC) $\rightarrow$ α'(CC) [Pineau et Pelloux, 1974].
La transformation de l'austénite en martensite α' sous l'effet de la déformation plastique en pointe de fissure a été observée par Rajanna et al. [1997] dans un acier duplex laminé à chaud et contenant 50% de ferrite (§ 3.8). Cette transformation provoque, le long des lèvres de la fissure, une augmentation de volume et des contraintes internes qui sont responsables de la fermeture prématurée de la pointe de fissure. La martensite formée par écrouissage cyclique étant de taille sub-micronique [Pineau et Pelloux, 1974], il ne nous a pas été possible de la mettre en évidence par microscopie électronique à balayage ou par EBSD (pas de mesure de l'ordre de 2 μm). Cependant, il est a priori fortement improbable que cette transformation ait eu lieu à température ambiante. En effet, il existe une température (M_d) au dessus de laquelle la transformation martensitique par écrouissage ne peut pas se produire quelle que soit la déformation appliquée. La température pour laquelle 50% de martensite sont formés sous l'effet d'une déformation de 30% s'écrit :

$$M_d30(°C) = 497 - 462\,(C\% + N\%) - 9.2\,Si\% - 13.7\,Cr\% - 20\,Ni\% - 18.5\,Mo\%$$ [Blanc, 1996]

M_d30 vaut -9.5°C pour l'austénite du coude EK (0.032% C ; 0.051% N ; 1.1% Si ; 20.3% Cr ; 10.8% Ni ; 2.2% Mo). **La transformation martensitique ne semble donc pas pouvoir avoir lieu à 20°C dans les coudes EK et n°1.**
Cette même température, calculée à partir de la composition globale du matériau étudié par Rajanna et al., vaut 51°C. Ceci pourrait expliquer pourquoi ces auteurs ont observé une transformation de l'austénite en martensite.

L'étude des mécanismes de fermeture de fissure sera donc centrée sur la rugosité de la surface de rupture et la plasticité en pointe de fissure.

10.2.3. Rugosité

Le mécanisme de fissure par rugosité a été mis en évidence par Purushothaman et Tein [1975]. Il est généralement considéré comme dominant dans la région du seuil. En effet, dans ce domaine, la rupture des matériaux homogènes à grains fins suit les plans cristallographiques de cisaillement, ce qui induit une forte rugosité. L'éprouvette CT n'étant pas sollicitée en mode I pur, les aspérités entrent en contact et provoquent la fermeture prématurée de la fissure au déchargement.

Etant donnée la structure grossière du matériau (2 à 3 mm) et sachant que le plan de propagation de fissure dépend de l'orientation cristallographique du grain ferritique, les surfaces de rupture dans les aciers austéno-ferritiques sont chaotiques (Figures 9.2 - 13 et 9.2 - 14) et ce, au delà de la zone des faibles ΔK. La dénivelée entre le point le plus haut et le point le plus bas peut atteindre 2 mm. On

reconnaît également sur les profils de rugosité des « plateaux » correspondant à la rupture des grains ferritiques (Figure 9.2 - 12.b). Plus la matériau est vieilli, plus ces plateaux sont nets.
De plus, mis à part le cas où la fissure principale se propage perpendiculairement aux basaltes, celle-ci présente des branchements et fissures secondaires d'autant plus nombreux que le matériau est vieilli (Figure 9.2 - 4, Figure 9.2 - 8 et Figure 9.2 - 9).

En raison des grandes différences d'échelles mises en évidence sur les profils de rugosité, la rugosité a été mesurée de manière simple par le rapport longueur totale/longueur projetée. La rugosité en elle-même n'est pas vraiment significative. Il est préférable de la comparer à l'ouverture en pointe de fissure (CTOD $\propto (\Delta K)^2/(E\sigma_y)$) comme l'ont fait Murakami et al. [1991] (§ 3.8) afin de s'assurer que la hauteur des aspérités n'est pas négligeable vis-à-vis de l'ouverture de fissure. Or, pour nos matériaux, le CTOD est bien plus petit que les amplitudes de dénivelées présentes sur la surface de rupture. De plus, le fait que la fissure soit branchée complique le mécanisme d'ouverture et de fermeture de fissure. Pour ces types de propagation de fissure, il ne semble donc pas utile de mormaliser la rugosité par le CTOD.

Le rapport longueur totale/longueur projetée augmente avec le vieillissement du matériau et l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes (Figure 9.2 - 15). **Ce résultat va à l'encontre de ce que nous avons observé pour les niveaux de fermeture de fissure**. En effet, la fermeture de fissure diminue lorsque le matériau vieillit.

En revanche, l'égalité des niveaux de fermeture lorsque la fissure se propage à même vieillissement en zone équiaxe ou parallèlement aux basaltes s'explique facilement par le fait que, dans les deux cas de figure, les chemins de fissuration sont tout aussi chaotiques (Figure 9.2 –1 et Figure 9.2 – 4). Bien que nous n'ayons pas de données concernant la fermeture de fissure lorsque celle-ci se propage perpendiculairement aux basaltes, on suppose que le niveau de fermeture est dans ce cas inférieur car le plan de fissuration est particulièrement rectiligne (Figure 9.2 – 6).

Par conséquent, **pour un même niveau de vieillissement, la rugosité de la surface de rupture pourrait expliquer la plus ou moins grande fermeture de fissure en fonction de la structure de solidification**. D'ailleurs, le niveau de fermeture de fissure anormalement élevé relevé sur l'éprouvette 14C1 par rapport aux autres éprouvettes prélevées dans le coude n°1 défragilisé est lié à la présence de nombreuses fissures secondaires dans l'épaisseur de l'éprouvette.
En revanche, **pour une même structure de solidification, l'évolution du niveau de fermeture de fissure en fonction du vieillissement n'est pas liée à la rugosité de la surface de rupture**.
Etant donnée la forte rugosité mesurée, il est indéniable que celle-ci participe à la fermeture. Mais ce serait plutôt la plasticité en pointe de fissure qui serait responsable de la différence de niveau de fermeture entre matériau vieilli et non vieilli.

10.2.4. Plasticité

➢ La fermeture de fissure par plasticité a été mise en évidence par Elber en 1970 [Elber,1970]. Au cours de l'avancée de la fissure, la zone déformée plastiquement augmente et laisse un sillage plastique sous la surface de rupture (Figure E - 4). Cependant, l'ensemble de l'éprouvette qui reste élastique empêche cette zone plastifiée de s'étendre. Il en résulte des contraintes résiduelles de compression et la fermeture de la pointe de fissure, même si l'ensemble de l'éprouvette est sollicité en traction.

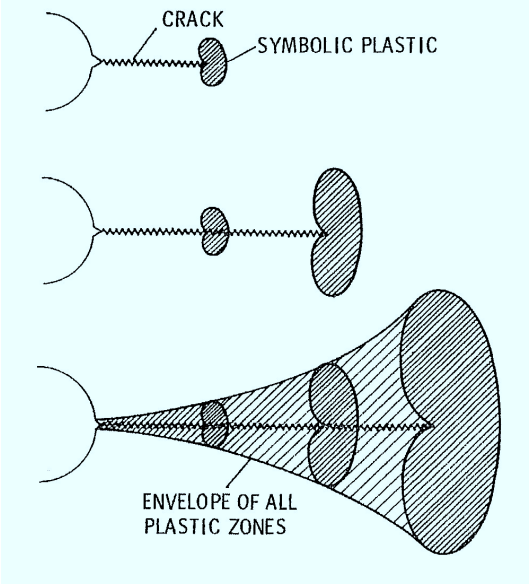


Figure E - 4 : Développement du sillage plastique sous la fissure de fatigue [Elber, 1971].

Il a longtemps été supposé que l'effet de fermeture par plasticité ne pouvait être observé qu'en état de contrainte plane. En effet, le mécanisme de fermeture de fissure par plasticité est dans ce cas facilement « imaginable ». En contrainte plane, l'épaisseur de l'éprouvette diminue lors de la mise en charge. Il y a alors transport de matière de la zone plastique vers la surface située sous la fissure, ce qui crée des contraintes de compression au déchargement (Figure E - 5.a). En déformation plane, l'interprétation est plus difficile car il n'y a pas de réduction d'épaisseur de l'éprouvette ($\varepsilon_{zz}=\varepsilon_{yy}=\varepsilon_{xz}=0$). La fermeture mesurée en déformation plane était alors attribuée à de la rugosité ou à de l'oxydation [Mc Evily,1991] jusqu'à l'explication donnée par Riemelmoser et Pippan [1997] et [1998]. Ces auteurs expliquent la fermeture de fissure non pas par un apport « plastique » de matière mais par une rotation « élastique » du matériau autour de la zone plastique. Il y a un réarrangement des dislocations qui conduit à une rotation du réseau de mailles autour de la pointe de fissure (Figure E - 5.b et Figure E - 6). Le transport de matière qui s'opère parallèlement aux flancs de la fissure vers la pointe est bloqué par celle-ci. Il se crée alors une très petite zone de contact qui est de l'ordre de la zone plastique.

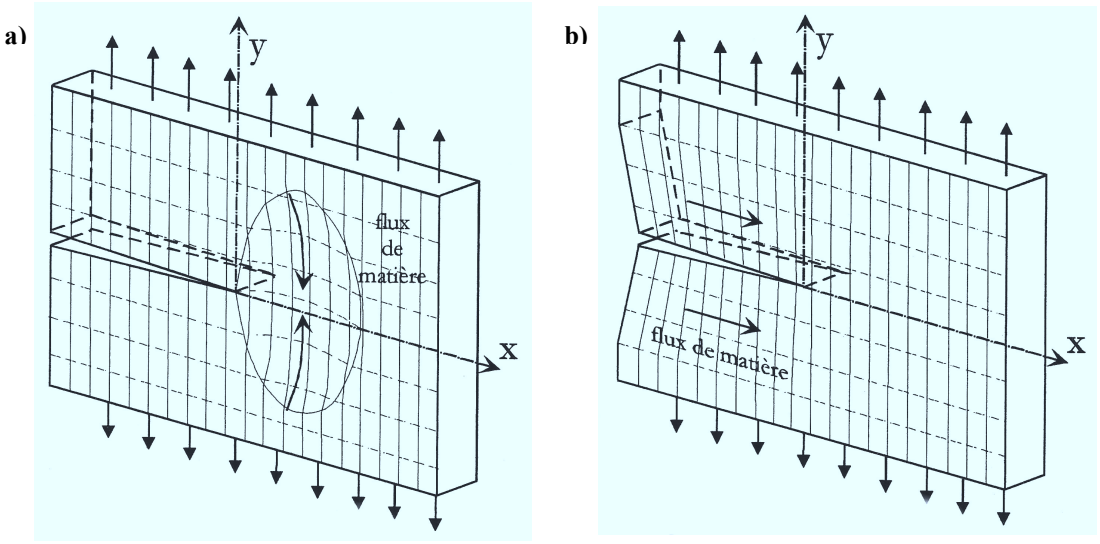


Figure E - 5 : Mécanisme de fermeture de fissure induite par plasticité en contrainte plane (a) et en déformation plane (b) [Riemelmoser et Pippan, 1998], d'après [Sansoz, 2000].

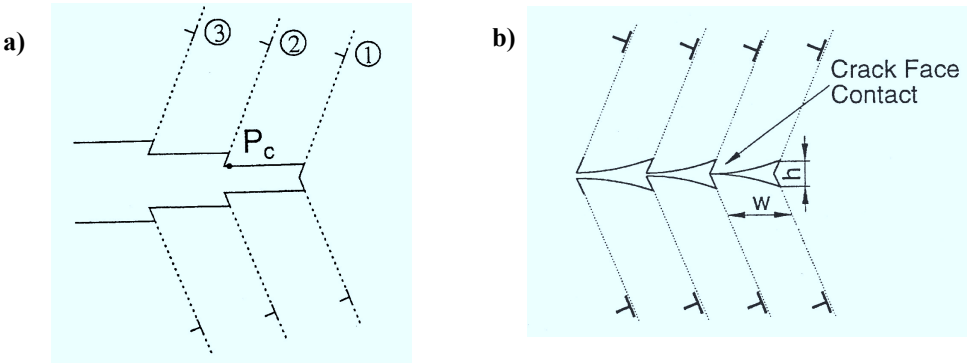


Figure E - 6 : Ouverture de fissure par les plans de dislocations (a) et fermeture de fissure (b) en déformation plane [Riemelmoser et Pippan, 1997].

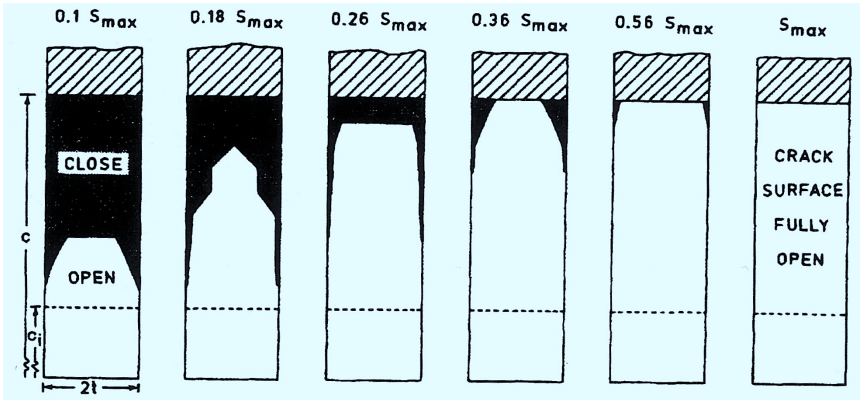


Figure E - 7 : Ouverture d'une fissure dans une éprouvette CCT [Chermahini et al., 1988].

Pour une fissure se propageant dans une éprouvette CT, les faces sont en état de contrainte plane alors que le centre de l'éprouvette est en déformation plane. La fermeture de fissure n'est donc pas la même sur tout le front de la fissure. Chermahini et al. [1988] ont montré par calcul éléments finis que la fermeture de fissure avait tout d'abord lieu sur les faces puis à cœur de l'éprouvette (Figure E - 7). Wei et James [2000] ont également calculé par éléments finis le déplacement des lèvres de la fissure d'une éprouvette CT en contrainte plane et déformation plane pour un rapport de charge P_{min}/P_{max} nul. Ces auteurs mettent en évidence, qu'en contrainte plane, il existe davantage de déformation plastique résiduelle près de la pointe de fissure et que le contact est continu sur 0.2 mm alors, qu'en déformation plane, le contact est discontinu entre les deux faces de la fissure (Figure E - 8).

La fermeture de fissure est, par conséquent, supérieure sur les faces de l'éprouvette (contrainte plane) par rapport au cœur de celle-ci (déformation plane).

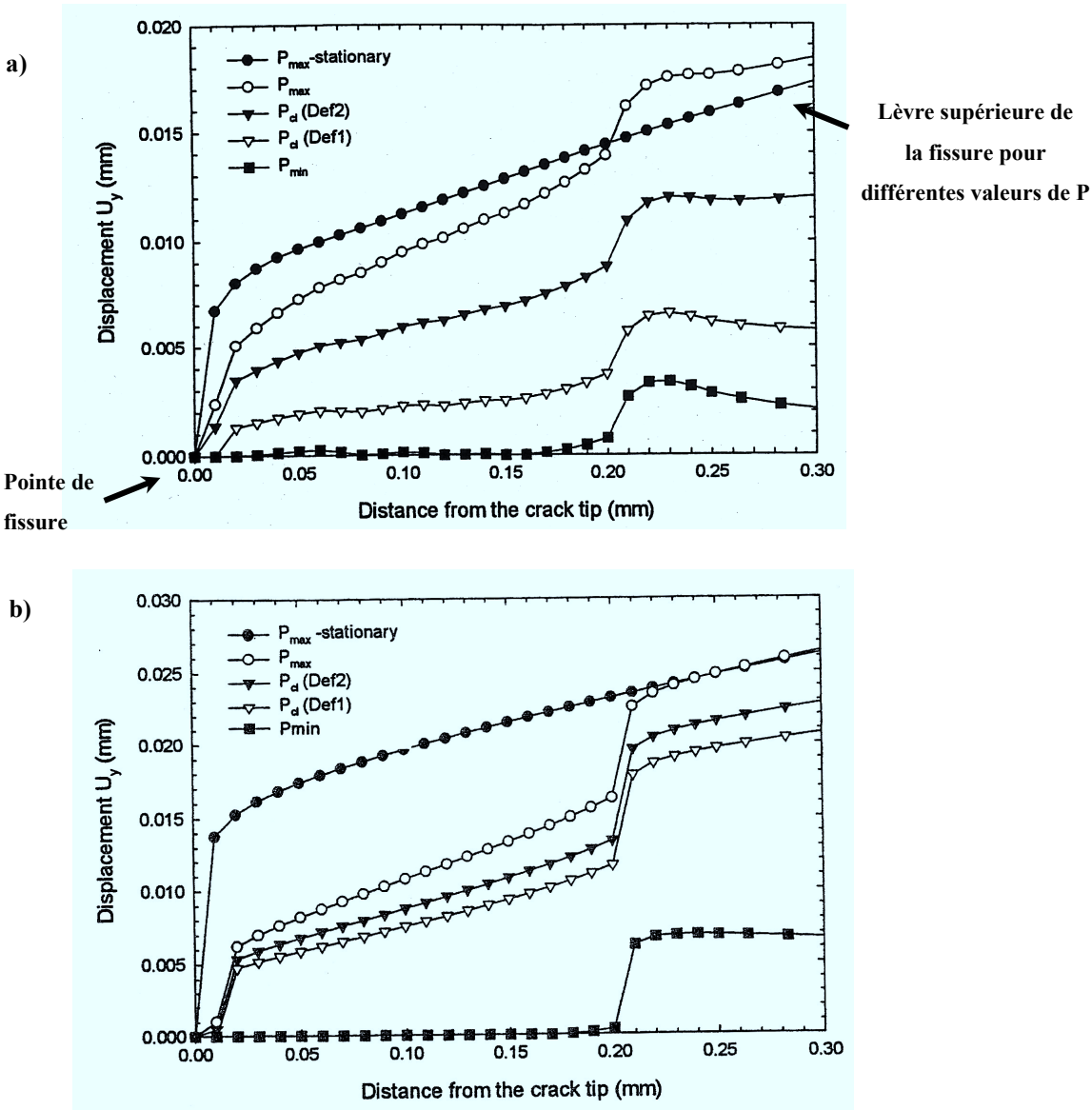


Figure E - 8 : Profils de déplacement des lèvres de la fissure à différentes étapes du déchargement en déformation plane (a) et en contrainte plane (b) [Wei et James, 2000].

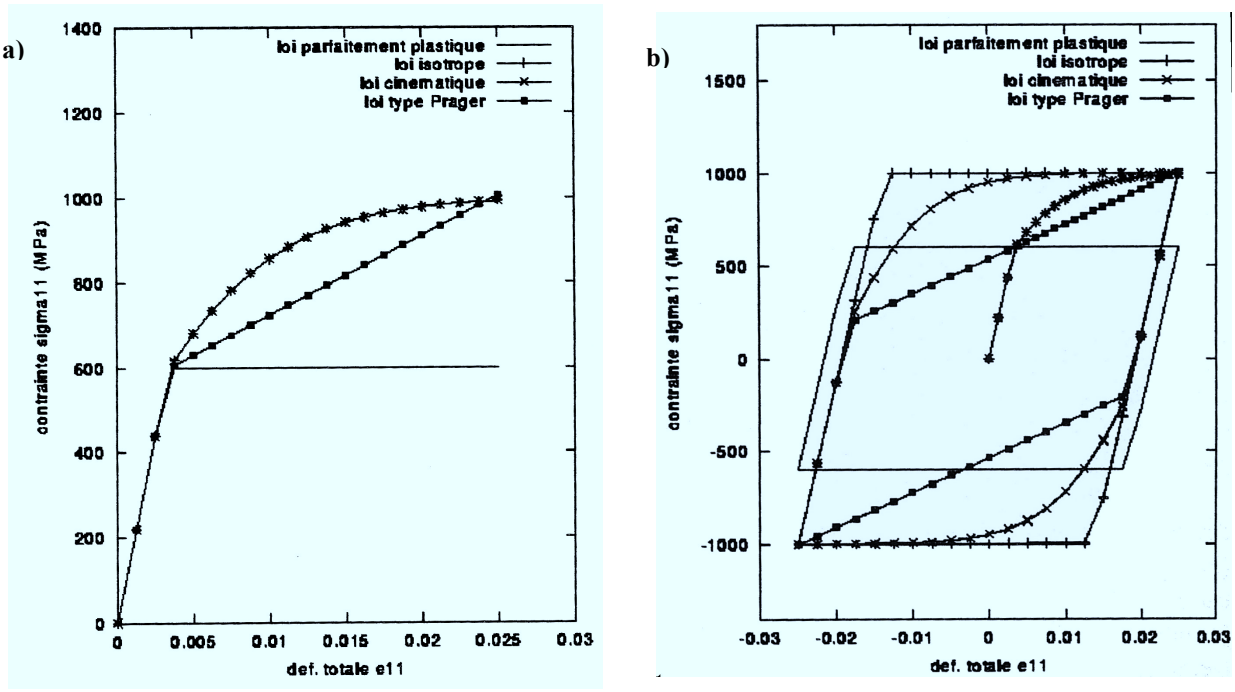


Figure E - 9 : Simulation sur un élément de volume des lois utilisées en déformation imposée, en traction simple (a) et en traction-compression (b) [Sansoz, 2000].

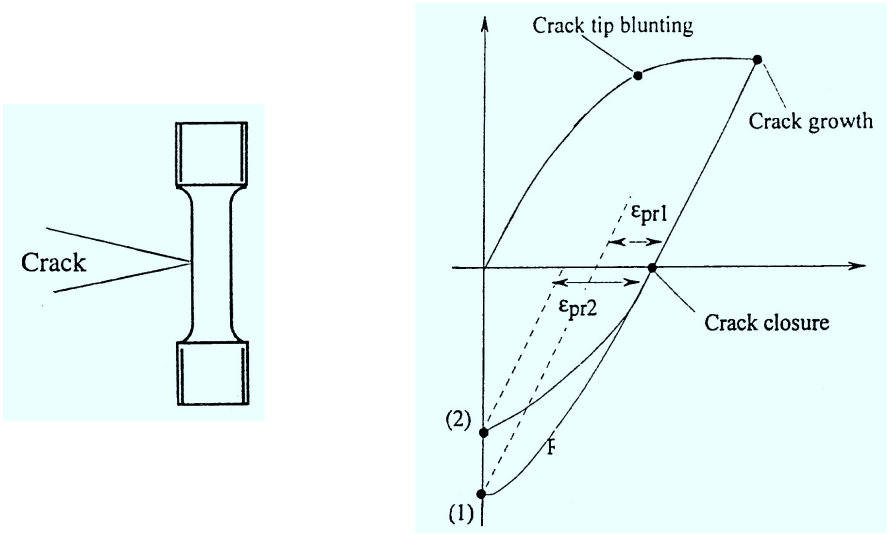


Figure E - 10 : Mise en évidence de la différence de déformation plastique au retour et de σ_r en compression entre un matériau au comportement cinématique et un matériau au comportement isotrope [Pommier et Bompard, 2000]

➢ De nombreuses études ont été menées sur l'influence de l'état de contrainte plane ou de déformation plane sur la fermeture de fissure. En revanche, **peu d'études concernent le rôle de la loi de comportement plastique cyclique sur le niveau de fermeture. Celui-ci est cependant primordial car il conditionne la déformation plastique en pointe de fissure de fatigue.**

En 1991, Mc Clung montre que la taille de la zone plastique calculée en contrainte plane diminue lorsque le coefficient d'écrouissage de la loi $\varepsilon_p=K\sigma^n$ décroît. Mais il faut attendre les travaux de Sansoz [2000], de Pommier et Bompard [2000] et de Pommier [2000] pour comprendre l'influence de la loi de comportement cyclique du matériau sur la fermeture de fissure. Ces auteurs ont, entre autre, calculé par éléments finis les niveaux de fermeture de deux matériaux présentant le même comportement en traction, l'un possédant un écrouissage isotrope et l'autre un écrouissage cinématique (effet Bauschinger) (Figure E - 9). Les lois de comportement utilisées sont des lois de type Chaboche (Chapitre 7, § 7.1.3).

L'effet Bauschinger réduit la limite d'élasticité du matériau suite à la prédéformation dans le sens inverse. En présence d'effet Bauschinger, la déformation plastique en retour est par conséquent supérieure à celle d'un matériau au comportement isotrope. La zone plastique en pointe de fissure est alors moins étendue (Figure E - 11). Les contraintes résiduelles en compression sont plus faibles et le niveau de fermeture de fissure est réduit (Figure E - 10). Sansoz a de plus montré que cette tendance s'accentue lorsque le rapport σ_{max}/σ_o augmente (Figure E - 12).

Le niveau de fermeture de fissure est donc plus faible pour un matériau présentant un écrouissage cinématique qu'un écrouissage isotrope.

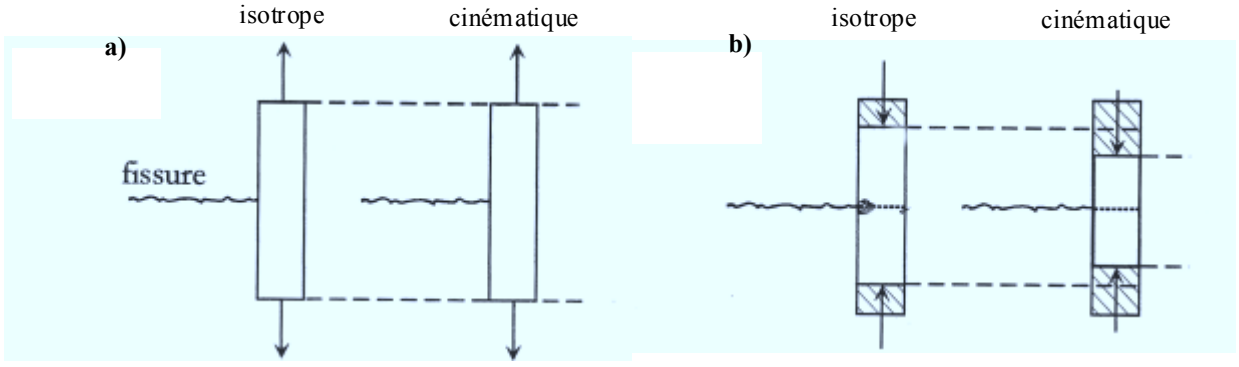


Figure E - 11 : Ouverture (a) et fermeture (b) de fissure pour un matériau ayant un comportement isotrope ou cinématique [Sansoz, 2000].

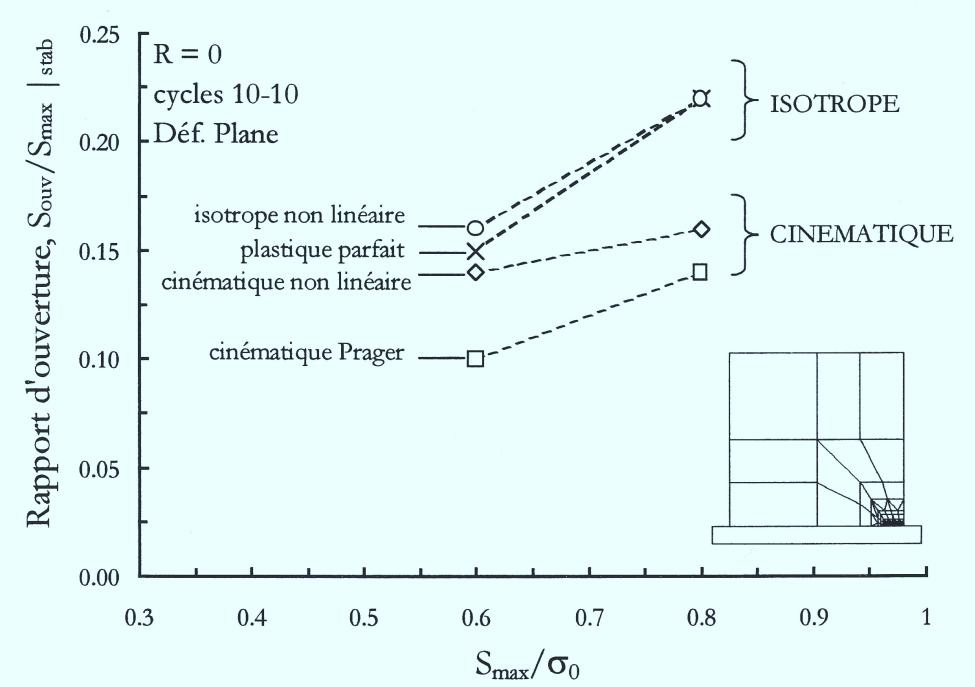


Figure E - 12 : Effet de l'écrouissage sur la valeur stabilisée de la fermeture de fissure en déformation plane [Sansoz, 2000].

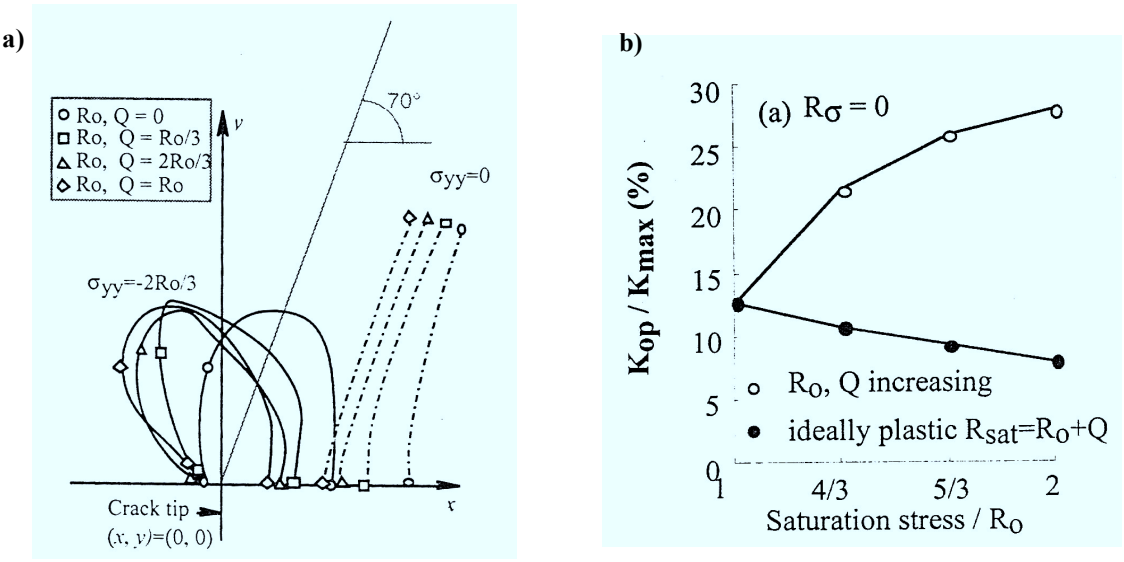


Figure E - 13 : a) Evolution de la zone plastique avec l'augmentation de l'écrouissage isotrope et b) influence de l'écrouissage isotrope et de la cission critique sur le niveau de fermeture de fissure [Pommier, 2000].

Pommier [2000] explique de façon plus précise le mécanisme de fermeture de fissure lié à l'écrouissage isotrope. Pour cela, l'auteur calcule par éléments finis les tailles de zone plastique de matériaux ayant une même cission critique (R_o=cste) mais un écrouissage croissant (augmentation de Q). On s'aperçoit que la zone plastique cyclique, située à l'avant de la pointe de fissure pour un matériau plastique parfait (Q=0), se déplace progressivement vers l'arrière de la fissure lorsque l'écrouissage augmente (Figure E - 13.a). De plus, la surface déformée plastiquement augmente. L'emplacement et la taille de la zone pastique d'un matériau à écrouissage isotrope influencent fortement le niveau de fermeture de fissure (Figure E - 13.b). En revanche, pour un matériau plastique parfait, l'augmentation de la limite d'élasticité provoque une diminution de fermeture. En effet, la taille de zone plastique est alors réduite. Dans tous les cas cependant, la fermeture de fissure du matériau écrouissable est supérieure à celle du matériau plastique parfait.

- Au Chapitre 7, nous avons étudié l'écrouissage cyclique des matériaux vieillis, défragilisé et à l'état initial. **Les écrouissages des deux matériaux vieillis et des deux matériaux non vieillis sont respectivement identiques**. Les parts d'écrouissage isotrope et cinématique ont été identifiées (Figure 7 - 19). Il apparaît que quel que soit le niveau de vieillissement, **l'écrouissage cinématique domine et augmente avec le vieillissement du matériau.**

Si on ne tient compte que de la fermeture par plasticité, on s'attend donc à ce que la **fermeture dans les matériaux vieillis soit inférieure à la fermeture dans les matériaux non vieillis**
De plus, le comportement cyclique du matériau défragilisé étant dans tous les cas identique à celui du matériau à l'état initial, les niveaux de fermeture de ces deux matériaux devraient être proches.

Il s'avère cependant que les prévisions ne correspondent pas exactement aux résultats expérimentaux. **De manière expérimentale, on trouve bien un niveau de fermeture des matériaux vieillis inférieur à celui des matériaux défragilisés. En revanche, les niveaux de fermeture des deux matériaux défragilisés sont très différents. De plus, la fermeture est nulle dans le matériau à l'état initial.**

Les variations de niveau de fermeture entre les matériaux non vieillis peuvent être liées à la contrainte maximale appliquée au cours de l'essai. En effet, les matériaux possédant la même limite d'élasticité, lorsque la contrainte maximale augmente, pour un même rapport de charge R, la fermeture de fissure diminue (Figure E - 14). Or les essais ont été réalisés pour quasiment les mêmes chargements maximaux dans les trois cas (Annexe 4). Les variations de fermeture de fissure ne sont donc pas liées au niveau de chargement maximal.

La variation de niveau de fermeture peut également provenir des contraintes résiduelles introduites lors du traitement thermique de défragilisation (1 100°C pendant 3 heures suivi d'une trempe à l'eau). Ces contraintes résiduelles sont d'ordre macroscopique et microscopique.

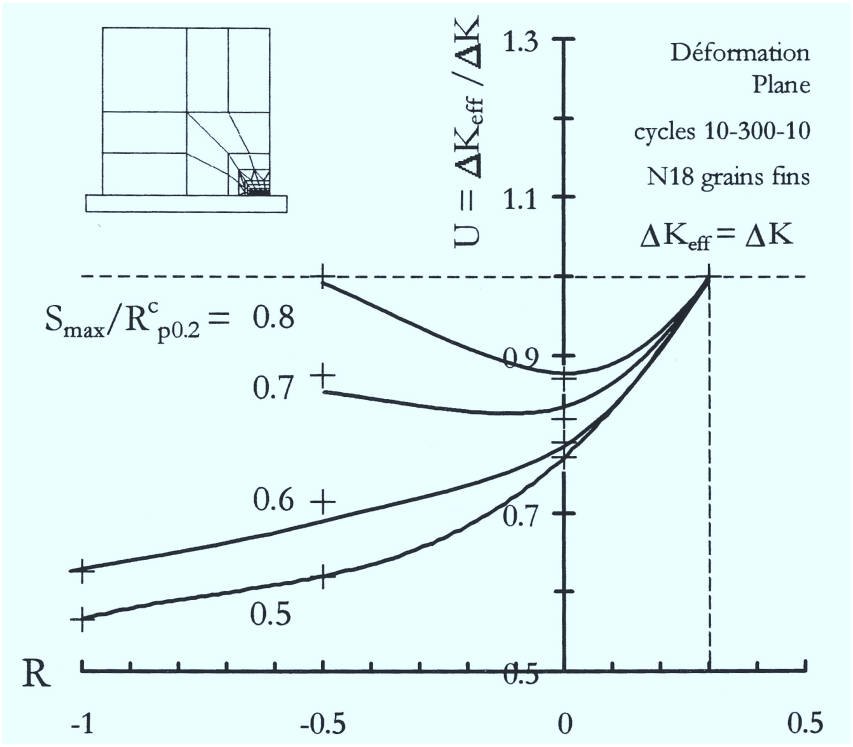


Figure E - 14 : Niveaux de fermeture calculés en déformation plane en fonction du rapport de charge et du rapport charge maximale sur limite d'élasticité [Sansoz, 2000].

Les contraintes résiduelles macroscopiques sont liées au gradient thermique introduit dans une pièce au cours de la trempe. Les traitements thermiques sur les éprouvettes de coudes EK et n°1 ont été réalisés sur les ébauches d'éprouvettes. La peau des ébauches, refroidie plus rapidement que le cœur, se retrouve en traction alors que le cœur est en compression (Figure E - 15.a). Pour le matériau à l'état initial, les contraintes résiduelles macroscopiques sont supposées être nulles dans l'épaisseur des éprouvettes car ces dernières ont été prélevées directement dans le coude moulé.

Que le matériau soit à l'état initial ou défragilisé, la peau des éprouvettes est en état de contrainte plane et le cœur, en état de déformation plane. Or, la fermeture de fissure est plus grande en contrainte plane qu'en déformation plane, ce qui signifie qu'il existe des contraintes de compression plus importantes en peau qu'en cœur d'éprouvette (Figure E - 15.b).

Les contraintes résiduelles se superposent aux contraintes de compression liées à l'état de contrainte (Figure E - 15.c). **Il est cependant impossible de se prononcer en ce qui concerne l'influence de ces champs de contraintes sur les niveaux de fermeture. Pour cela, il serait nécessaire de les quantifier dans l'épaisseur des deux types d'éprouvettes**.

Néanmoins, une vitesse de trempe supérieure pour la série d'éprouvettes défragilisées prélevées dans le coude n°1 par rapport à celles prélevées dans le coude EK aurait pour conséquence d'augmenter l'épaisseur sur laquelle les contraintes résiduelles sont de traction et donc de diminuer le niveau de fermeture de fissure.

Le champ de contraintes le long du front de fissure a une influence sur sa forme or nous n'avons rien pu remarquer sur les surfaces de rupture des éprouvettes. En effet, celles-ci sont ouvertes en traction en fin d'essai de fatigue ce qui provoque une forte déformation plastique et ne permet donc pas d'observer une possible variation de forme du front de fissure.

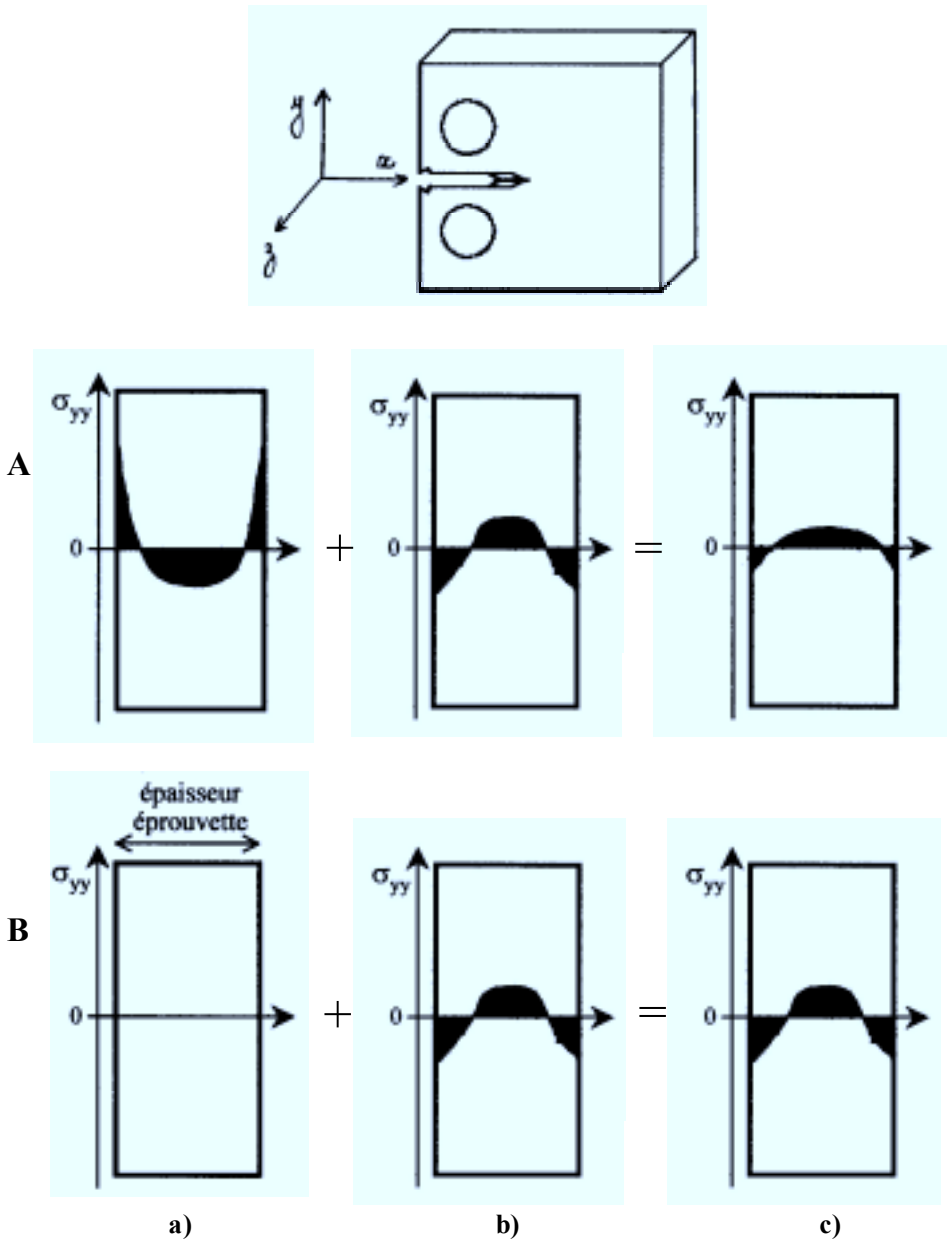


Figure E - 15 : Représentation schématique des contraintes résiduelles macroscopiques dans l'épaisseur d'une éprouvette CT pour une éprouvette défragilisée (A) et à l'état initial (B).

a) σ_r liées au traitement thermique
b) σ_r liées à l'état de contrainte plane et de déformation plane
c) somme des deux

Les contraintes résiduelles microscopiques proviennent de la différence de coefficient de dilatation entre ferrite et austénite. Pour se représenter le mécanisme d'apparition des contraintes résiduelles, on peut considérer deux barres, l'une de ferrite, l'autre d'austénite, subissant des variations de températures entre une température très élevée et 20°C. Cette représentation est bien entendu fortement simplifiée par rapport à la structure réelle du matériau.
Le matériau est maintenu suffisamment longtemps à haute température pour que les lattes de ferrite et d'austénite aient la même longueur (Figure E - 16.a). D'ailleurs, ce qui ressemble à des cellules de polygonisation a été observé dans les matériaux à l'état initial et à l'état défragilisé (Figure 9.1 – 5). Ceci est certainement le signe d'une relaxation des contraintes : les dislocation, sous l'effet de la température, se rassemblent en position d'énergie minimale [Frost et Ashby, 1982]. Au cours du refroidissement, si les lattes étaient indépendantes, l'austénite se contracterait plus que la ferrite car son coefficient de dilation est supérieur ($\varepsilon = \alpha \Delta T$) [Fisher et al., 1990] et [Silberschmidt et Werner, 1999] (Figure E - 16.b). Cependant, les deux phases étant bipercolées, on peut considérer que leurs déformations sont égales. Par conséquent, la ferrite est en compression et l'austénite en traction (Figure E - 16.c).

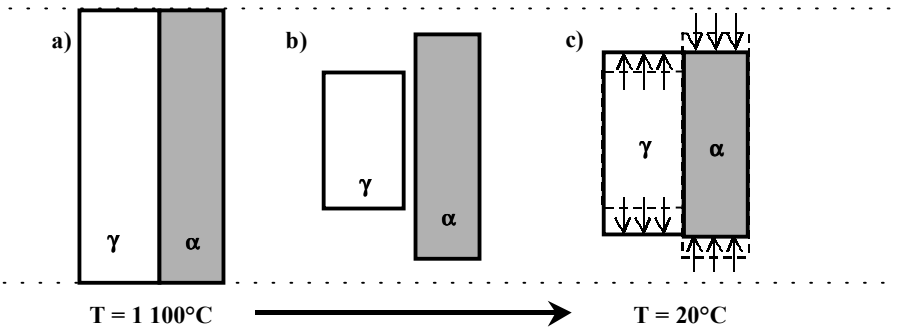


Figure E - 16 : Génération des contraintes résiduelles au cours du refroidissement du biphasé.

Pour les traitements de défragilisation, la taille des pièces est suffisamment faible pour que la trempe soit quasiment instantanée. En revanche, le coude moulé est tellement massif que le cœur de la pièce refroidit lentement permettant ainsi la relaxation partielle des contraintes liées aux différences de coefficients de dilatation de la ferrite et de l'austénite. **Les contraintes résiduelles microscopiques sont donc beaucoup plus faibles dans le matériau à l'état initial que dans le matériau défragilisé** (Figure E - 17).

Des études menées sur des composites [Fitzpatrick et al., 1995], [Fitzpatrick et al., 1998] et sur des aciers à haut carbone [Almer et al., 1998] ont mis en évidence que les contraintes résiduelles microscopiques sont gommées en quelques cycles par la déformation plastique cyclique. En revanche, les contraintes résiduelles macroscopiques n'évoluent que légèrement. **Ce ne sont donc pas les contraintes résiduelles microscopiques mais les contraintes résiduelles macroscopiques qui pourraient être à l'origine des différences de niveau de fermeture entre matériaux non vieillis**.

Néanmoins, les contraintes résiduelles n'expliquent pas le fait qu'il n'y ait pas de fermeture de fissure dans le matériau à l'état initial. En effet, les contraintes résiduelles

macroscopiques dans les matériaux à l'état initial sont supérieures ou égales à celles mesurées dans les matériaux vieillis (relaxation des contraintes au cours du traitement thermique à 400°C). Or il existe de la fermeture dans les matériaux vieillis. De plus, la rugosité de la surface de rupture et l'écrouissage cyclique à composante isotrope non négligeable du matériau à l'état initial devraient provoquer de la fermeture. Ayant vérifié le bon fonctionnement de l'extensomètre, **l'absence de fermeture dans ce matériau reste inexpliquée**.

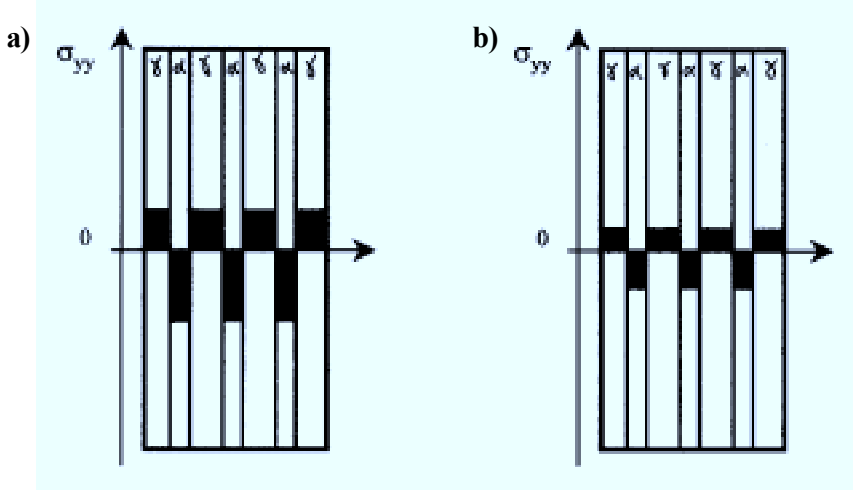


Figure E - 17 : Représentation qualitative des niveaux de contraintes résiduelles microscopiques dans le matériau défragilisé (a) et dans le matériau à l'état initial (b).

Conclusions :

Dans les aciers austéno-ferritiques, la rugosité et la plasticité sont toutes deux à l'origine de la fermeture de fissure.

Pour un même niveau de vieillissement, donc à plasticité égale, la fermeture va varier en fonction de la rugosité de la surface de rupture et donc de la structure de solidification du matériau.

En revanche, pour une même structure de solidification, donc une même rugosité, la plasticité cyclique va être responsable des différences de niveau de fermeture. Plus la nature de l'écrouissage du matériau est isotrope, plus la fermeture de fissure va être importante. On retrouve ainsi la différence de niveau de fermeture mesurée expérimentalement à l'ambiante entre matériaux vieillis et matériaux défragilisés. Les deux matériaux défragilisés présentent des fermetures différentes, ce qui pourrait être attribué à des champs de contraintes résiduelles macroscopiques différents introduits au cours du traitement thermique de défragilisation. En revanche, le fait que le niveau de fermeture n'ait pas pu être mis en évidence dans le matériau à l'état initial testé à l'ambiante reste inexpliqué. En effet, ce matériau présente le même comportement cyclique que le matériau défragilisé. De plus, la rugosité de la surface de rupture est telle, qu'à elle seule, elle devrait introduire de la fermeture de fissure.

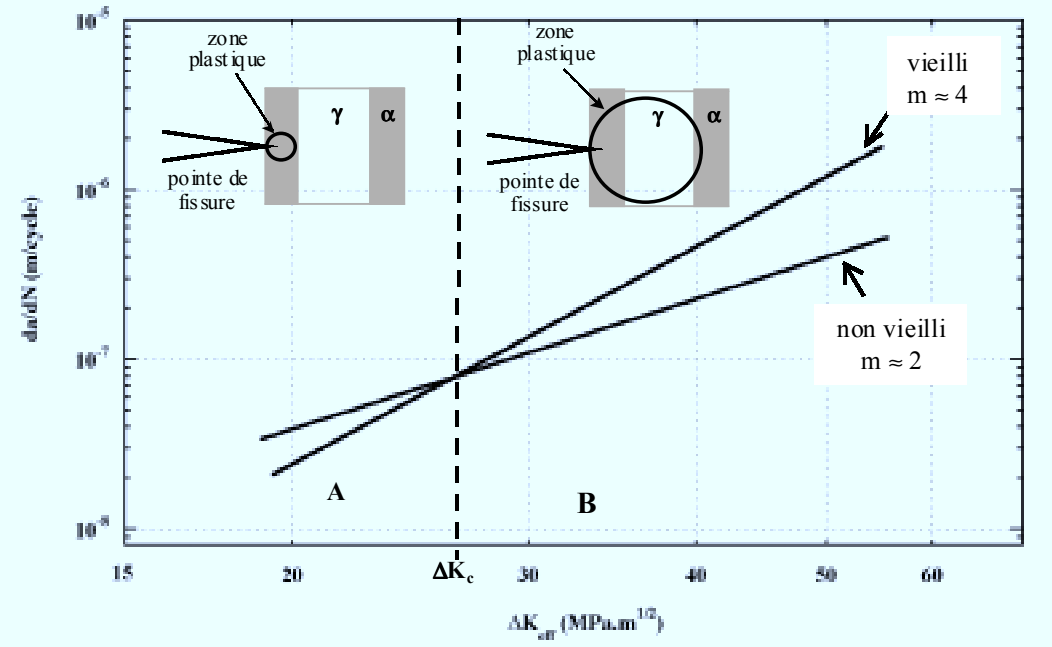


Figure E - 18 : Influence du vieillissement sur les vitesses de propagation intrinsèques des matériaux équiaxes testés à l'ambiante.

	ΔK_c (MPa.√m)	σ_{yc} (MPa)	ZP_c (µm)	γ moyen (µm)	α moyen (µm)	**ZP_c / γmoy**	**ZP_c / αmoy**
Coude n°1	26	450	89	60	40	**1.5**	**2.2**
Coude EK	20	450	52	127	45	**0.5**	**1.15**

*Tableau E - 1 : Nombre de lattes dans la **zone plastique cyclique du matériau vieilli** lorsque les **vitesses intrinsèques** dans le matériau vieilli et dans le matériau non vieilli sont équivalentes.*

	R	ΔK_c (MPa.√m)	σ_y (MPa)	ZP (µm)	γ moyen (µm)	**ZP / γmoy**
[Iturgoyen et Anglada, 1997]	0.1	27.5	831	140	15	**9.5**
[Iturgoyen et Anglada, 1997]	0.5	16	831	10	15	**0.7**
[Mateo et al., 1998]	0.1	9	900	13	10	**1.3**
[Wasen et al., 1990]	0.05	13	1750	6.5	1	**6.5**

*Tableau E - 2 : Nombre de lattes dans la **zone plastique monotone du matériau vieilli** lorsque les **vitesses de propagation** dans le matériau vieilli et dans le matériau non vieilli sont équivalentes.*

$$ZP_{monotone} = \frac{1}{3\pi}\left(\frac{\Delta K_c}{\sigma_y \times (1-R)}\right)^2$$

10.3. ETUDE DES VITESSES DE PROPAGATION INTRINSEQUES

Dans cette partie, on s'intéresse à l'influence du vieillissement sur les vitesses de propagation intrinsèques relevées à l'ambiante dans les matériaux équiaxes. C'est en effet pour ces conditions expérimentales que les mesures de fermeture sont les plus fiables.

On constate que la pente de la droite de Paris (m) augmente avec le vieillissement du matériau (Figure E - 18) : celle-ci vaut 2 pour le matériau non vieilli et 4, pour le matériau vieilli. **Il existe donc une amplitude du facteur d'intensité des contraintes (ΔK_c) pour laquelle les vitesses dans le matériau vieilli et dans le matériau non vieilli sont équivalentes. En deçà de ΔK_c, l'avancée de la fissure est plus rapide dans le matériau non vieilli que dans le matériau vieilli. Au delà de ΔK_c, la tendance s'inverse.** Cette observation expérimentale est confirmée par la littérature. En effet, les auteurs ayant réalisé des essais de propagation de fissure à des vitesses suffisamment faibles ($da/dN < 10^{-7}$ m/cycle) constatent également un croisement des droites de Paris entre les matériaux vieilli et non vieilli [Iturgoyen et Anglada, 1997] (Figure 3 – 6 et Figure 3 – 11), [Mateo et al., 1998] (Figure 3 – 9) et [Wasen et al., 1990]. Il est à noter que pour l'ensemble des matériaux étudiés, ce croisement se produit toujours sensiblement pour des vitesses de l'ordre de 10^{-7} à 10^{-8} m/cycle.

- **L'existence d'un facteur d'intensité critique pour lequel l'influence du vieillissement sur les vitesses de propagation s'inverse laisse supposer une modification dans les mécanismes de propagation. Nous nous sommes alors intéressés aux tailles relatives de la zone plastique et des lattes de ferrite et d'austénite.**

Dans les matériaux moulés, la fissure ne se propage pas toujours perpendiculairement aux lattes. Elle peut les traverser selon leur longueur, leur largeur ou selon un angle quelconque compris entre ces deux directions (Figure E - 2). Nous avons cependant choisi de manière approximative une taille de latte correspondant à la moyenne entre la plus grande et la plus petite largeur (§ 5.2.1). Les tailles de lattes sont ensuite comparées aux tailles de zones plastiques cycliques calculées pour ΔK_c dans le matériau vieilli (Tableau E - 1).

$$ZP_c = \frac{1}{12\pi}\left(\frac{\Delta K_c}{\sigma_{yc}}\right)^2$$

Où σ_{yc} est la limite d'élasticité cyclique du matériau vieilli.

En tenant compte du fait que les tailles de lattes sont variables et que la fissure n'est pas toujours perpendiculaire aux lattes, on peut considérer que **les vitesses de propagation intrinsèques aux matériaux vieilli et non vieilli sont équivalentes lorsque la zone plastique cyclique est de l'ordre de grandeur de la latte. En deçà de ΔK_c, la zone plastique cyclique est contenue dans la latte et au delà de ΔK_c, celle-ci englobe plusieurs lattes.**

Nous avons exploité les données de la littérature afin de confirmer nos résultats (Tableau E - 2). Les auteurs considérés ont fait propager une fissure perpendiculairement aux lattes de matériaux laminés. Dans ce cas, la taille de latte est définie de manière plus précise : il s'agit de sa largeur. Cependant, les rapports zone plastique / taille de latte restent des estimations. En effet, d'une part nous n'avons à notre disposition que les limites d'élasticité monotone et d'autre part, les vitesses de propagation ne sont pas toutes intrinsèques dans la mesure où elles sont généralement déterminées pour un rapport de charge (R) de 0.1, donc en présence de fermeture. Ces paramètres étant pris en compte, on peut

considérer que les vitesses de propagation dans les matériaux vieilli et non vieilli sont équivalentes lorsque la zone plastique cyclique est de l'ordre de grandeur de la taille de latte. Les essais qu'Iturgoyen et Anglada ont réalisés pour un rapport de charge de 0.5 (donc en l'absence de fermeture) sont d'ailleurs en bon accord avec nos résultats expérimentaux.

➢ **Lorsque l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes est supérieure à ΔK_c**, les vitesses de propagation dans le matériau vieilli sont supérieures à celles mesurées dans le matériau non vieilli. De plus, la zone plastique cyclique englobe plusieurs lattes de ferrite et d'austénite.

Une pente de la droite de Paris d'une valeur de 2 dans le matériau non vieilli indique que la croissance de la fissure est régie par l'ouverture en fond de fissure [Bathias et Baïlon, 1980]. Dans ce modèle, on fait l'hypothèse que la fissure de fatigue progresse par glissement du fond de fissure dans des directions orientées à 45° par rapport au plan de propagation. Ceci est bien le cas si on observe les faciès de rupture des matériaux non vieillis (§ 9.1.2, Figure 9.1 - 19 et Figure 9.1 - 28). Comme le montre la Figure E - 19, il y a, pour des raisons de géométrie, proportionnalité entre da/dN et δ, δ étant l'écartement en fond de fissure et da/dN l'écartement entre les stries en supposant qu'une strie est formée à chaque cycle.

$$\delta = \frac{\Delta K^2}{4E\sigma_y}$$

$$\frac{da}{dN} = \frac{1}{8} \times \frac{\Delta K^2}{E\sigma_y} = \alpha \Delta K^2$$

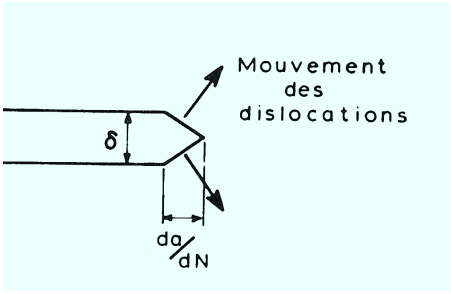


Figure E - 19 : Représentation schématique de l'ouverture de la pointe de fissure [Bathias et Bailon, 1980].

L'augmentation de la pente de la droite de Paris avec le vieillissement peut tout d'abord s'expliquer simplement par la rupture fragile de la ferrite. On considère ce qu'on appelle un modèle de rupture en série. Le clivage a lieu en un seul cycle. Par conséquent, si, dans le matériau non vieilli, la fissure met N cycles pour avancer de a mm, dans le matériau vieilli, la fissure se propagera de la même distance en (N - %α clivée×N) cycles. La vitesse de propagation dans le matériau non vieilli vaut alors Δa/ΔN et dans le matériau vieilli, Δa/((1 - %α clivée)ΔN). La relation entre $(da/dN)_{vieilli}/(da/dN)_{non\ vieilli}$ et la proportion de ferrite clivée s'écrit donc de la manière suivante dans le cas d'un modèle de rupture en série : $(da/dN)_{vieilli}/(da/dN)_{non\ vieilli} = 1/(1 - \%\alpha\ clivée)$.
La proportion de clivage mesurée sur la surface de rupture des éprouvettes vieillies est de 20% (Tableau 9.4 – 2). Par conséquent, la vitesse de propagation dans le matériau vieilli est, avec cette

approche simpliste, théoriquement supérieure d'un facteur 1.25 à celle relevée dans le matériau non vieilli et ce, quelle que soit la valeur de ΔK.

Or si on place les valeurs de $(da/dN)_{vieilli}/(da/dN)_{non\ vieilli}$ mesurées expérimentalement pour différentes valeurs de ΔK (ΔK = 30 et 45 MPa.√m) dans le repère $(da/dN)_{vieilli}/(da/dN)_{non\ vieilli}$ - %α clivée sur la surface de rupture, on constate que le rapport des vitesses expérimentales est supérieur à 1.25 (Figure E - 20). Ce résultat est confirmé par les données de la littérature ([Marrow et King, 1994]). **L'effet accélérateur dû à la rupture instantanée de la ferrite par clivage n'est donc pas suffisant pour expliquer l'augmentation de vitesse liée au vieillissement.**

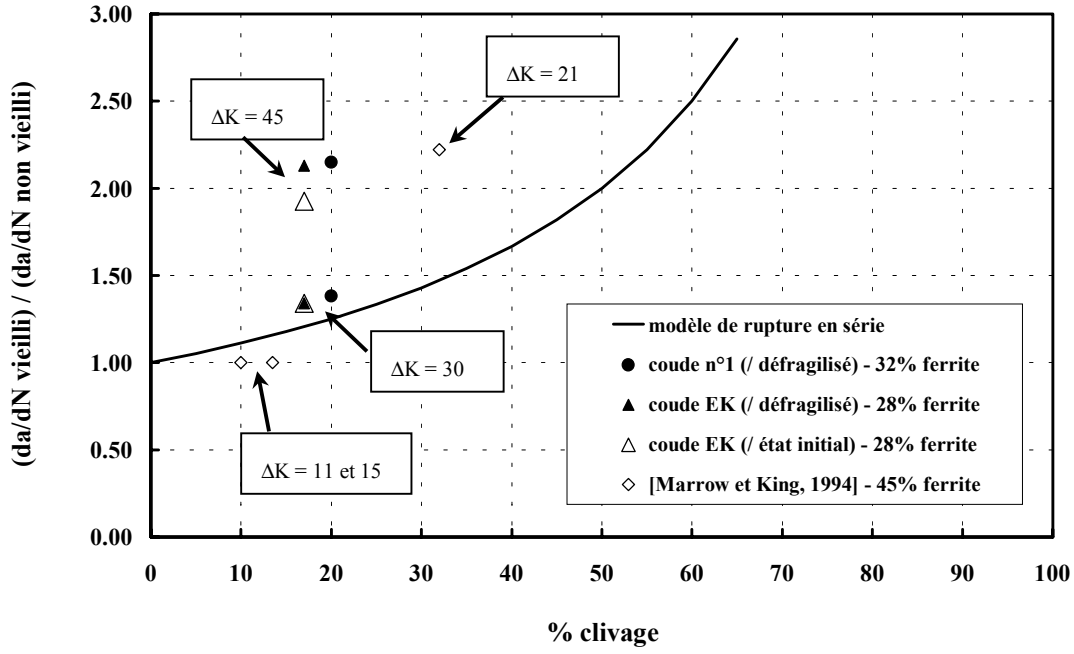


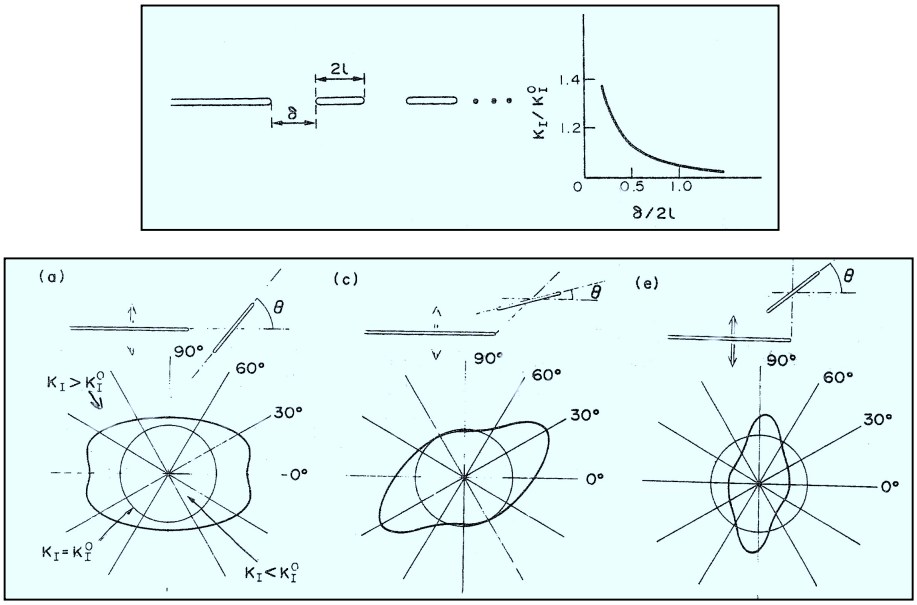
Figure E - 20 : Influence du clivage sur le rapport de vitesses de propagation intrinsèques dans le matériau vieilli et le matériau non vieilli.

La présence d'endommagement et de fissures secondaires autour de la fissure principale peut, selon leur position par rapport à cette dernière, provoquer une augmentation ou une diminution de la force motrice en pointe de fissure principale [Kachanov et Montagut, 1986].

L'endommagement par clivage situé à l'avant du front de fissure, dans le plan de la fissure principale, augmente la force motrice. Celui-ci a en revanche rarement été observé. Les décohésions aux interfaces ainsi que les fissures secondaires (plus nombreuses que dans le matériau non vieilli) peuvent également, selon leur orientation par rapport à la fissure principale, augmenter la vitesse de propagation de celle-ci (Figure E - 21.A).

Cependant, l'orientation des décohésions interfaciales et des fissures secondaires peut tout aussi bien être défavorable à l'avancée de la fissure principale (Figure E - 21.B). Il en est de même pour l'endommagement par clivage à l'avant de la pointe de fissure s'il n'est pas situé dans le plan de celle-ci (effet d'écrantage). Ducourthial [2001] a cependant montré par simulation numérique que cet effet d'écrantage s'atténue lorsque la vitesse de propagation de la fissure principale augmente.

A



B

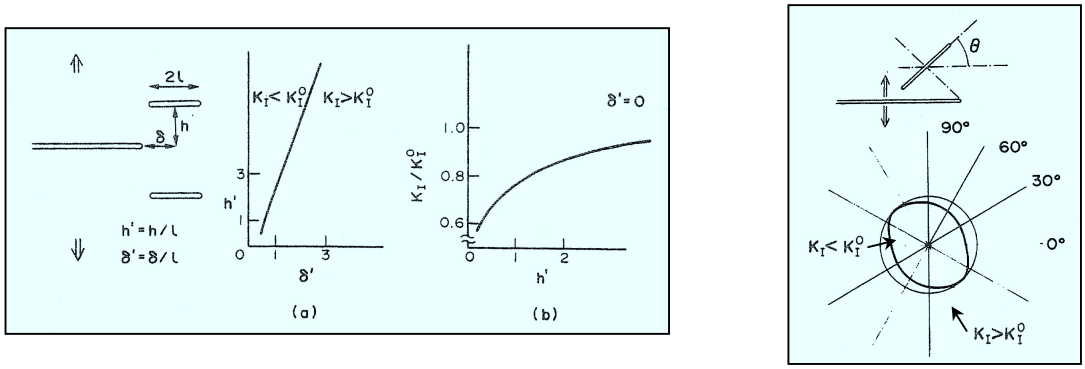


Figure E - 21 : Comparaison du facteur d'intensité des contraintes en pointe de fissure principale en l'absence de fissures secondaires (K_I^0) et en présence de fissures secondaires (K_I). Effet d'accélération (A) et d'écrantage (B). [Kachanov et Montagut, 1986].

L'irrégularité de front de fissure constatée sur ces matériaux à structure grossière ne présente pas, quant à elle, d'ambivalence. En effet, celle-ci **provoque de façon certaine l'accélération de la vitesse de propagation**. Or le front de fissure est moins régulier pour les matériaux vieillis que pour les matériaux non vieillis.

Bréat [1983] a usiné par électroérosion une entaille à front sinusoïdal dans une éprouvette CT. Le marquage thermique du front de fissure met en évidence que la fissure tend à redresser son front de propagation avant de progresser globalement. En effet, le facteur d'intensité des contraintes est nul aux sommets des pointes de l'entaille et infini aux creux de celles-ci [Bui et Putot, 1979]. Il en résulte une augmentation de la vitesse d'avancée de fissure sur les courbes globales da/dN = f(ΔK) pendant toute la phase de redressement du front.

Les facteurs d'accélération et de ralentissement de la fissure sont récapitulés et classés par ordre d'importance décroissante dans le Tableau E - 3.

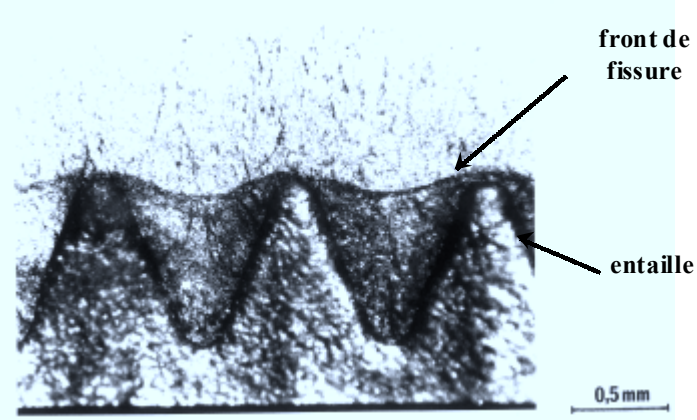
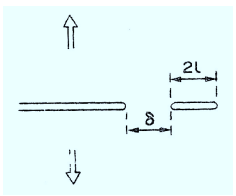


Figure E - 22 : Propagation de fissure à partir d'une entaille à front sinusoï dal et marquage du front après 7 500 cycles, [Bréat, 1983].

accélération	**ralentissement**
% de ferrite clivée (1/(1-%α))	
irrégularité du front de fissure	
fissures secondaires	fissures secondaires
décohésions aux interfaces	décohésions aux interfaces
endommagement par clivage à l'avant du front de fissure	endommagement par clivage à l'avant du front de fissure



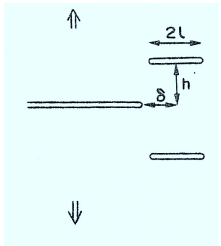


Tableau E - 3 : Tableau récapitulatif des mécanismes pouvant provoquer l'accélération ou le ralentissement de la fissure principale. Classement par ordre décroissant d'importance.

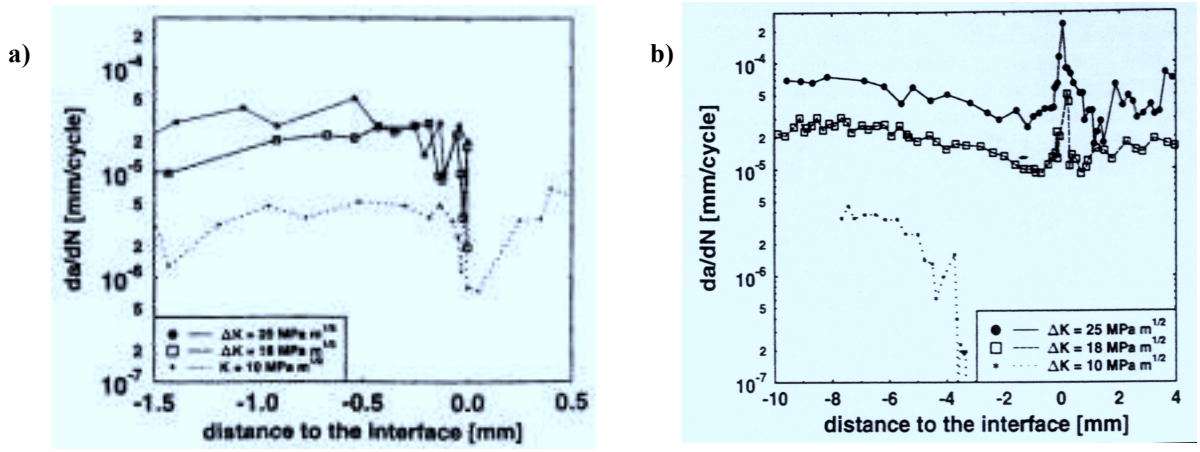


Figure E - 23 : Vitesses de propagation de fissure par fatigue en fonction de la distance à l'interface pour différentes valeurs de ΔK. Essai réalisé dans l'assemblage de deux matériaux : un matériau dur (SAE) et un matériau mou (ARMCO). Propagation du matériau mou vers le matériau dur (a) et du matériau dur vers le matériau mou (b) [Pippan et al., 2000].

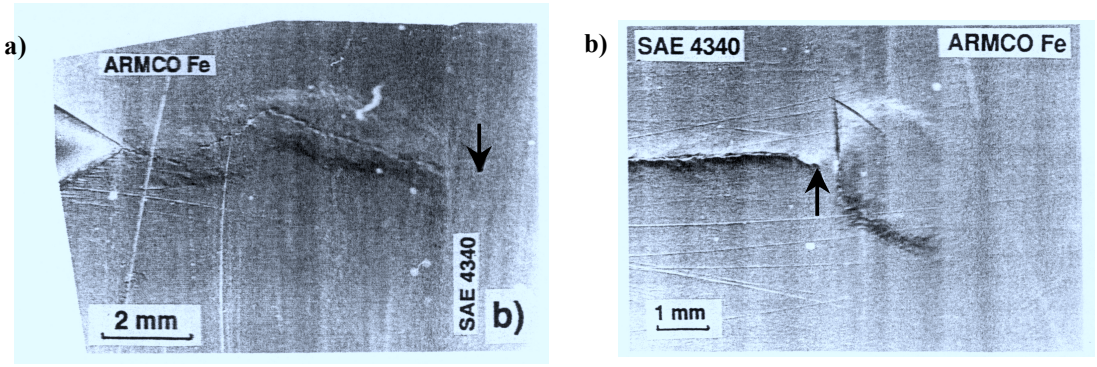


Figure E - 24 : Observation en microscopie optique de la zone plastique au cours d'une propagation de fissure du matériau mou vers le matériau dur (a) et du matériau dur vers le matériau mou (b). La pointe de fissure est repérée par une flèche. [Pippan et al., 2000].

➢ **Lorsque l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes est inférieure à ΔK_c**, la taille de la zone plastique cyclique est inférieure ou égale à celle de la latte de ferrite ou d'austénite. **La fissure traverse donc une alternance de zones dures (ferrite vieillie ou non vieillie, $\sigma_y \geq 290$ MPa) et de zones molles (austénite, $\sigma_y = 200$ MPa)**. Or la vitesse de propagation de fissure varie selon la dureté relative de la zone approchée. Suresh et al. [1992] et Sugimura et al. [1995] l'ont mis en évidence au cours de l'enregistrement de la vitesse de propagation de fissure par fatigue dans une éprouvette constituée de l'assemblage par soudage d'un bloc de ferrite et d'un bloc d'austénite. Cette étude a ensuite été reprise par Riemelmoser et Pippan [2000] et Pippan et al. [2000]. Ceux-ci ont réalisé l'assemblage par soudage-diffusion d'un bloc de fer pur ARMCO (phase molle, $\sigma_y = 140$ MPa) et d'acier ferritique SAE (phase dure, $\sigma_y = 530$ MPa). L'avantage de ce nouvel assemblage est de ne

pas présenter de contraintes résiduelles au niveau de l'interface car, contrairement à la ferrite et à l'austénite, le fer ARMCO et l'acier ferritique possèdent le même coefficient de dilatation thermique.

Il a été mis en évidence que **l'avancée de la fissure est ralentie d'un facteur 10 au niveau de l'interface lorsqu'elle se propage de la phase molle vers la phase dure** (Figure E - 23.a). En effet, la zone plastique cyclique reste confinée dans la phase molle et s'étend difficilement à la phase dure (Figure E - 24.a). Il en résulte une augmentation de la fermeture de fissure et donc une diminution de la force motrice en pointe de fissure (Figure E - 25). En revanche, **l'avancée de fissure est accélérée également d'un facteur 10 au niveau de l'interface lorsqu'elle se propage de la phase dure vers la phase molle** (Figure E - 23.b). Dans ce cas, la zone plastique cyclique, plus étendue dans la phase molle que dans la phase dure (Figure E - 24.b), provoque une diminution de la fermeture et donc une augmentation de la force motrice en pointe de fissure.

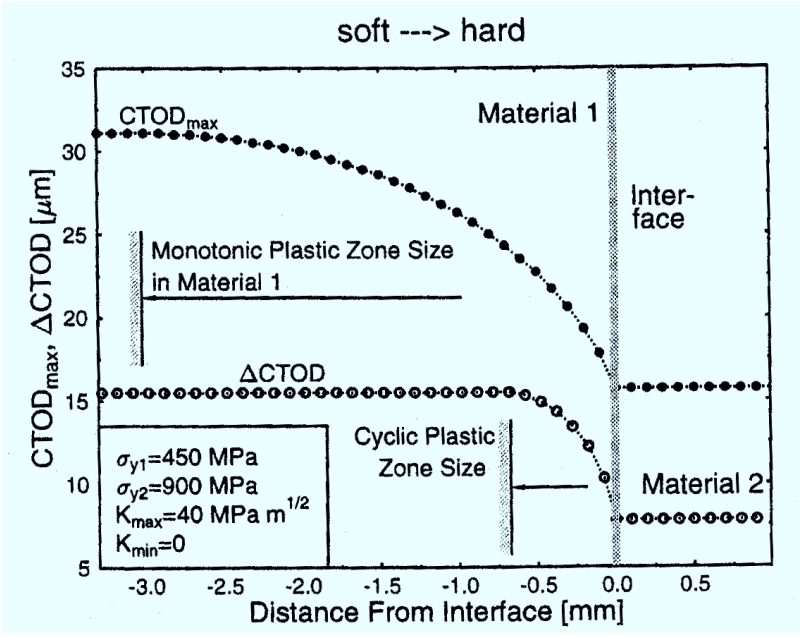


Figure E - 25 : Evolution du Crack Tip Opening Displacement en fonction de la distance à l'interface pour des sollicitations monotone et cyclique. Propagation de fissure du matériau mou vers le matériau dur. [Riemelmoser et Pippan, 2000].

Dans le matériau non vieilli, lorsque la pointe de fissure est dans une latte d'austénite, la vitesse de propagation diminue à l'approche de l'interface avec la ferrite. Au contraire, lorsque la pointe de fissure est dans la ferrite, la vitesse augmente à l'approche de l'austénite. **La propagation de fissure est donc une succession d'accélérations et de ralentissements locaux qui s'annihilent**.

Dans le matériau vieilli, lorsque la pointe de fissure est dans une latte d'austénite, à l'approche de l'interface avec la ferrite, la vitesse de propagation diminue de manière plus importante que dans le matériau non vieilli. En effet, la différence de limite d'élasticité entre les deux phases est accentuée, ce qui rend encore plus difficile l'extension de la zone plastique à la ferrite. Lorsque la pointe de fissure est dans la ferrite, la vitesse est sensée augmenter à l'approche de l'austénite. Cependant, quelle que

soit l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes, nous avons observé que les lattes de ferrite rompent par clivage. Ceci signifie que la rupture est instantanée et que l'accélération locale n'est liée qu'au clivage de la ferrite. La propagation de fissure est donc également, dans ce cas, une succession d'accélérations et de ralentissements locaux. Cependant les accélérations locales liées au clivage sont certainement inférieures ou égales à celles liées à la différence de limite d'élasticité entre la ferrite non vieillie et l'austénite. Ceci expliquerait que les ralentissements locaux dans l'austénite soient prépondérants pour le matériau vieilli et donc que la vitesse de propagation globale soit plus faible dans le matériau vieilli par rapport au matériau non vieilli.

Par conséquent, **la présence d'une phase dure augmente la résistance d'un matériau à la propagation de fissure par fatigue sous faibles chargements**. Ce type de comportement est également observé sur des composites à matrice métallique renforcés par des particules dures [Ding et al., 2000].

Conclusions :

A l'ambiante, les vitesses intrinsèques d'avancée de fissure dans le matériau vieilli présentent une pente de la droite de Paris supérieure à celle du matériau non vieilli. Il existe donc une amplitude du facteur d'intensité des contraintes (ΔK_c) pour laquelle les vitesses dans le matériau vieilli et dans le matériau non vieilli sont équivalentes. Pour cette valeur ΔK_c, la taille de la zone plastique cyclique est du même ordre de grandeur que celle des lattes de ferrite et d'austénite. Par conséquent, aux chargements inférieurs à ΔK_c, la zone plastique cyclique est confinée dans une latte tandis qu'elle englobe plusieurs lattes aux chargements supérieurs.

Lorsque la zone plastique est plus petite que la latte, la présence d'une phase dure ralentit l'avancée de la fissure. Les vitesses de propagation dans le matériau vieilli sont donc inférieures à celles mesurées dans le matériau non vieilli.

En revanche, lorsque la zone plastique englobe plusieurs lattes, l'augmentation de vitesse dans le matériau vieilli est supérieure à l'augmentation liée à la rupture instantanée de la ferrite par clivage. En effet, l'endommagement, les fissures secondaires et le front de fissure irrégulier sont autant de facteurs accélérateurs de la fissure principale.

Partie F :

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

CONCLUSIONS GENERALES

Certains composants des tuyauteries du circuit primaire des réacteurs à eau sous pression sont en acier inoxydable austéno-ferritique moulé. L'austénite assure une certaine ductilité, ce qui limite les risques de rupture brutale. La ferrite, quant à elle, permet de compenser les faibles résistances à la corrosion sous contrainte et à la traction de la phase austénitique, mais également d'éviter la fissuration à chaud au cours du moulage. Cependant, les transformations microstructurales qui surviennent dans la phase ferritique suite à un maintien prolongé à la température de service de 320°C provoquent une chute de ductilité, résilience et ténacité du matériau. Les conséquences du vieillissement thermique sur la tenue en service des composants ont fait l'objet de nombreux programmes de recherche. Or la plupart de ceux-ci concerne la résistance à la déchirure sous sollicitation monotone. Très peu d'études ont été consacrées au comportement cyclique et notamment à la résistance à la fissuration par fatigue.

L'objectif premier de ce travail de recherche consiste à **étudier les vitesses et les mécanismes de propagation de fissure par fatigue en fonction du niveau de vieillissement du matériau et de la température d'essai** (20°C / 320°C). Les vitesses de propagation intrinsèques au matériau (c'est-à-dire les vitesses exemptes de fermeture) sont déterminées à partir des mesures de **fermeture de fissure**.
Afin de mieux comprendre les mécanismes d'endommagement et de rupture et surtout le rôle joué par l'orientation cristallographique des phases dans la propagation de fissure, la **microstructure du matériau** est étudiée en détail et des éprouvettes sont prélevées de telle sorte que la **fissure se propage au travers de différentes structures de solidification** (propagation en zone équiaxe, parallèlement aux basaltes et perpendiculairement à ceux-ci).
Des mesures de **rugosité** sur les surfaces de rupture et l'étude du **comportement cyclique** des matériaux apportent des arguments expliquant les différences de niveau de fermeture selon les conditions expérimentales.
Ainsi l'étude que nous venons de présenter tente de faire le **lien entre microstructure, propriétés mécaniques en fatigue / fissuration et mécanismes d'endommagement et de rupture**.

Notre contribution à la connaissance du comportement à la fissuration des aciers austéno-ferritiques porte principalement sur les points suivants :

1. Synthèse bibliographique sur la propagation de fissure par fatigue

Au cours de cette synthèse bibliographique, nous avons tenu compte des modes d'élaboration des matériaux (laminage ou moulage), de leur teneur en ferrite, de la température et de la durée du vieillissement. Nous avons ainsi mis en évidence **qu'il existe autant de comportements à la fissuration que d'aciers austéno-ferritiques**. Il est par conséquent nécessaire d'étudier chaque matériau en particulier afin d'obtenir des résultats fiables.

Il apparaît également que **les mécanismes de fermeture et que le chemin cristallographique de la fissure n'ont pas été étudiés**. Ces deux thèmes font donc partie de l'originalité de ce travail de thèse.

2. Nouveaux outils mis en oeuvre

- *Trempe en Solidification Dirigée*

Si nous ne sommes pas les seuls à avoir utilisé la Trempe en Solidification Dirigée (TSD), cette technique expérimentale reste néanmoins peu courante. Elle consiste à remettre en solution un barreau de métal, à le refroidir lentement jusqu'à une température inférieure à la température de solidus puis à le tremper. Ceci permet d'observer sur le même barreau les microstructures correspondant à chaque température comprise entre la température de liquidus et la température de trempe, donc de remonter aux étapes de solidification.
Dans le cadre de l'étude de la formation de la microstructure du matériau, nous avons **ainsi démontré de manière expérimentale que la ferrite apparaît en premier.** Ceci n'aurait **pas pu être mis en évidence de manière classique à partir des diagrammes de phases**. En effet, les diagrammes disponibles sont des diagrammes ternaires Fe-Cr-Ni. Il est alors nécessaire de calculer des teneurs en chrome équivalent (éléments alphagènes) et nickel équivalent (éléments gammagènes). Cependant, les formules donnant les teneurs en chrome et nickel équivalents ainsi que les diagrammes Fe-Cr-Ni sont si nombreux que, selon le diagramme et les formules choisis, la solidification primaire peut se faire soit en ferrite, soit en austénite.
En revanche, l'apparition d'austénite péritectique et les forts phénomènes de recalescence sont sans doute dus à la géométrie des barreaux de trempe. Ils ne sont probablement pas observés sur structures réelles.

- *Dissolution sélective de la phase austénitique*

La dissolution sélective de l'austénite par électrolyse nous a permis de quantifier les proportions de ferrite et d'austénite rompues sur la surface de rupture des aciers non vieillis. En effet, la ferrite non vieillie rompt de manière ductile, tout comme l'austénite, rendant impossible la distinction entre les deux phases. Nous avons mis en évidence qu'il n'existe pas de **chemin préférentiel de fissure entre ferrite et austénite et que la proportion de ferrite rompue n'évolue pas avec l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes dans le domaine exploré ($20 < \Delta K < 55$ MPa.$\sqrt{m}$)**.

- *Détermination des plans cristallographiques de rupture par EBSD*

Sur section polie, à partir de l'orientation cristallographique du cristal déterminée par EBSD et de l'angle d'inclinaison de la trace de fissure par rapport au repère de l'échantillon, il est possible de déterminer le plan de rupture de la ferrite ou de l'austénite. Cette technique a largement été utilisée pour **étudier le chemin de fissuration en fonction du vieillissement et de la structure de solidification du matériau**.

3. Microstructure

La microstructure des aciers duplex moulés est très complexe. Les deux phases sont bipercolées et obéissent à des relations cristallographiques particulières. La microstructure est constituée de **trois échelles interconnectées qui ne peuvent être dissociées les unes des autres** : le grain ferritique convexe (≈ 2 à 3 mm), le grain austénitique non convexe constitué de lattes d'orientations morphologiques différentes (≈ 1 mm) et les lattes de ferrite et d'austénite (15 à 160 μm).

4. Effets du traitement thermique de défragilisation

Si la microstructure, les mécanismes de rupture et le comportement cyclique des matériaux défragilisé (traitement thermique à 1 100°C pendant 3 heures suivi d'une trempe à l'eau) et à l'état initial sont identiques, leurs comportements en fissuration ne le sont pas. En effet, les niveaux de fermeture de fissure dans les deux types de matériaux diffèrent. En revanche, les vitesses de propagation intrinsèques sont similaires. **Il semble néanmoins plus raisonnable d'étudier le matériau à l'état initial que le matériau à l'état défragilisé**.

5. Mécanismes de propagation de fissure par fatigue

- **L'endommagement du matériau dans la ferrite**, même à l'état vieilli, **est très rarement observé** que ce soit sous la surface de rupture ou en pointe de fissure. Les rares lattes de ferrite rompues à l'avant de la pointe de fissure sont situées dans la zone plastique cyclique (< 500 μm) et ont été identifiées par EBSD comme étant du clivage.

Avec le vieillissement du matériau, le mécanisme de rupture de la ferrite passe de ductile (cisaillement/stries) à fragile (clivage {100}α quasi majoritaire). L'augmentation de la température d'essai provoque la rupture de la ferrite majoritairement par cisaillement. Contrairement à la ferrite, le mécanisme de rupture de l'austénite n'est pas affecté par le vieillissement ou la température d'essai. Il s'agit principalement de **cisaillement aux faibles ΔK (aucun plan particulier n'a été identifié par EBSD)** et de stries ductiles aux forts ΔK. La différence de comportement entre les deux phases du matériau vieilli peut provoquer, selon l'orientation de celles-ci, des décohésions interfaciales.

- Dans le **matériau vieilli** et à l'ambiante, le chemin de fissuration est imposé par l'orientation cristallographique de la ferrite : **la fissure change de direction macroscopique aux joints de grains ferritiques afin de suivre les plans de clivage de la ferrite**. Cependant, **localement, c'est la compatibilité ou l'incompatibilité de déformation entre les lattes de ferrite et d'austénite situées dans la zone plastique cyclique qui sont responsables de la rupture de la ferrite par clivage ou par cisaillement**. C'est pourquoi, la proportion de ferrite rompue par cisaillement sur la surface de rupture est pratiquement aussi grande que celle rompue par clivage.

Dans le **matériau défragilisé**, les deux phases ont des comportements similaires. Le rôle de la ferrite est donc moins évident à déterminer, bien que **le plan macroscopique de la fissure semble correspondre aux plans de cisaillement de la phase ferritique**.

Même si la ferrite impose le chemin de fissuration, il n'existe **pas de chemin de fissuration préférentiel entre les deux phases**.

➢ Toutes ces observations permettent de conclure que **l'avancée de la fissure se fait par rupture successive des lattes de ferrite et d'austénite**. Au niveau du front de fissure, les lattes de ferrite rompent puis la fissure traverse comme elle le peut les lattes d'austénite voisines. C'est pourquoi aucun plan de rupture particulier n'a pu être identifié dans la phase austénitique où la fissure bifurque très fréquemment. Le chargement en pointe de fissure n'est cependant pas suffisant, dans la gamme de ΔK explorée, pour provoquer la formation d'une large zone semi-cohésive constituée de ligaments austénitiques à l'avant de la pointe de fissure.

➢ Etant donné que la fissure suit globalement les plans de clivage de la ferrite vieillie ou les plans de cisaillement de la ferrite non vieilli, le chemin de fissuration est particulièrement tortueux lors d'une propagation en zone équiaxe. En effet, chaque grain ferritique possède son orientation propre. Dans le matériau vieilli, lorsque la fissure se propage parallèlement aux basaltes, les plans de clivage activés ne sont pas tous orientés perpendiculairement à la direction de sollicitation. C'est pourquoi plusieurs fissures peuvent se propager parallèlement les unes aux autres dans l'épaisseur de l'éprouvette. En revanche, lorsque la fissure se propage perpendiculairement aux basaltes, elle trouve facilement un plan de clivage dans chaque nouveau grain ferritique.
La propagation de fissure en zone équiaxe ou parallèlement aux basaltes produit donc une forte rugosité de la surface de rupture et l'apparition de fissures secondaires. Au contraire, la propagation de fissure perpendiculairement aux basaltes se fait sans fissure secondaire ni surface de rupture chaotique.

6. Fermeture de fissure

A 320°C, les mesures de fermeture de fissure sont particulièrement délicates. Nous avons considéré qu'elles n'étaient pas suffisamment fiables pour être prises en considération. Seules les mesures réalisées à l'ambiante ont donc été retenues.

La rugosité non négligeable des surfaces de rupture participe au mécanisme de fermeture de fissure mais n'explique pas, à elle seule, les différences de niveaux de fermeture entre matériaux vieillis et non vieillis.

A même niveau de vieillissement, la fermeture de fissure dépend de la rugosité de la surface de rupture. Le niveau de fermeture mesuré en zone équiaxe ou parallèlement aux basaltes serait donc supérieur à celui qui aurait pu être mesuré perpendiculairement aux basaltes.

La fermeture de fissure est plus faible dans les matériaux vieillis que dans les matériaux non vieillis. Par conséquent, **pour une même structure de solidification, le niveau de fermeture de fissure diminue avec l'augmentation de la composante cinématique du comportement plastique cyclique**. Cependant le niveau de fermeture de fissure diffère entre les deux matériaux défragilisés et est nul pour le matériau à l'état initial. Si ce dernier résultat demeure inexplicable, les différences de champs de contraintes résiduelles macroscopiques résultant du traitement thermique de défragilisation peuvent être responsables des variations de fermeture de fissure entre matériaux défragilisés.

7. Vitesses de propagation de fissure par fatigue

- *Effet du vieillissement thermique*

A l'ambiante, le vieillissement thermique provoque une **augmentation de la pente de la droite de Paris** déterminée à partir des vitesses intrinsèques aux matériaux. La cinétique de propagation de fissure peut alors être séparé en **deux domaines : celui pour lequel les vitesses d'avancée de fissure sont plus faibles dans le matériau vieilli que dans le matériau non vieilli (domaine A) et celui pour lequel la tendance est inversée (domaine B).** Dans le domaine A, la zone plastique cyclique, plus petite que la latte, s'étend difficilement à la phase dure. Il en résulte un ralentissement de la fissure lié à une augmentation locale de la fermeture dans la phase molle. Dans le domaine B, l'augmentation de la vitesse de propagation dans le matériau vieilli n'est pas uniquement liée à la rupture de la ferrite par clivage. L'endommagement, les fissures secondaires et surtout le front de fissure irrégulier provoquent une accélération supplémentaire de la fissure principale.

- *Effet de la température d'essai*

L'effet de la température d'essai sur les vitesses de propagation de fissure n'est pas simple à dégager. En effet, l'augmentation de la température d'essai provoque une faible diminution des vitesses d'avancée de fissure dans les matériaux vieillis et une augmentation plus marquée de celles-ci dans le matériau à l'état initial. Cependant, les vitesses intrinsèques n'ayant pas été déterminées, ces tendances restent à confirmer.

- *Effet du rapport de charge*

Le matériau sollicité sous un rapport de charge de 0.1 ou de 0.4 présente les mêmes vitesses intrinsèques de propagation de fissure.

- *Effet de la structure de solidification*

La propagation de fissure se fait à la même vitesse en zone équiaxe ou parallèlement aux basaltes. Dans les deux cas, les changements fréquents de direction macroscopique de propagation et l'effet d'écrantage lié à la présence de fissures secondaires ralentit l'avancée de la fissure. En revanche, **lorsque la fissure se propage perpendiculairement aux basaltes**, elle trouve dans chaque grain un plan bien orienté pour cliver. **Sa vitesse de propagation est alors fortement augmentée**.

8. Du point de vue industriel…

La plus faible résistance à la fissuration est mesurée lorsque la fissure avance perpendiculairement aux basaltes dans un matériau vieilli. Ceci correspond à la propagation d'une fissure parallèlement à la peau du coude moulé. Le cas de la fuite (fissure se propageant dans l'épaisseur du coude) n'est donc pas la situation la plus critique. De plus, nous avons noté que les micro-retassures n'avaient aucune influence sur le chemin de fissuration. Enfin, pour des teneurs en ferrite de l'ordre de 30%, l'effet du vieillissement thermique sur la vitesse de propagation de fissure est réduit. On peut donc conclure que, **même pour les composants moulés les plus fragiles, la propagation de fissure par fatigue dans le domaine de Paris n'est pas le critère de dimensionnement le plus pénalisant**.

9. Du point de vue scientifique…

Au vu du chemin de fissuration chaotique et fortement branché, il est possible de **s'interroger sur la validité du calcul du facteur d'intensité des contraintes** en mode I. En effet, la fissure principale est sollicitée en modes I et II. De plus, les nombreuses fissures secondaires et l'estimation grossière de la longueur de fissure principale modifient le calcul de la force motrice en pointe de fissure.

Enfin la complexité de la microstructure et le fait que le chemin de fissuration dépende fortement de l'orientation cristallographique des grains montrent que **le matériau ne peut pas être considéré comme un matériau homogène**.

QUELQUES PERSPECTIVES

➢ Quelques zones d'ombre demeurent dans ce travail de recherche :

- Il serait nécessaire de réaliser de nouveaux **essais de propagation de fissure à 320°C,** afin d'une part de **confirmer les vitesses** de propagation de fissure que nous avons mesurées et d'autre part de **mesurer précisément la fermeture de fissure**. La technique de mesure à 320°C reste en effet à améliorer. Il serait également possible de calculer par simulation numérique la part de fermeture liée à la plasticité.

- Il est nécessaire de trouver **une explication aux différences de niveaux de fermeture entre matériaux défragilisé et à l'état initial**. Pour cela une étude des **contraintes résiduelles** par **diffraction des rayons X** permettrait de mieux comprendre les champs de contraintes en pointe de fissure.

➢ Dans cette étude, seules deux décades, en termes de vitesses de propagation, ont été balayées. Il serait nécessaire d'**étendre les recherches aux plus faibles et aux plus grandes vitesses de propagation** afin de mieux comprendre les mécanismes d'avancée de fissure et l'influence de chacun des paramètres expérimentaux. Les plus grandes vitesses (fatigue / déchirure) ont commencé à être explorées, à l'ambiante et pour un niveau de vieillissement, par Le Roux [2000]. En revanche, dans ces matériaux, la zone du seuil n'a pas du tout été étudiée. Ce domaine de vitesse permettrait cependant de mieux comprendre comment la fissure se transmet d'une phase à l'autre.
Dans la même optique, il serait intéressant d'**étudier un matériau biphasé simplifié** car, dans une structure aussi complexe, les états de contrainte et de déformation locaux ne sont pas simples et

dépendent fortement des orientations cristallographiques locales de chaque phase. Les matériaux laminés ont une structure morphologique beaucoup plus simple mais possèdent l'inconvénient d'être texturés et de ne pas présenter de relations cristallographiques de type Kurdjumov-Sachs entre ferrite et austénite. Cependant, dans un premier temps, ils permettraient de mieux comprendre le rôle d'une alternance de phases dure et molle sur les mécanismes de propagation de fissure par fatigue.

- L'**étude du chemin cristallographique de la fissure** par diffraction des électrons rétrodiffusés a été amorcée. Beaucoup de travail reste cependant encore à faire, comme comprendre l'influence réciproque de l'orientation de chacune des phases sur les plans cristallographiques de rupture. Des essais de propagation de fissure par fatigue in-situ pourraient d'ailleurs être envisagés.

- Une fois les mécanismes d'endommagement et de rupture de ces matériaux mieux maîtrisés, il sera possible de **simuler par éléments finis une propagation de fissure par fatigue** à partir de la base de données expérimentales (essais de traction, de fatigue oligocyclique et de propagation de fissure par fatigue) que nous avons commencé à établir. Cependant, il serait intéressant, non pas d'utiliser une approche globale sur un matériau homogène, mais plutôt une approche locale qui **tienne compte de l'orientation cristallographique des deux phases**, donc du matériau réel, en s'inspirant de ce qu'a fait Bugat [2000] sous sollicitation monotone.

- Dans cette étude, les fissures sont amorcées par fatigue sur des entailles, mais **que se passe-t-il au niveau des retassures présentes dans les coudes moulés ?** Ces défauts de fonderie (de taille inférieure au millimètre) se forment généralement au niveau des interfaces entre dendrites primaires de ferrite. Ils ont des formes arrondies et donc présentent une concentration de contrainte plus faible qu'une entaille. Des études ont été commencées dans ce domaine [Jayet-Gendrot et al., 1997] et [Hausild et al., 2000] et mériteraient d'être poursuivies.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[Almer et al., 1998] : Almer J.D., Cohen J.B., Winholtz R.A., *The effects of residual macrostresses and microstresses on fatigue crack propagation*, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 29A, 1998, pp. 2127-2136.

[Akdut, 1999] : Akdut N., *Phase morphology and fatigue lives of nitrogen alloyed duplex stainless steels*, International Journal of Fatigue, Vol. 21, 1999, pp. 97-103.

[Anglada et al., 1989] : Anglada M., Rodriguez J., Isalgué A., *Influence of the plastic strain amplitude on the stability of the spinodal microstructure in the cyclic deformation of a Fe-28Cr-2Mo-4Ni-Nb alloy*, Scripta Metallurgica, Vol. 23, 1989, pp. 1633-1638.

[Arrêté Nucléaire, 1974] : Arrêté du 26 Février 1974 portant application de la réglementation des appareils à pression aux chaudières nucléaires à eau, Journal Officiel du 12 Mars 1974, pp. 120-142.

[Aubrey et al., 1982] : Aubrey L.S., Wieser P.F., Pollard W.J., Schoefer E.A*., Ferrite Measurement and Control in Cast Duplex Stainless Steels*, Stainless Steel Castings, ASTM STP 756, Behal V.G. and Melilli A.S., 1982, pp. 126-164.

[Auger et al., 1990] : Auger P., Danoix F., Menand A., Bonnet S., Bourgoin J., Guttman M., *Atom probe and transmission electron microscoy study of aging of cast duplex stainless steels*, Materials Science and Technology, Vol. 6, 1990, pp. 301-313.

[Auger et al., 1997] : Auger P., Danoix F., Massoud J.P., Guttmann M., *Instabilité microstructurale des aciers austéno-ferritiques vieillis aux températures intermédiaires 300-400°C*, Endommagement des matériaux dans les centrales nucléaires à eau pressurisée, Berge P. et Zacharie G., Ed. Eyrolles, 1997, pp. 23-55.

[Bain, 1924] : Bain E. C., *Trans.* AIME., Vol. 70, 1924, pp.25-46.

[Baffie et al., 1999] : Baffie N., Gironès A., Mateo A., Anglada M., Stolarz J., *Influence of interfaces on LCF short crack propagation in the bulk in single phase and in duplex stainless steels*, Fatigue'99, 1999, pp. 359-364.

[Bamford et Jones, 1981] : Bamford W.H., Jones D.P., *The use of fatigue crack growth technology in fracture control plans for nuclear components*, Fatigue Crack Growth Measurement and Data Analysis, ASTM STP 738, Hudak S.J. Jr., Bucci R.J., American Society for Testing and Materials, 1981, pp. 281-299.

[Barbu et Lamagnère, 1999] : Barbu A, Lamagnère P., *Cinétique de vieillissement des aciers austéno-ferritiques moulés*, Séminaire SRMA CEA, Comportement mécanique et vieillissement des aciers austéno-ferritiques moulés des réacteurs à eau sous pression, juin 1999.

[Bartout, 1992] : Bartout J.D., *Communication interne*, 1992

[Bathias et Baïlon, 1980] : Bathias C., Baïlon J.P., *Mécanique et mécanismes de la fissuration par fatigue*, Fatigue des Matériaux et des Structures, Ed. Maloine SA, Paris, 1980, pp. 163-199.

[Bathily, 1974] : Bathily A., *Contribution à l'étude structurale des aciers austéno-ferritiques. Caractérisation morphologique et analytique de la phase ferritique*, Thèse de l'université de Paris VI, 1974.

[Bezdikian et al., 1997] : Bezdikian G., Churier-Bossenec H., Faidy C., Bacot J., Life evaluation of cast duplex stainless steel elbows on PWR primary circuit 2490, Proceedings de Icone 5, 1997, pp. 1-9.

[Bhadeshia, 1992] : Bhadeshia H.K.D.H., *Bainite in Steels*, The Institute of Materials, London 1992.

[Blanc, 1996] : Blanc G., *Les aciers inoxydables austénitiques*, 3ième Ecole Aciers Inoxydables 96, Aix-les-Bains, 1996.

[Bobadilla et al., 1988] : Bobadilla M., Lacaze J., Lesoult G., *Influence des conditions de solidification sur le déroulement de la solidification des aciers inoxydables austénitiques*, Journal of Crystal Growth, Vol. 89, 1988, pp. 531-544.

[Bonnet et al., 1990] : Bonnet S., Bourgoin J., Champredonde J., Guttmann D., Guttmann M., *Relationship between evolution of mechanical properties of various cast duplex stainless steels and metallurgical and aging parameters : outline of current EDF programmes*, Materials Science and Technology, Vol. 6, No. 3, 1990, pp. 221-229.

[Bo Sundman , 2000] : Bo Sundman, *Communication privée*, 2000.

[Blochwitz et al., 1996] : Blochwitz C., Brechbühl J., Tirschler W., *Analysis of actived slip systems in fatigued nickel polycristals using the EBSD-technique in the scanning electron microscope*, Materials Science and Engineering A, Vol. 210, No 1-2, 1996, pp. 42-47.

[Bouchaud et al., 1998] : Bouchaud E., Daguier P., Hinojosa M., Nghiem B., *Effets d'échelle dans la rupture de matéraux hétérogènes*, Revue Mécamat, N°20, 1998-I, pp. 22-23.

[Bréat, 1983] : Bréat J.-L*., Application de la mécanique de la rupture à l'étude de fissures simulant des défauts réels*, Mémoire CNAM, 1973.

[Brooks et Thompson, 1991] : Brooks J.A., Thompson A.W., *Microstructural development and solidification cracking susceptibility of austenitic stainless steel welds*, International Materials Reviews, Vol. 36, No 1, 1991, pp. 16-44.

[Bugat, 2000] : Bugat S., *Comportement et endommagement des aciers austéno-ferritiques vieillis : une approche micromécanique*, Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2000.

[Bui et Putot, 1979] : Bui H.D., Putot C., 4ème Congrès Français de Mécanique, 1979, Nancy, pp. 318-320.

[Cahn, 1968] : Cahn J.W., *Spinodal decomposition*, Transaction of the Metallurgical Society of AIME, Vol. 242, 1968, pp. 166-180.

[Calonne, 2001] : présente étude.

[Charles, 1991] : Charles J., *The duplex stainless steels : materials to meet your needs*, Duplex Stainless Steels'91, 1991, pp. 3-49.

[Champredonde et Paris, 1985] : Champredonde J., Paris D., *Etablissement d'une formule de prévision de la teneur en ferrite de produits moulés en acier inoxydable austéno-ferritique à partir de leur composition chimique*, rapport EDF HT/PVD 595-MAT/T41. Novembre 1985.

[Chassaigne, 1997] : Chassaigne J.C., *Fissuration à haute température du superalliage base nickel N18 élaboré par métallurgie des poudres, étude du couplage mécanique-environnement en pointe de fissure*, Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Paris, 1997.

[Chen et al., 1999] : Chen D.L., Chaturvedi M.C, Goel N., Richards N.L., *Fatigue crack behavior of X2095 Al-Li alloy*, International Journal of Fatigue, Vol. 21, No 10, 1999, pp. 1079-1086.

[Cheng, 1992] : Cheng H., *Développement des microstructures et microségrégations lors de la solidification des aciers inoxydables. Influence de la vitesse de solidification et du carbone*. Thèse de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, 1992.

[Chermahini et al., 1988] : Chermahini R.G., Shivakumar K.N., Newman Jr J.C., *Three-dimensional finite-element simulation of fatigue crack growth and closure*, ASTM STP 982, 1988, pp. 398-413.

[Chopra, 1991] : Chopra O.K., *Estimation of fracture toughness of cast stainless steels during thermal aging in LWR systems*, Gov. Res. Announc. Index, NUREG/CR-4513/XAB, 1991.

[Chuang et Chang, 1987] : Ying-Yu Chuang, Austin Chang Y.*, A Thermodynamic Analysis and calculation of the Fe-Ni-Cr Phase Diagram*, Metallurgical Transactions A, Vol. 18A, 1987, pp. 733-745.

[Christ et al., 2000] : Christ H.J., Hu Y.M., Floer W., Krupp U.*, Microstructurally short fatigue crack initiation and growth in Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al*, Materials Science and Engineering A, Vol. 278, No 1-2, 2000, pp. 170-180.

[Chung et Leax, 1990] : Chung H.M., Leax T.R., *Embrittlement of laboratory and reactor aged CF3, CF8, and CF8M duplex stainless steels*, Materials Science and Technology, Vol.6, 1990, pp. 249-262.

[Clerivet et Bathias, 1989] : Clerivet A., Bathias, *Study of crack tip opening under cyclic loading taking into account the environment and R ratio*, Engineering Fracture Mechanics, Vol. 12, No 4, 1989, pp. 599-611.

[Dahmen, 1982] : Dahmen U., *Orientation relationships in precipitation systems*, Acta Metallurgica, Vol. 30, 1982, pp. 63-73.

[Danoix et al., 1991a] : Danoix F., Chambreland S., Massoud J.P., Auger P., *Évolution microstructurale de la ferrite des aciers austéno-ferritiques lors de vieillissements entre 300 et 400°C*, Collection de notes internes de la direction des études et recherches d'EDF, n°92NIB0005, 1991.

[Danoix et al., 1991b] : Danoix F., Chambreland S., Massoud J.P., Auger P., *Influence of Ni, Mo and other elements on the microstructural evaluation of the ferritic phase of duplex stainless steels aged at 300-400°C : an atom probe investigation*, Duplex Stainless steels'91, Les Editions de Physique, 1991, pp. 111-118.

[Danoix et al., 1993] : Danoix F., Bas P., Massoud J.P., Guttmann M. et Auger P., Applied Surf. Science, 67, 1993, pp. 348.

[Delafosse et Magnin, 1998] : Delafosse D., Magnin T., *Interfaces in Stress Corrosion Cracking : A case Study in Duplex Stainless Steels*, Solid State Phenomena, Vol. 59-60, 1998, pp. 221-250.

[Delobelle, 1993] : Delobelle P., *Synthesis of the elastoviscoplastic behavior and modelization of an austenitic stainless steel over a large temperature range, under uniaxial and biaxal loadings, Part I : Behavior*, International Journal of Plasticity, Vol. 9, 1993, pp. 65-85.

[Degallaix et al., 1995] : Degallaix S., Seddouki A., Degallaix G., Kruml T., Polak J., *Fatigue damage in austenitic-ferritic duplex stainless steels*, Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct., Vol. 18, No 1, 1995, pp. 65-77.

[De Nys et Gielen, 1971] : De Nys T., Gielen P.M*., Spinodal decomposition in the Fe-Cr System*, Metallurgical Transactions, Vol.2, 1971, pp.1423-1428.

[Devillers-Guerville, 1998] : Devillers-Guerville L., *Rupture d'aciers inoxydables austéno-ferritiques moulés, fragilisés par vieillissement à 350-400°C : Aspects microstructuraux – Simulation numérique de la dispersion et des effets d'échelle*, Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1998.

[Ding et al., 2000] : Ding H. Z., Biermann H., Mughrabi H., *A statistical model of fatigue damage evolution in particulate reinforced metal matrix composites*, Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, Vol. 23, 2000, pp. 847-858.

[Donald et Ruschau, 1997] : Donald J.K., Ruschau J., *Direct current potential difference fatigue crack measurement techniques*, Fatigue crack measurement : techniques and applications, K.J. Marsh, Ed. EDMAS, 1997, pp.11-38

[Ducourthial, 2001] : Ducourthial E., *Simulation et analyse de la propagation d'une fissure macroscopique dans un milieu élastique fragile microfissuré*, Thèse de Doctorat,'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001.

[Duval, 1992] : Duval C., *Contribution à l'étude de l'endommagement des aciers austéno-ferritiques vieillis*, Thèse de Doctorat, Ecole Centrale de Paris, Janvier 1992.

[Duprez et al., 2000] : Duprez L., De Cooman B.C., Akdut N., *Hot deformation behaviour of duplex stainless steel*, Duplex 2000, 2000, pp. 133-141.

[EDF, 1996] : *Le point sur le programme nucléaire français*, Direction de la communication des affaires européennes et des affaires internationales, Novembre 1996.

[Elber, 1970] : Elber W., Fatigue crack closure under cyclic tension, Engng. Frac. Mech., Vol. 2, 1970, pp. 37-45.

[Elber, 1971] : Elber W., *The significance of fatigue crack closure*, ASTM STP 486, 1971, pp. 230-242.

[Evans et Spence, 1997] : Evans W.J., Spence S.H., Characterisation of crack tip and geometry induced closure, International Journal of Fatigue, Vol. 19, No 1, 1997, pp. S205-S210.

[Fischer et al., 1953] : Fischer R.M., Dulis E.J., Carroll K.G., *Identification of the precipitate accompanying 885°F embrittlement in chromium steels*, Journal of Metals, 1953, pp. 660-695.

[Fischer et al., 1990] : Fischer F.D., Rammerstorfer F.G., Bauer F.J., *Fatigue and fracture of high-alloyed specimens subjected to purely thermal cycling*, Metallurgical Transactions A, Vol. 21A, 1990, pp. 935-948.

[Fitzpatrick et al., 1995] : Fitzpatrick M.E., Hutchings M.T., King J.E., Knowles D.M., Withers P.J., *Effect of thermal residual stresses on fatigue crack opening and propagation behavior in an Al/SiC_p metal matrix composite*, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 26A, 1995, pp 3191-3198.

[Fitzpatrick et al., 1998] : Fitzpatrick M.E., Dutta M., Edwards L., *Determination by neutron diffraction of effect of plasticity on crack tip strains in a metal matrix composite*, Materials Science and Technology, 1998, Vol. 14, pp. 980-986.

[Flemings et al., 1970] : Flemings M.C, Poirier D.R., Barone R.V., Brody H.D., Journal of Iron Steel Inst., 208 : 371, 1970.

[François et al., 1995] : D. François, A. Pineau, A. Zaoui, *Comportement mécanique des matériaux, Tome I : Elasticité et plasticité*, Editions Hermès, 1995.

[Franson, 1974] : Franson I. A., Metall. Trans, Vol. 5, 1974, pp. 2257.

[Frost et Ashby, 1982] : Frost H.J., Ashby M.F*., Deformation-mechanism maps, The plasticity and creep of metals and ceramics*, Pergamon Press, 1982.

[Garz et James, 1989] : Garz R.E., James M.N., *Observations on evaluating fatigue crack closure from compliance traces*, International Journal of Fatigue, Vol. 11, No 6, 1989, pp. 437-440.

[Gourgues, 1998] : Gourgues A.F., *Diffraction des électrons rétrodiffusés : principe de la technique, mise en œuvre au Centre des Matériaux* , Communication orale, Séminaire au Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris, Septembre 1998.

[Grisot et Massoud, 1997] : Grisot O., Massoud J.P., *Evaluation of the thermal ageing of duplex stainless steels*, ICONE 5, 1997.

[Grobner, 1973] : Grobner P.J., *The 885°F (475°C) embrittlement of ferritic stainless ste*els, Metallurgical Transactions, Vol. 4, 1973, pp. 251-260.

[Hausild et al., 2000] : Hausild P., Bredin C., Bompard P., Verdière N., *Influence of shrinkage cavities on fracture behaviour of duplex stainless steel,* Duplex 2000, 2000, pp. 209-218.

[Hatakeyama et Liu, 1998] : Hatakeyama T., Liu Z., Handbook of Thermal Analysis. Ed. J. Wiley&Sons, 1998, p. 72.

[Hull, 1973] : Hull F.C., Welding Journal, Vol. 52, 1973, pp. 193-203.

[Iacoviello at al., 1999] : Iacoviello F., Boniardi M., La Vecchia G.M., *Fatigue crack propagation in austeno-ferritic duplex stainless steel*, International Journal of Fatigue, 21, 1999, pp. 957-963.

[Inal et al., 2000] : Inal K., M'cirdi L., Lebrun J.L., Barbier G., *Mechanical behaviour analysis of phase interaction in a rolled and a cast duplex stainless steels*, Duplex 2000, 2000, pp. 173-182.

[Iturgoyen et Anglada, 1997] : Iturgoyen L., Anglada M., *The influence of ageing at intermediate temperatures on the mechanical behaviour of a duplex stainless steel : Part II. Fatigue life and fatigue crack growth*, Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, Vol 20, No 6, 1997, pp. 917-928.

[Iza-Mendia et al., 1998] : Iza-Mendia A., Pinol-Juez, Urcola J.J., Gutierrez I*., Microstructural and mechanical behavior of a duplex stainless steel under hot working conditions*, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 29A, 1998, pp. 2975-2986.

[Jayet-Gendrot et al., 1997] : Jayet-Gendrot S., Gilles P., Migne C., *Behavior of duplex stainless steel casting defects under mechanical loadings*, Collection de notes internes de la direction des études et recherches d'EDF, n°97NB00130, 1997.

[Jayet-Gendrot et al., 1998] : Jayet-Gendrot S., Ould P., Meylogan T., *Fracture toughness assesment of in-service aged primary circuit elbows using mini_CT specimens taken from outerskin*, Nuclear Engineering and Design, Vol. 184, 1998, pp. 3-11.

[James, 1976] : James L.A., *Fatigue-Crack propagation in austenitic stainless steels*, Atomic Energy Review, Vol. 14, No 1, 1976, pp. 37-86.

[Joly, 1992] : Joly P., *Etude de la rupture d'aciers inoxydables fragilisés par vieillissement à 400°C*. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1992.

[Jones et al., 1978] : Jones I.W., Macha D.E., Corbly D.M., *Observations on fatigue crack opening load determinations*, International Journal of Fatigue, Vol. 14, 1978, pp. R53-R55.

[Kachanov et Montagut, 1986] : Kachanov M., Montagut E., *Interaction of a crack with certain microcrack arrays*, Engineering Fracture Mechanics, Vol. 25, No 5/6, 1986, pp. 625-636.

[Kang et al., 1998] : Kang T.H., Li D.M., Lee Y.D., Lee C.S., *Alloying and aging effects on the fatigue crack growth of duplex stainless steels*, Materials Science and Engineering, A251, 1998, pp. 192-199.

[Kim et Marrow, 1999] : Kim S., Marrow T.J., *application of electron backscattered diffraction to cleavage fracture in duplex stainless steel*, scripta materialia, vol 40, no 12, 1999, pp. 1395-1400.

[Kurdjumov-Sachs, 1930] : Kurdjumov G.V., Sachs G., *Über den Mechanismus der Stahlhärtung*, Zeitschrift für Physik, Vol. 64, 1930, pp. 325.

[Kurz et Fisher, 1986] : Kurz W., Fisher D.J., *Fundamentals of solidification*, Trans. Tech. Publications, 1986.

[Kwon et al., 1999] : Kwon J.-D., Park J.-C., Lee Y.-S., Lee W.-H., Park Y.-W., *The effects of thermal aging on material behavior and strength of CF8M in nuclear reactor coolant system*, Transactions of 15th International Conference on Structural Mechanics in Reactor Technology, Seoul, Korea, 1999, pp. 189-196.

[Lagneborg , 1967] : Lagneborg R., *Deformation in an iron-30% chromium alloy aged at 475°C*, Acta Metallurgica, Vol. 15, 1967, pp. 1737-1745.

[Landerman et Bamford, 1978] : Landerman E.I., Bamford W.H., *Fracture toughness and fatigue characteristics of centrifugally cast type 316 stainless steel pipe after simulated thermal service conditions*, « Ductility and toughness considerations in elevated temperature service », The American Society of Mechanical Engineers, 1978, pp. 99-127.

[Léger, 1982] : Léger M.T., *Predicting and Evaluating Ferrite Content in Austenitic Stainless Steel Castings,* Stainless Steel Castings, ASTM STP 756, Behal V.G. and Melilli A.S., 1982, pp. 105-125.

[Le Roux et al., 1997] : Le Roux J.-C., Mottot M., Fissolo A., François D., *Fatigue oligocyclique d'un acier austéno-ferritique fragilisé par vieillissemnt à 400°C*, Proceedings de « Rencontre transfrontalière sur la mécanique et la physique des matériaux biphasés », Barcelone, 1997, pp. 69-75.

[Le Roux, 2000] : Le Roux J.C., *Etude du comportement et de l'endommagement en fatigue d'un acier inoxydable austéno-ferritique moulé vieilli*, Thèse de Doctorat, Ecole centrale de Paris, 2000.

[Lippold et Savage, 1979] : Lippold J.C., Savage W.F., Welding Journal, 58, 1979, pp. 326-374.

[Llanes et al., 1996] : Llanes L., Mateo A., Iturgoyen L., Anglada M*., Aging effects on the cyclic deformation mechanisms of a duplex stainless steel*, Acta Mater., Vol. 44, No 10, 1996, pp. 3967-3978.

[Llanes et al., 1997] : Llanes L., Mateo A., Violan P., Méndez J., Anglada M., *On the high cycle fatigue behavior of duplex stainless steels : Influence of thermal aging*, Materials Science and Engineering, A234-236, 1997, pp. 850-852.

[Llanes et al., 1999] : Llanes L., Akdut N., Mateo A., Houbaert Y., Anglada M., *Cyclic deformation of duplex stainless steels : microstructure and crystallographic texture effects*, Fatigue'99, 1999, pp. 271-276.

[Makhlouf et Jones, 1993] : Makhlouf K., Jones J.W., *Effects of temperature and frequency on fatigue crack growth in 18% Cr ferritic stainless steel,* International Journal of Fatigue, Vol. 15, No 3, 1993, pp. 163-171.

[Magnin et Lardon, 1988] : Magnin T., Lardon J. M., *Cyclic Deformation Mechanisms of a Two-phase Stainless Steel in Various Environmental Conditions*, Materials Science and Engineering, A104, 1998, pp. 21-28.

[Marcinkowski et al., 1964] : Marcinkowski M. J., Fiischer R.M., Szirmae A., Trans. Metall. Soc. AIME 230, 1964, pp. 676.

[Marrow et King, 1991] : Marrow T.J., King J.E., *Temperature effects on fatigue crack propagation in a thermally aged super duplex stainless steel*, Duplex Stainless steels, 1991, pp. 169-176.

[Marrow et King, 1994a] : Marrow T.J., King J.E., *Fatigue crack propagation mechanisms in a thermally aged duplex stainless steel*, Materials Science and Engineering, A183, 1994, pp. 91-101.

[Marrow et King, 1994b] : Marrow T.J., King J.E., *Microstructural and environmental effects on fatigue crack propagation in duplex stainless steels*, Fatigue fract. Engng. Mater. Struct., Vol. 17, No. 7, 1994, pp. 761-771.

[Masson et al., 1997] : Masson S.H., Massoud J.P., Meyzaud Y., Ould P., *Prévision du vieillissement en service des aciers inoxydables austéno-ferritiques moulés*, Endommagement des matériaux dans les centrales nucléaires à eau pressurisée, Berge P., Zacharie G., Editions Eyrolles, 1997, pp. 3-21.

[Massoud et al., 1992] : Massoud J.P., Van Duysen J.C., Zacharie G., *Thermal ageing of duplex stainless steels*, Collection de notes internes de la direction des études et recherches d'EDF, n°93NB00024, 1992.

[Massoud et al., 1998] : Massoud J.P., Boveyron C., Ould P., Bezdikian G., Churier-Bossenec H., *Effect of the manufacturing process on the thermal aging of PWR duplex stainless steel components*, Collection de notes internes de la direction des études et recherches d'EDF, n°98NB00054, 1998.

[Mateo et al., 1996] : Mateo A., Violan P., Llanes L., Méndez J., Anglada M., *Fatigue life of duplex stainless steels : Influence of ageing and environment*, Fatigue'96, 1996, pp. 209-214.

[Mateo et al., 1998] : Mateo A., Ramirez N., Llanes L., Houbaert Y., Anglada M., *Thermal ageing and anisotropy effects on the fatigue crack growth behaviour of duplex stainless steels*, European Conference on Fracture 12, 1998, pp. 109-114.

[Mcirdi, 2000] : Mcirdi L., *Comportement et endommagement sous sollicitation mécanique d'un acier austéno-ferritique moulé vieilli*, Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, 2000.

[Mc Clung, 1991] : Mc Clung, *Crack closure and plastic zone sizes in fatigue*, Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, Vol. 14, No 4, 1991, pp. 455-468.

[Mc Evily et Yang, 1991] : Mc Evily A.J., Yang Z., On the significance of crack closure in fatigue crack growth, 1991, pp. 937-944.

[Miller, 1988] : Miller A.G., *Review of limit loads of structures containing defects*, International Journal of Pressure Vessel and Piping, Vol. 32, 1988, pp. 1997-327.

[Mulford et Kocks, 1979] : Mulford R.A., Kocks U.F., *New observations on the mechanisms of dynamic strain aging and of jerky flow*, Acta Metallurgica, Vol. 27, 1979, pp. 1125-1134.

[Murakami et al., 1991] : Murakami R.I., Kim Y.H., Fergusson W.G., *The effects of microstructure and fracture surface roughness on near threshold fatigue crack propagation characteristics of a two-phase cast stainless steel*, Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, Vol. 14, No. 7, 1991, pp. 741-748.

[Nishiyama, 1934] : Nishiyama Z., Sci. Rep. Tohoku Univ., Vol. 23, pp. 325, 1934.

Norme ASTM E 647 – 91 : *Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates*, Annual Book of ASTM Standards, Vol. 03.01, pp. 674-701.

[Nyström et Karlsson, 1996] : Nyström M., Karlsson B., *Fatigue of duplex stainless steel influence of discontinuous, spinodally decomposed ferrite*, Materials Science and Engineering, A215, 1996, pp. 26-38.

[Park et al., 1985] : Park K.-H., Lasalle , Schwartz L.H., *The low cycle fatigue behavior of spinodally decomposed Fe-26Cr-1Mo alloys*, Acta Metall., Vol. 33, No 2, 1985, pp. 205-211.

[Pelloux, 1969] : Pelloux, *mechanisms of formation of ductile fatigue striations*, asm transactions, vol. 62, 1969, pp. 281.

[Piatti et Vedani, 1989] : Piatti G., Vedani M., *Material variability in composition and structure of a Type 316 stainless steel submerged arc weld metal*, Journal of Materials Science, Vol. 24, 1989, pp. 1429-1438.

[Pineau et Pelloux, 1974] : Pineau A, Pelloux R.M., *Influence of strain-induced martensitic transformations on fatigue crack growth rates in stainless steels*, Metallurgical Transactions , Vol. 5, pp. 1103-1112, 1974.

[Pippan et al., 2000] : Pippan R., Flechsig K., Riemelmoser F.O., *Fatigue crack propagation behavior in the vicinity of an interface between materials with different yield stresses*, Materials Science and Engineering, A283, 2000, pp. 225-233.

[Pommier et Bompard, 2000] : Pommier S., Bompard Ph., *Bauschinger effect of alloys and plasticity-induced crack closure : a finite element analysis*, Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, Vol. 23, 2000, pp. 129-139.

[Pommier, 2000] : Pommier S., *The effects of the constitutive behaviour of alloys on their resistance to fatigue crack growth under variable amplitude loading*, Euromat 2000 – Advances in mechanical behaviour – Plasticity and Damage, Ed. Miannay D., Costa P., Dominique F., Pineau A., pp. 991-996.

[Pumphrey et Akhurst, 1990] : Pumphrey P.H. et Akhurst K.N., *Aging kinetics of CF3 steel in range 300-400°C*, Materials Science and Technology, Vol. 6, pp. 211-219.

[Purushothaman et Tein, 1975] : Purushothaman S., Tein J.K., Scripta Metall., Vol. 9, 1975, pp. 923-926.

[Raghavan et Dara, 1994] : Raghavan V., Dara P. Antia, *The chromium equivalents of selected elements in austenitic stainless steels*, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 25A, 1994, pp. 2675-2681.

[Rajanna et al., 1997] : Rajanna K., Pathiraj B., Kolster B.H., *Duplex stainless steel fracture surface analysis using X-ray fractography*, Journal of Materials Engineering and Performance, Vol. 6 (1), 1997, pp. 35-40.

[Ratuszek et al., 1999] : Ratuszek W., Rys J., Chrusciel K., *Texture development in cold-rolled austenitic-ferritic duplex steel*, 12th International Conference on Textures of Materials, Vol. 2, 1999, pp. 1071-1076.

[Raynor et Rivlin, 1988] : Raynor G.V., Rivlin V.G., Phase equilibria in iron ternary alloys - 1 : Critical evaluation of constitution of chromimu-iron-nickel system, International Metals Reviews, N°1, 1980, pp. 21-38.

[Rezakhanlou et Massoud, 1993] : Rezakhanlou R., Massoud J.P., *Application of instrumented microhardness method to follow the thermal ageing of cast duplex stainless steel*, Collection de notes internes de la direction des études et recherches d'EDF, n°93NB00129, 1993.

[Richter et Born, 1984] : Richter F., Born L., *Die Spezifische Wärmekapazität von metallischen Werkstoffen*, Arch. Einsenhüttenwes, 1984, pp. 127.

[Riedrich et Loib, 1941] : Riedrich G., Loib F., Versprödung chromreicher Stähle im Temperaturgebiet von 300 bis 600°, Archiv für das Eisenhüttenwesen, Vol.15, N°4, 1941, pp. 175-182.

[Riemelmoser et Pippan, 1997] : Riemelmoser F.O., Pippan R., *Crack closure : a concept of fatigue crack growth under examination*, Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, Vol. 20, No 11, 1997, pp. 1529-1540.

[Riemelmoser et Pippan, 1998] : Riemelmoser F.O., Pippan R., *Mechanical reasons for plasticity-induced crack closure under plane strain conditions*, Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, Vol. 21, 1998, pp. 1425-1433.

[Riemelmoser et Pippan, 2000] : Riemelmoser F.O., Pippan R., *The J-integral at Dugdale cracks perpendicular to interfaces of materials with dissimilar yield stresses*, International Journal of Fracture, No 103, 2000, pp. 397-418.

[Rouby et Blanchard, 1990] : Rouby M., Blanchard P*., Propriétés physiques et mécaniques des aciers et alliages inoxydables*, Les Aciers Inoxydables, Lacombe P., Baroux B., Beranger G., Les Editions de Physique, 1990, pp. 109-161.

[Sanchez et al., 1996] : Sanchez L., Gutierrez-Solana F., Gonzalez J., *Evolution of J_R-T_R curves with low temperature aging of duplex stainless steels*, European Conference on Fracture 11, 1996, pp. 571-577.

[Sanchez, 1996] : Sanchez L., *Fragilizacion por envejecimiento a baja temperatura en aceros inoxidables austenoferriticos*, Tesis Doctoral, Universidad de Cantabria, Santander, 1996.

[Sansoz, 2000] : Sansoz F., *Propagation des petites fissures par fatigue dans les zones de concentration de contraintes dans le superalliage N18*, Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2000.

[Saxena et Muhlstein, 1996] : Saxena A., Muhlstein C.L., *Fatigue crack growth testing*, Fatigue and Fracture, ASM Handbook, Vol. 19, 1996, 168-185.

[Schaeffler, 1949] : Schaeffler A.L., Metal Progress, Novembre 1949, p. 680.

[Schoefer, 1976] : Schoefer E.A., *Constitution Diagram for Stainless Steel Castings*, Metal Progress, Février 1976, p. 55.

[Scott et al., 1997] : Scott P., Ould P., Van Duysen J.C., *Vieillissement par irradiation des pièces en acier inoxydables*, Endommagement des matériaux dans les centrales nucléaires à eau pressurisée, Berge P. et Zacharie G., Ed. Eyrolles, 1997, pp. 107-120.

[Semprimoschnig et al., 1997] : Semprimoschnig C.O.A, Stampfl J., Pippan R., Kolednik O., *A new powerful tool for surveying cleavage fracture surfaces*, Fatigue Fracture of Engineering Materials and Structures, Vol. 20, No 11, 1997, pp. 1541-1550.

[Shek et al., 1994] : Shek C.H., Shen G.J., Lai K.L., Duggan B.J., *Early stages of decomposition of ferrite in duplex stainless steel*, Materials Science and Technology, Vol. 10, 1994, pp. 306-311.

[Siegel et al., 1986] : Siegael U., Spies H.J., Eckstein H.J., Steel research, Vol 57, n°1, 1986, p. 25.

[Silberschmidt et Werner, 1999] : Silberschmidt V.V., Werner E., *Analysis of thermal residual stresses in duplex-type materials*, Computational Materials Science, Vol. 16, 1999, pp. 39-52.

[Slama et al., 1984] : Slama G., Petrequin P., Mager T., *Effect of aging on mechanical properties of austenitic stainless steel castings and welds*, Light Water Reactor Structural Integrity, Ed. Stahlkopf K.E., Steele L.E, Elsevier Applied Science Publishers, 1984, pp. 211-240.

[Soro, 1997] : Soro J.M., *Etude du vieillissement et de la fragilisation d'aciers inoxydables austéno-ferritiques. Mise en œuvre de l'essai de microindentation instrumentée* . Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine, 1997.

[Stjerndahl et Dacker 1980] : Stjerndahl J., Dacker C.A., Scandinavian Journal of Metallurgy, vol 9, 1980, p 217.

[Suresh, 1983] : Suresh S., *Crack deflection : implication for the growth of long and short fatigue crack*, Metallurgical Transactions A, Vol. 14A, No 11, 1983, pp. 2375-2384.

[Suresh, 1991] : Suresh S., *Fatigue of materials*, Cambridge Solid State Science Series, 1991.

[Suresh et al., 1992] : Suresh S., Sugimura Y., Tschegg E.K., *The growth of fatigue crack approaching a perpendicularly-oriented, bimaterial interface*, Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 27, 1992, pp. 1189-1194.

[Sugimura et al., 1995] : Sugimura Y., Lim P.G., Shih C.F., Suresh S., *Fracture normal to a material interface : effects of plasticity on crack-tip shielding and amplification*, Acta Metallurgica et Materialia, Vol. 43, No 3, 1995, pp. 1157-1169.

[Suutala, 1983] : Suutala N., Metallurgical Transactions A, Vol 14A, 1983, p 191.

[ul-Haq et al., 1994] : ul-Haq A., Weiland H., Bunge H.-J., *Texture and microstructures in duplex stainless steel*, Materials Science and Technology, Vol. 10, 1994, pp. 289-298

[Verdière, 1999] : Verdière N., *Utilisation des aciers austéno-ferritiques moulés dans les circuits primaires principaux des réacteurs à eau sous pression*, Communication orale, Séminaire SRMA, INSTN, CEA / Saclay, juin 1999.

[Verhaeghe, 1995] : Verhaeghe B., *Etude microstructurale des modes de déformation et de rupture d'un acier austéno-ferritique vieilli thermiquement*, Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Grenoble, 1995.

[Vogt et al., 1997] : Vogt J.-B., Ait Saadi B., Messai A. H., Foct J., *Comportement en fatigue d'aciers inoxydables duplex alliés à l'azote*, Proceedings de « Rencontre transfrontalière sur la mécanique et la physique des matériaux biphasés », Barcelone, 1997, pp. 69-75.

[Williams, 1958] : Williams R.O., *Further studies of the iron-chromium system*, Transactions of the Metallurgical Society of AIME, 1958, pp. 497-502.

[Wassermann, 1933] : Wassermann G., *Einfluβ des α-γ-Umwandlung eines irreversiblen Nickelstahls auf Kristallorientierung und Zugfestigkeit*, Arch. Eisenhüttenwes, Vol. 6, 1933, pp. 347-351.

[Wasén et al., 1990] : Wasén J., Karlsson B., Nyström M., *Fatigue crack growth in a duplex stainless steel*, Fatigue'90, 1990, pp. 1167-1172.

[Wei et James, 2000] : Wei L.-W., James M.N., *A study of fatigue crack closure in polycarbonate CT specimens*, Engineering Fracture Mechanics, Vol. 66, 2000, pp. 223-242.

[Xu et al, 2000] : Xu Y., Gregson P.J., Sinclair I., *Systematic assesment and validation of compliance-based crack closure measurements in fatigue*, Materials Science and Engineering, A 284, 2000 , pp. 114-125.

[Zhu et Shaw, 1994] : Zhu X.Y., Shaw W.J.D., *Fatigue crack closure and its effect on life prediction in compact tension specimens*, International Journal of Fatigue, Vol. 18, No 7, 1996, pp. 499-505.

ANNEXES :

Annexe 1 : Electron Back Scatter Diffraction……...……..373

Annexe 2 : Fatigue oligocyclique……..…...…….377

Annexe 3 : Propagation de fissure par fatigue – Mise en œuvre expérimentale……..……383

Annexe 4 : Tableaux récapitulatifs des essais de propagation de fissure par fatigue……...…391

Annexe 5 : Attaques métallographiques…….……..395

ELECTRON BACK SCATTER DIFFRACTION

L'EBSD (Electron Back Scatter Diffraction ou Diffraction des Electrons Rétrodiffusés) est une technique d'analyse mise en œuvre sous microscopie électronique à balayage. Elle permet de déterminer l'orientation cristallographique de la matière en surface (profondeur d'interaction de 20 à 30 nm) sur des échantillons massifs. Cette technique est donc un intermédiaire entre la diffraction des rayons X et la microscopie électronique en transmission. En effet, la diffraction des rayons X est une technique d'analyse plus globale (profondeur d'interaction de l'ordre du µm). La microscopie électronique en transmission permet, quant à elle, d'étudier des zones limitées à moins de 3 mm sur une épaisseur de 400 nm sous 300 kV.

La préparation des échantillons est simple. Elle consiste en un polissage mécanique jusqu'au micron suivi d'un polissage électrolytique afin de supprimer l'écrouissage induit par le polissage mécanique. L'EBSD est en effet une analyse de surface et la présence de trop nombreuses dislocations rendrait cette analyse impossible du fait de l'élargissement des figures de diffraction.

Sous une tension de 20 kV, les électrons incidents pénètrent le matériau (Figure A1 - 1) et diffractent sur les plans cristallins en conditions de Bragg (Figure A1 - 2).

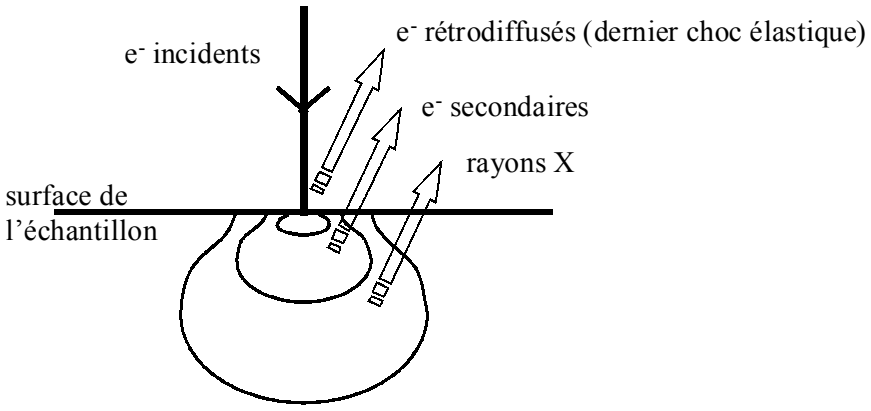


Figure A1 - 1 : Interaction électrons-matière dans le MEB. Tiré de [Gourgues, 1998].

Les électrons rétrodiffusés provenant du dernier choc élastique forment alors deux cônes de diffraction paramétrés par θ, l'angle de diffraction de Bragg. L'intersection de ces deux cônes avec un écran phosphore plan et sensible aux électrons apparaît comme deux droites, l'écran étant éloigné de la source.

Ces droites sont appelées lignes de Kikuchi (Figure A1 - 3). Le logiciel d'EBSD les identifie et détermine l'orientation cristalline locale par trois angles (φ_1, ϕ, φ_2) appelés angles d'Euler.

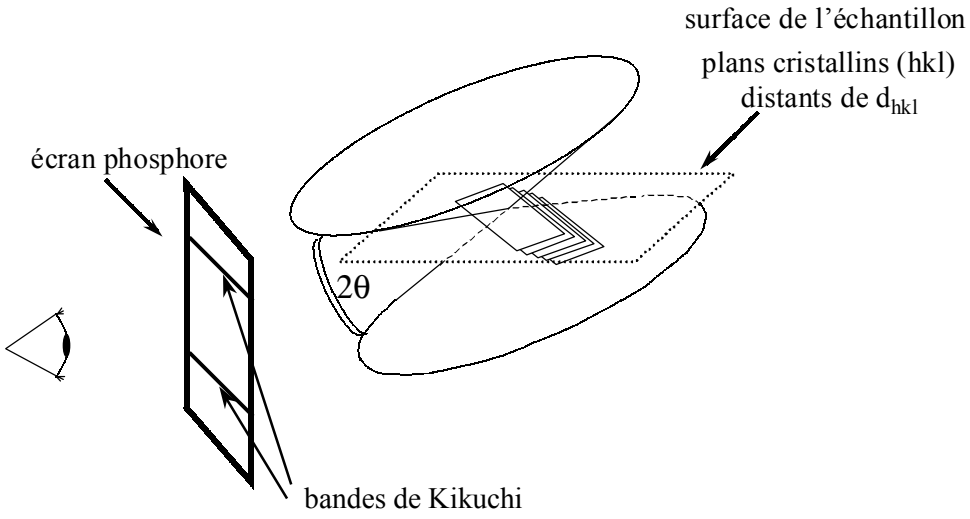


Figure A1 - 2 : Diffraction des électrons rétrodiffusés sur les plans cristallins et formation des bandes de Kikuchi. Tiré de [Gourgues, 1998].

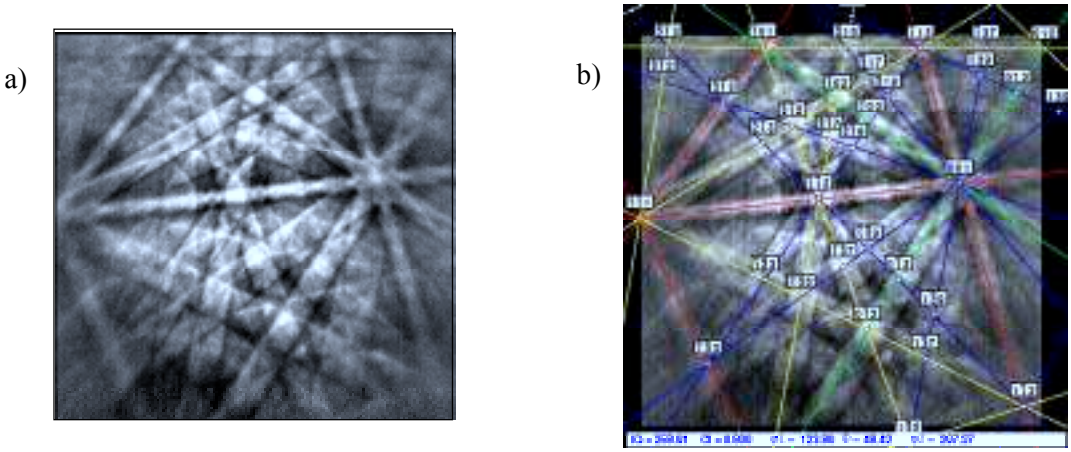


Figure A1 - 3 : Lignes de Kikuchi. Cliché brut (a) et indexé (b). Tiré de [Gourgues, 1998].

Les angles d'Euler permettent d'orienter le cristal par rapport au repère macroscopique de l'échantillon (Figure A1 - 4 et Figure A1 - 5). Le passage du repère échantillon (**X**, **Y**, **Z**) au repère cristal (**x**, **y**, **z**) se fait par la matrice de passage M exprimée dans le repère échantillon :

$$M = \begin{pmatrix} \cos(\varphi_1) & -\sin(\varphi_1) & 0 \\ \sin(\varphi_1) & \cos(\varphi_1) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos(\phi) & -\sin(\phi) \\ 0 & \sin(\phi) & \cos(\phi) \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \cos(\varphi_2) & -\sin(\varphi_2) & 0 \\ \sin(\varphi_2) & \cos(\varphi_2) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

Dans le cristal, un plan (h k l) a pour normale le vecteur **n** de coordonnées h, k et l. Ses coordonnées dans le repère macroscopique exprimées par **N** sont donc calculées de la manière suivante :

$\vec{N} = M.\vec{n}$

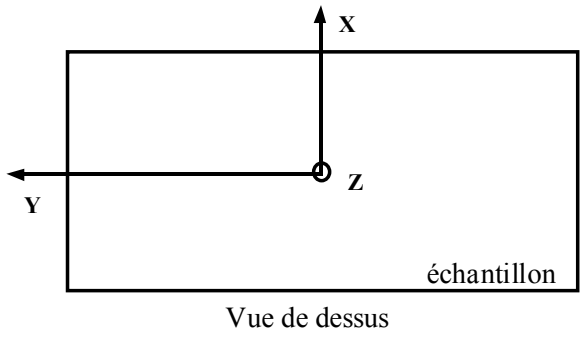


Figure A1 - 4 : Définition du repère échantillon.

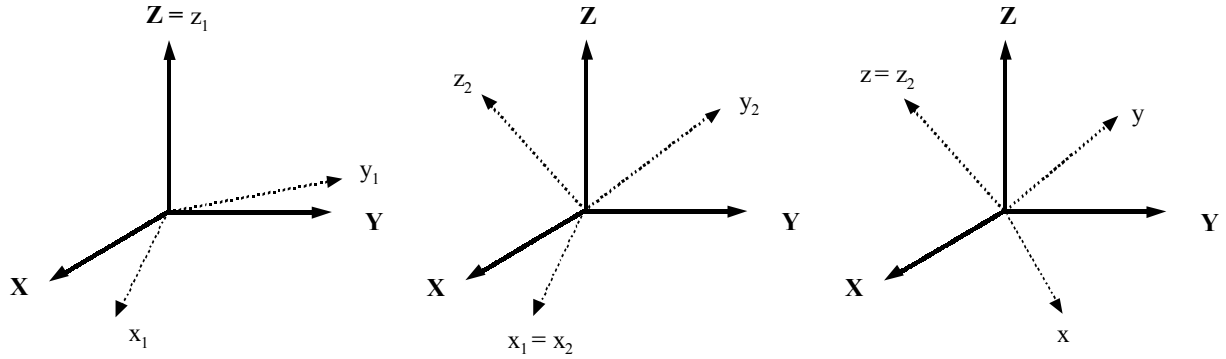


*Figure A1 - 5 : Définition des angles d'Euler. (**X, Y, Z**) : repère échantillon, (**x, y, z**) : repère cristal.*

Le système EBSD a été installé au Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris sur un MEB DSM 982 Gemini et a été couplé au logiciel OIM 2.6® de la compagnie TSL. Le MEB fonctionne avec un canon à émission de champ sous une tension de 20 kV et une intensité de 10^{-10} A. L'échantillon est tilté à 70° et la distance de travail est de 19 mm. La distance écran-échantillon est de 10 à 20 mm. Pour chaque pointé, le logiciel identifie, à partir des lignes de Kikuchi, à la fois la phase (Cubique Centrée ou Cubique à Faces Centrées) et les angles d'Euler du cristal.

Outre des pointés ponctuels, il est possible d'analyser des surfaces de quelques centimètres carrés, soit en laissant l'échantillon fixe et en déplaçant le faisceau d'électrons, soit en déplaçant l'échantillon à l'aide du logiciel qui pilote la platine du MEB. Le pas de mesure minimal est alors de l'ordre du µm.

Le logiciel détermine les angles d'Euler et permet ensuite de traiter cette information de différentes manières. Entre autres, il est possible :

- De tracer des cartographies de la zone analysée. Chaque pixel correspond à un pointé et chaque couleur, à une orientation cristallographique.
- De construire des figures de pôles.
- De déterminer et tracer sur les cartographies les joints de désorientations de quelques degrés.
- De calculer des paires axe / angle de rotation d'un point par rapport à l'autre.

FATIGUE OLIGOCYCLIQUE

Certains résultats de fatigue oligocyclique n'ont pas été présentés dans le Chapitre 7 pour ne pas le surcharger. En effet, les conclusions tirées à partir de ces résultats seraient redondantes avec les conclusions déjà établies. Ces résultats sont donc présentés ici.

1. Influence du vieillissement

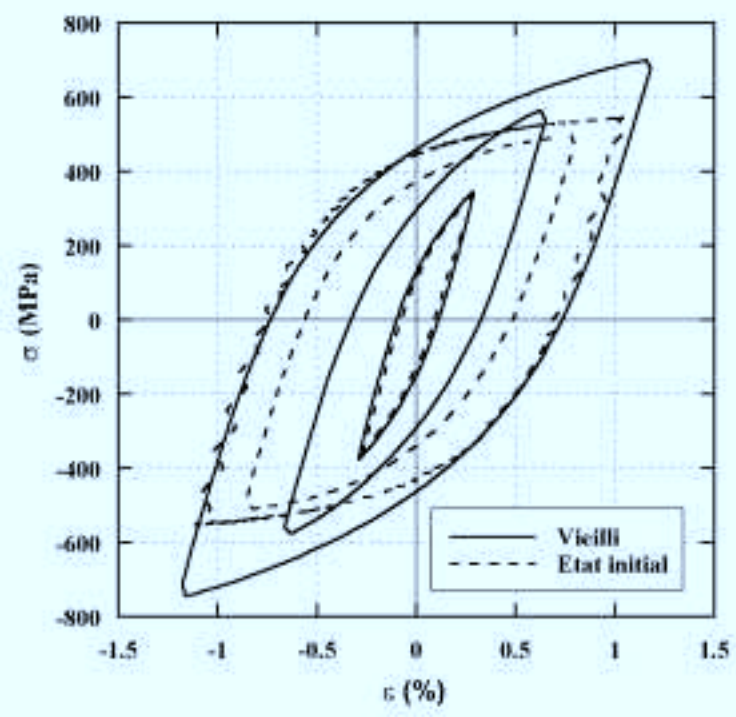


*Figure A2 - 1 : Influence du vieillissement sur le comportement cyclique à l'**ambiante du coude EK**.*

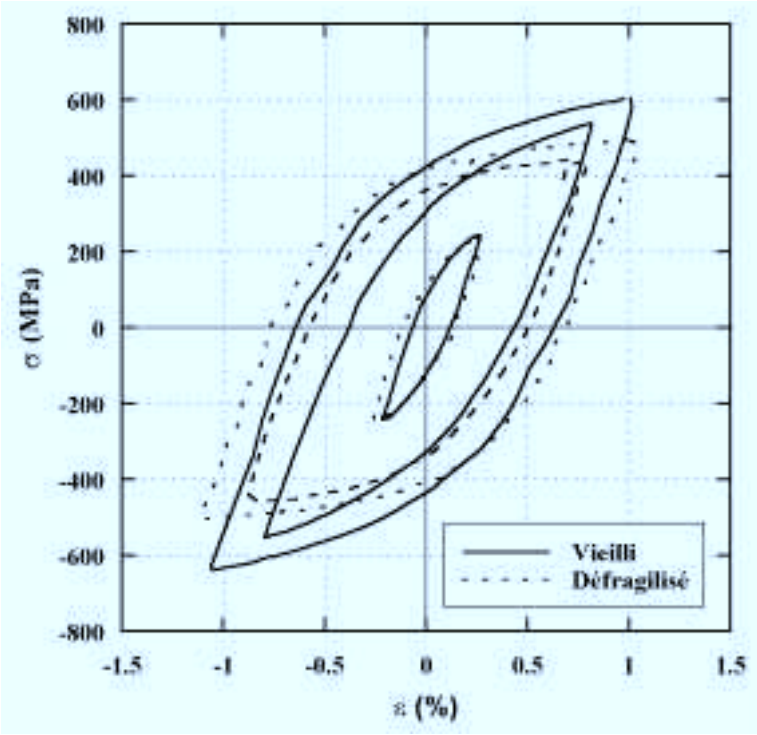


*Figure A2 - 2 : Influence du vieillissement sur le comportement cyclique à **320°C du coude n°1**.*

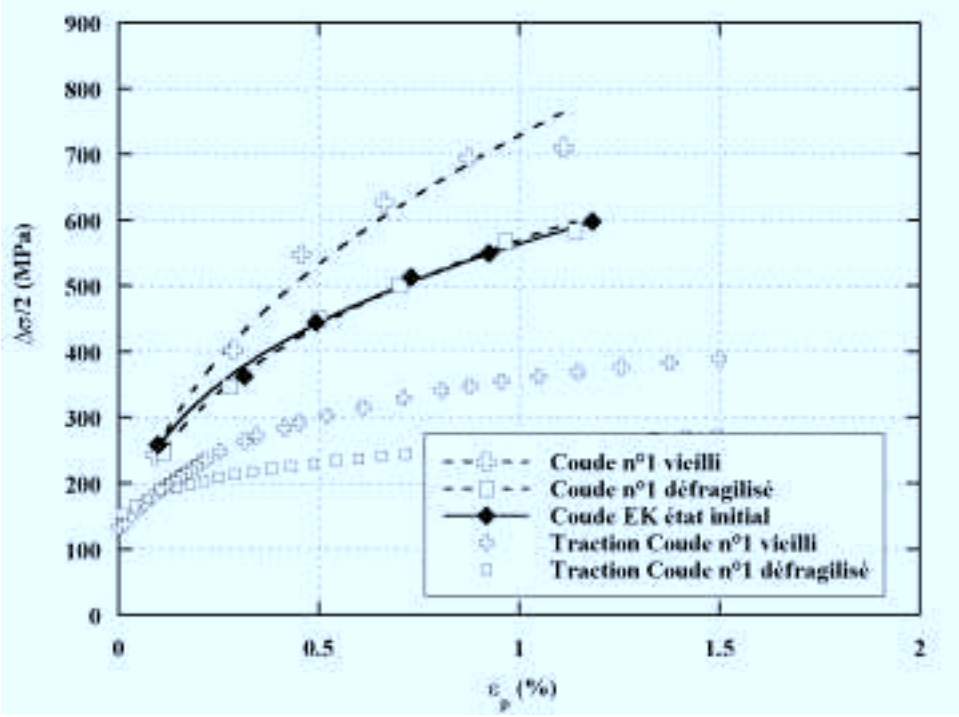


*Figure A2 - 3 : Influence du vieillissement sur les écrouissages cyclique et monotone **à 320°C.***

	σ_0 (MPa)	K (MPa)	n
Coude n°1 vieilli	200	729	0.45
Coude n°1 défragilisé	200	570	0.38
Coude EK à l'état initial	200	565	0.34

Tableau A2 - 1 : Valeurs des coefficients d'écrouissage cycliques de la loi $\sigma = \sigma_0 + K\varepsilon_p^n$ pour les matériaux vieillis et non vieillis testés à 320°C.

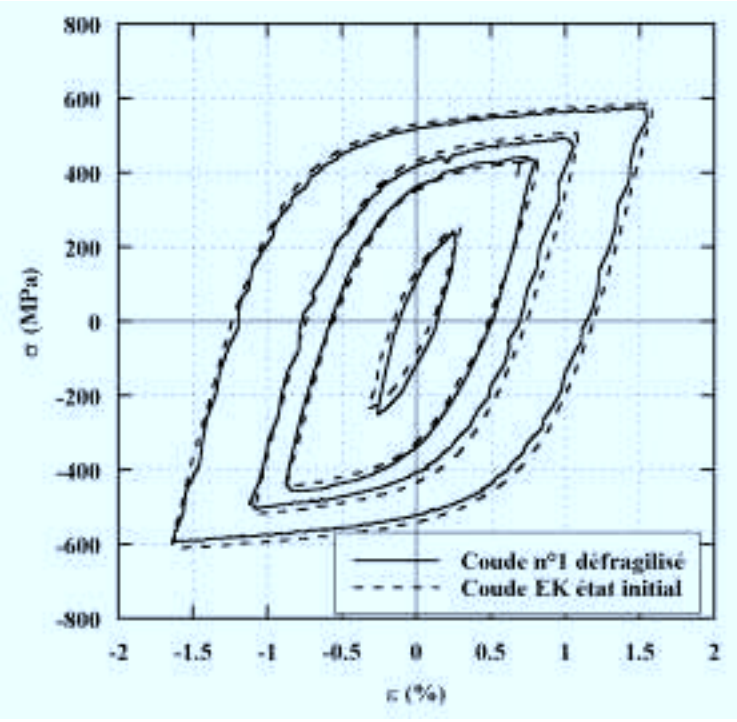


*Figure A2 - 4 : Comparaison coude n°1 défragilisé et coude EK à l'état initial testés à **320°C.***

2. *Influence de la température d'essai*

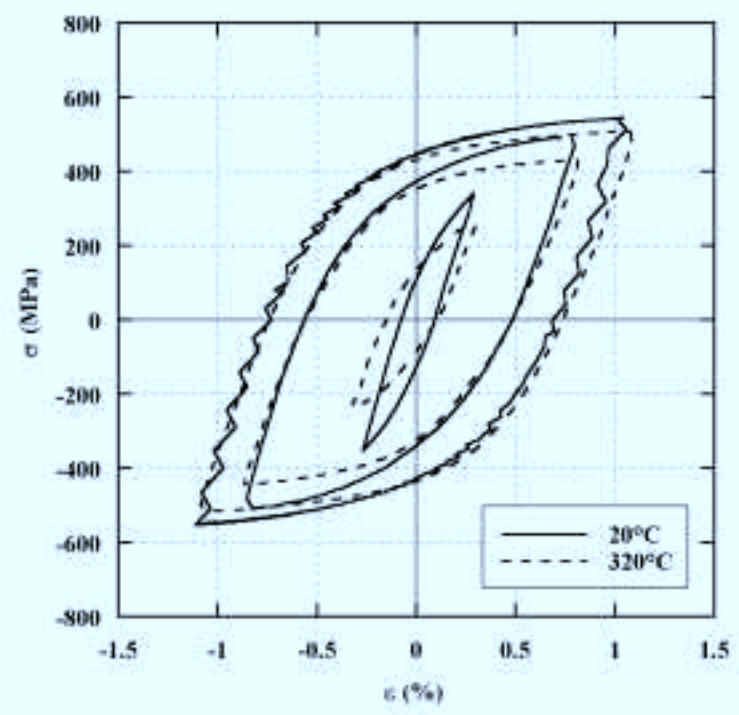


Figure A2 - 5 : Influence de la température sur le comportement cyclique du ***coude EK à l'état initial.***

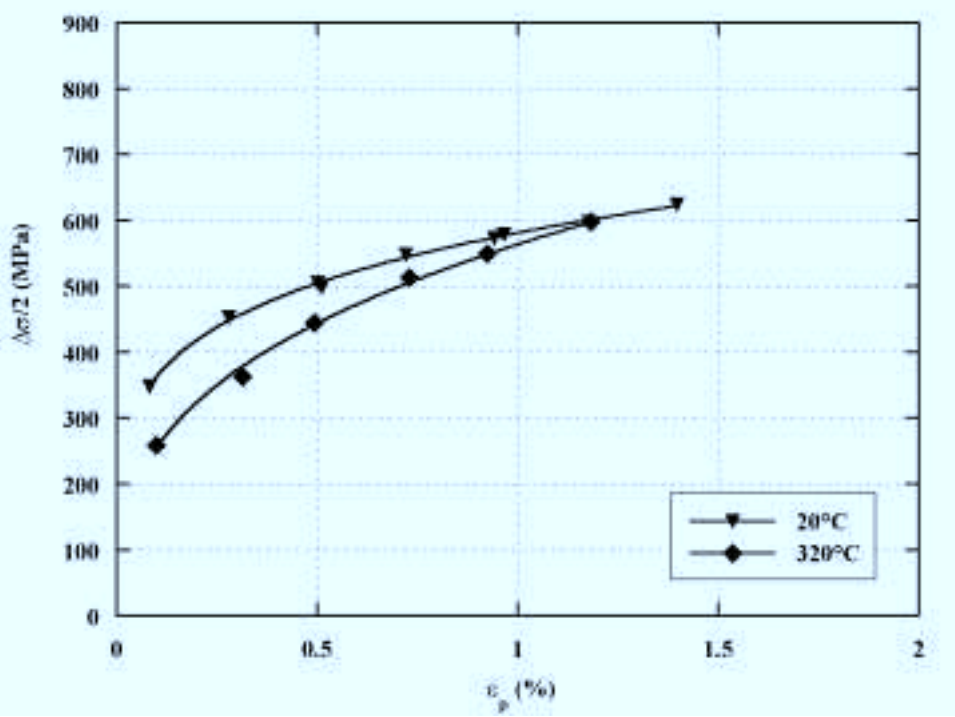


Figure A2 - 6 : Influence de la température sur l'écrouissage cyclique du ***coude EK à l'état initial***.

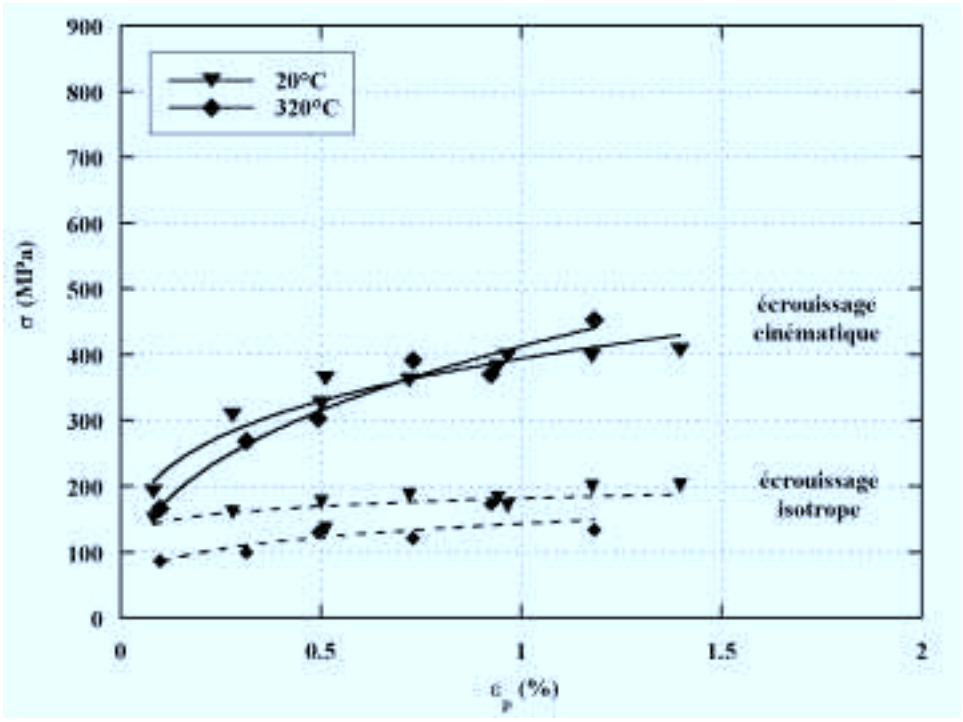


Figure A2 - 7 : Influence de la température sur les écrouissages cinématique et isotrope du ***coude EK à l'état initial.***

PROPAGATION DE FISSURE PAR FATIGUE

MISE EN ŒUVRE EXPERIMENTALE

Dans cette Annexe, le suivi électrique de fissure ainsi que le chargement limite des éprouvettes sont détaillés. La description de la méthode du suivi électrique est extraite de la thèse de Chassaigne [1997].

1. Suivi électrique de fissure

Le principe du suivi électrique de fissure consiste à faire circuler un courant I constant dans l'éprouvette et à mesurer la tension V résultante aux lèvres de l'entaille. L'avancée de la fissure provoque une augmentation de la résistance apparente de l'éprouvette et donc une l'élévation de la différence de potentiel mesurée aux lèvres de l'entaille. Lors de la propagation de la fissure, la tension V est enregistrée au cours du temps. Le lien entre la tension V et la longueur de fissure est établi par une courbe de calibration réalisée sur une éprouvette de même type (CT 20 à épaisseur réduite) à température ambiante, pour laquelle la tension V enregistrée est reliée à la longueur correspondante par des mesures optiques sur les faces et faciès de l'éprouvette. Le polynôme de calibration $V/V_0=f(a/w)$ ou V_0 est la tension initiale est établi une fois pour toutes. Comme nous l'avons expliqué au Chapitre 8 (§ 8.1.1), pour nos essais de propagation de fissure sur éprouvettes CT 20 en acier austéno-ferritique, nous avons utilisé le polynôme de calibration établi par Chassaigne sur du N18 car les mesures optiques sur ce matériau à grains fins sont plus faciles, ce qui rend le polynôme de calibration plus fiable. Ceci est validé par le fait que le polynôme établi par Chassaigne soit proche de ceux que l'on peut établir sur les aciers austéno-ferritiques. De plus, le polynôme est rendu indépendant du matériau par la tension de référence V_0.

1.1. Méthode expérimentale

Les éprouvettes sont instrumentées avec des amenées de courant composées de 10 brins Φ0.4mm en Chromel soudés par point au talon de l'éprouvette. Les prises de potentiel en Chromel pour mesurer la tension V sont soudées par point aux lèvres de l'entaille. Les prises de potentiel doivent être du même métal (chromel) pour éviter les effets thermocouple sur la mesure de V. La tension aux lèvres de l'entaille qui est de quelques microvolts est en effet très sensible aux effets de thermocouple. La tension V est amplifiée 5000 fois avant l'enregistrement.

La comparaison des tensions mesurées aux lèvres de l'éprouvette en amenant le courant au talon ou sur la face avant comme indiqué sur la Figure A3 - 1 montre que la tension V mesurée dans le cas B est plus importante que dans le cas A. Cependant avec l'avancée de la fissure, en traçant a/W en fonction de V/V_0, le cas A donne une plus grande sensibilité du rapport V/V_0 avec l'augmentation de

la longueur de fissure. Les amenées de courant sont donc soudées au talon de l'éprouvette et non pas sur la face avant.
La circulation du courant dans l'éprouvette est maintenue constante par un dispositif électronique, le suiveur de fissure. Ce dernier autorise la circulation d'un courant de 1.5 à 6 A (dans notre cas, intensité de 6 A).
La méthode de mesure du potentiel aux lèvres de l'entaille est la suivante. Un courant constant est imposé et la tension V est mesurée, puis la circulation du courant est stoppée et la tension à vide V_{ref} est mesurée. La séquence de ces diverses mesures est assurée automatiquement par le dispositif. Le suiveur effectue la différence $V-V_{ref}$ et amplifie 5000 fois ce signal qui est enregistré dans le temps.

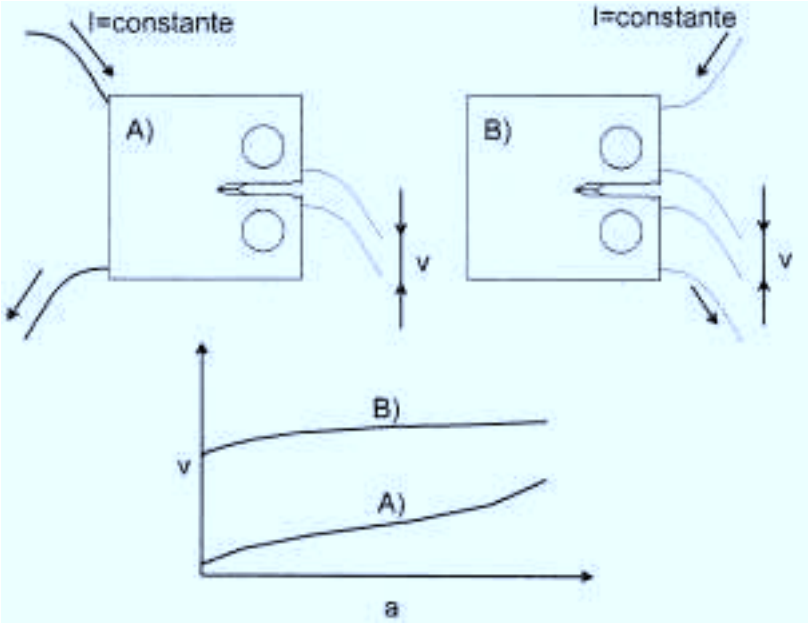


Figure A3 - 1 : Effet de la position des arrivées de courant sur la mesure des tensions aux lèvres de l'entaille d'une éprouvette CT 20.

1.2. Détermination de la courbe de calibration sur une éprouvette en N18

La courbe de calibration établit le lien entre la tension et la longueur de fissure. Elle est établie à température ambiante sur une CT de type 20 et pour une fissure dont la longueur est comprise entre 14 et 28mm.

L'éprouvette est d'abord préfissurée en fatigue à haute fréquence (50Hz) jusqu'à obtention d'une fissure de 14mm. Par la suite on marque régulièrement le front de fissure, soit en changeant momentanément la fréquence de cyclage, soit en utilisant de l'encre. La longueur de fissure est également estimée optiquement sur les flancs de l'éprouvette. On enregistre régulièrement la tension pour chaque front marqué jusqu'à ce que la longueur de fissure soit voisine de 30 mm. L'éprouvette est alors ouverte, ce qui permet de mesurer précisément la longueur de la fissure associée à chaque front.

La détermination de la longueur de fissure associée à un front s'effectue en déterminant la longueur moyenne de la fissure sur ce front. Pour cela l'aire balayée par la fissure jusqu'au front est ramenée à une aire égale de forme rectangulaire. Pratiquement le front de fissure est discrétisé en couple de point de coordonnées (xi, yi) avec l'axe x perpendiculaire à la direction de propagation et l'axe y parallèle à l'axe de propagation. Dans ces conditions, yi représente la longueur de la fissure à l'abscisse xi. L'ensemble (xi, yi) (pour $i \in [1, n]$) étant les coordonnées des points sur la front, la détermination de la longueur moyenne se fait de la façon suivante.

$$\bar{a} = \min(y_i) + \frac{\sum_{i=1}^{n-1} \frac{(y_i + y_{i+1}) \times (x_{i+1} - x_i)}{2}}{x_n - x_1}$$

$$avec \ \forall (i,j) / j > i \ x_j > x_i$$

$$et \ x_n - x_1 = b$$

La Figure A3 - 2 illustre la méthode.

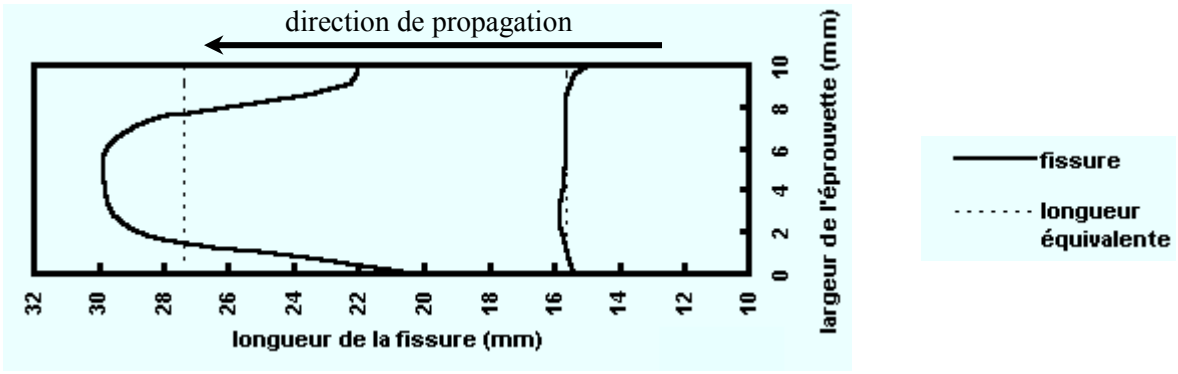


Figure A3 - 2 : Détermination de la longueur de fissure équivalente.

Lorsque les couples (a/W, V/V_0) avec V0 tension initiale sont établis on trace la courbe $a/W=P(V/V_0)$. Cette courbe est alors interpolée par un polynôme d'ordre 5 (Figure A3 - 3). Le domaine de validité du polynôme s'étend depuis a/W=0.3 jusqu'à a/W=0.7. La longueur de fissure utile d'une éprouvette CT de type 20 est donc de 28 mm.

1.3. Estimation de la longueur de fissure pendant l'essai de fissuration

Pendant l'essai, le polynôme de calibration permet d'estimer la longueur de la fissure. Pour cela il suffit de connaître la longueur initiale de la fissure en fin de préfissuration et la tension V_0 associée. Ces conditions initiales étant toujours un peu différentes des conditions initiales du polynôme de calibration, le rapport V/V_0 mesuré est transformé en rapport équivalent $(V/V_0)_{eq}$ tel que :

$$P\left(\frac{V}{V0}\right)_{eq} = \left(\frac{a}{W}\right)_{est}$$

$$\left(\frac{V}{V0}\right)_{eq} = \alpha \times \frac{V}{V0}$$

$$\alpha = P^{-1}\left(\frac{a0}{W}\right)$$

on vérifie bien que $P\left(\frac{V_0}{V_0}\right)_{eq} = \left(\frac{a}{w}\right)_{est}$ pour les conditions initiales.

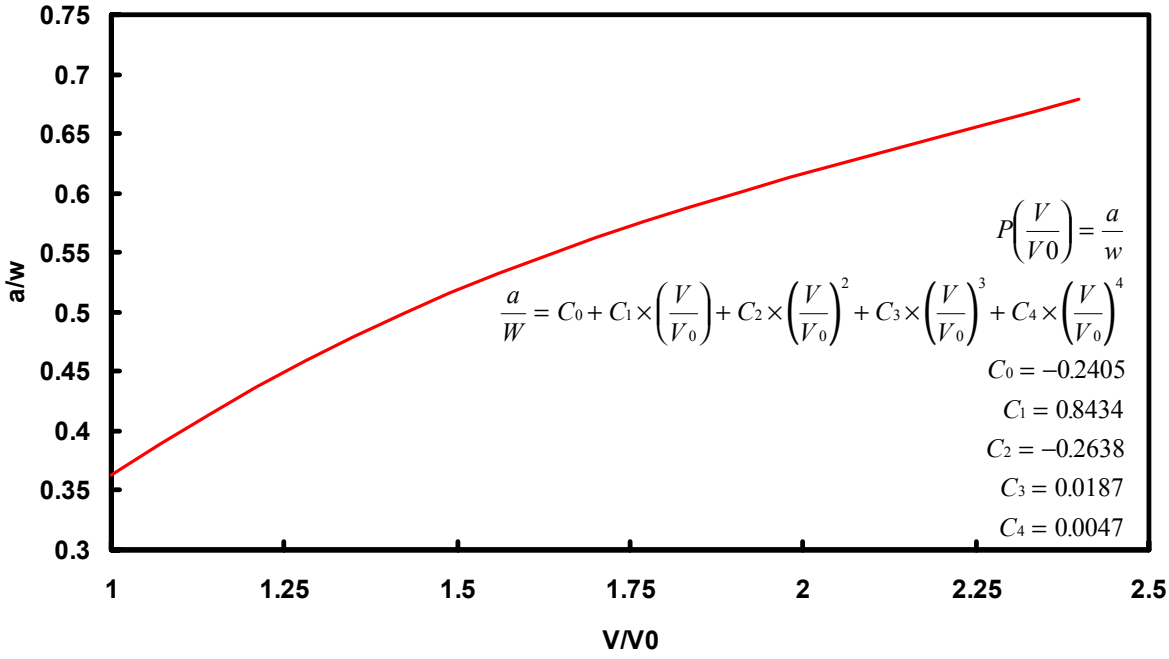


Figure A3 - 3 : Polynôme de calibration $P\left(\frac{V}{V_0}\right) = \frac{a}{w}$.

La Figure A3 - 4 illustre la méthode d'estimation des longueurs de fissures pendant l'essai. L'estimation de la longueur de fissure commence donc par le calcul du facteur α (1 sur la figure), facteur de tension équivalente. Il est déterminé dès le début de l'essai. Ce facteur correspond au rapport $(V_0/V_0)_{eq}$ associé au rapport a_0/W initial via le polynôme $P(V/V_0)$. Par la suite, toutes les tensions sont transformées en tensions équivalentes (2 sur la figure) à l'aide de ce facteur multiplicatif comme indiqué sur la Figure A3 - 4. On parle d'estimation de longueur (3 sur la figure) car d'une part la longueur initiale est simplement estimée par mesure optique sur les flancs de l'éprouvette, et d'autre part parce que la connaissance des conditions finales de l'essai, longueur et tension permettront d'affiner le calcul des longueurs.

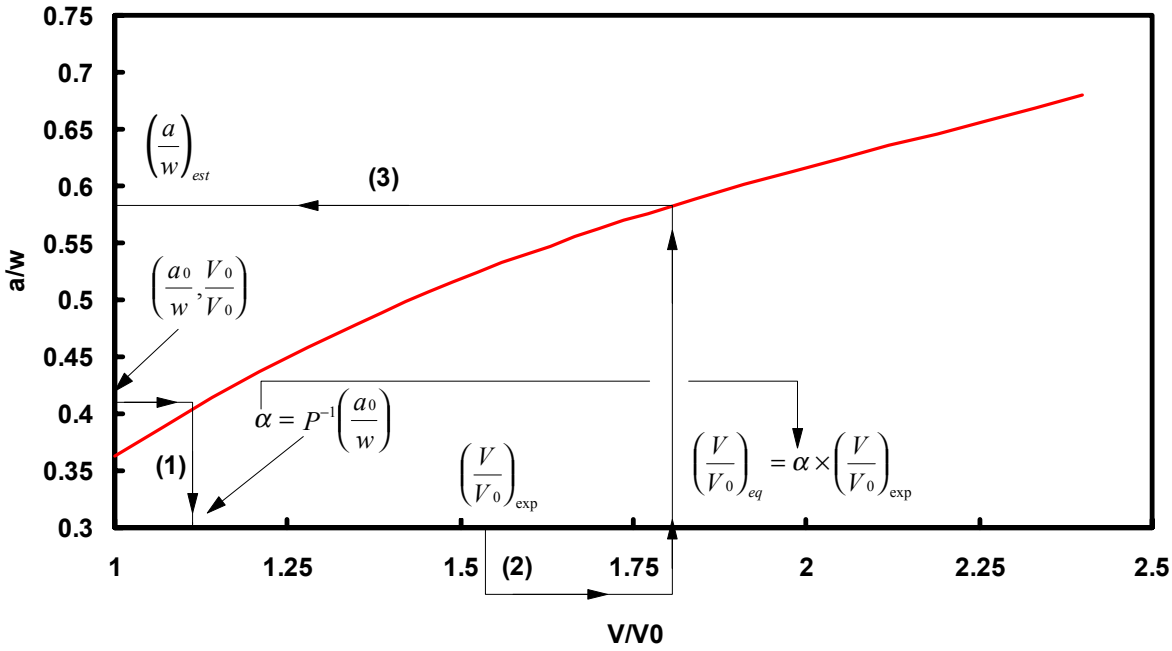


Figure A3 - 4 : Principe de l'estimation de la longueur de fissure pendant l'essai.

Pour le dépouillement de nos essais, nous avons fait des relevés de tension V tels que V_{i+1} - V_i = 20 mV, ce qui correspond a_{i+1} - a_i = 160 µm pour une longueur de fissure a de 14 mm et à a_{i+1} - a_i = 65 µm pour une longueur de fissure de 24 mm. Ce pas de mesure permet d'avoir un nombre correct de points expérimentaux par essai et de respecter la norme ASTM E 647 - 91 qui impose un Δa inférieur à 0.02 W pour 0.4 ≤ a/W ≤0.60 et supérieur à 10 fois la précision de mesure sur la lecture de a. L'erreur de mesure sur la tension a été estimée à 1 mV ce qui correspond à une erreur sur a variant de 7 µm à 4 µm. Les critères de la norme sont donc respectés et le pas de mesure (65 à 160 µm) est supérieur ou égal à la taille d'une latte de ferrite ou d'austénite, ce qui est censé réduire la dispersion expérimentale.

2. Chargement limite

Le chargement limite correspond au chargement pour lequel le ligament en avant de la pointe de la fissure est complètement déformé plastiquement.

Miller [1988] a établi des formulations mathématiques du chargement limite pour différentes géométries d'éprouvettes et notamment pour les éprouvettes CT. Il a supposé que le comportement du matériau était plastique parfait avec un critère de plasticité de type Tresca ou Mises. Pour le critère de Tresca, les calculs ont été faits en contraintes planes et en déformations planes. Le chargement limite est atteint lorsque $P/(\sigma_y WB)$ a atteint n(x), x étant la proportion de ligament rompue (a/W). Les expressions de n(x) varient en fonction des hypothèses retenues (). Afin d'être conservatif, nous avons choisi le critère le plus restrictif, c'est-à-dire le critère de Tresca en contraintes planes. Dans ce cas,

$n(x) = - (1+x) + (2+2x^2)^{1/2}$ pour $0 < x < 1$,

c'est-à-dire

$$\left(\frac{P}{\sigma_y WB}\right)\left(\frac{a}{W}\right) = -\left(1+\frac{a}{W}\right) + \left(2+2\left(\frac{a}{W}\right)^2\right)^{\frac{1}{2}}$$

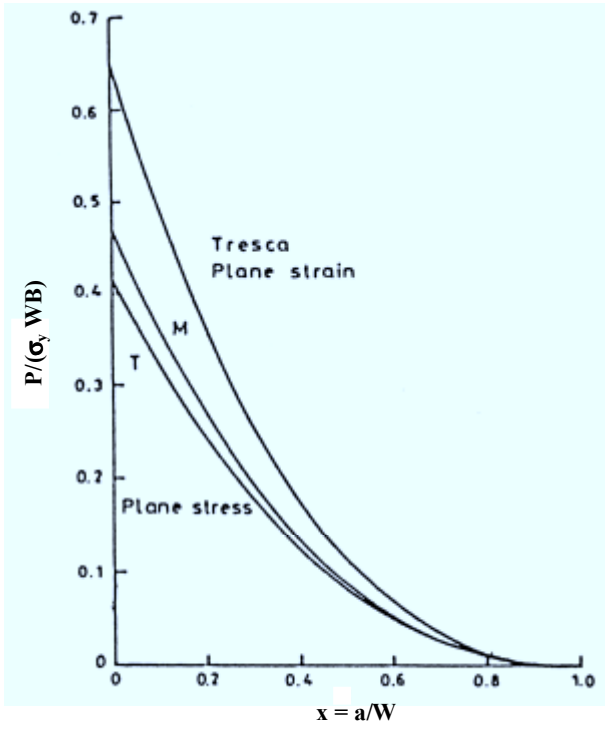


Figure A3 - 5 : Courbes de chargement limite sur éprouvette CT [Miller, 1988].

Nous avons donc tracé, pour chaque condition expérimentale, la courbe P = f(a) qui nous permet de déterminer la longueur maximale de fissure que l'éprouvette puisse supporter sous un chargement P (Figure A3 - 6 et Figure A3 - 7).

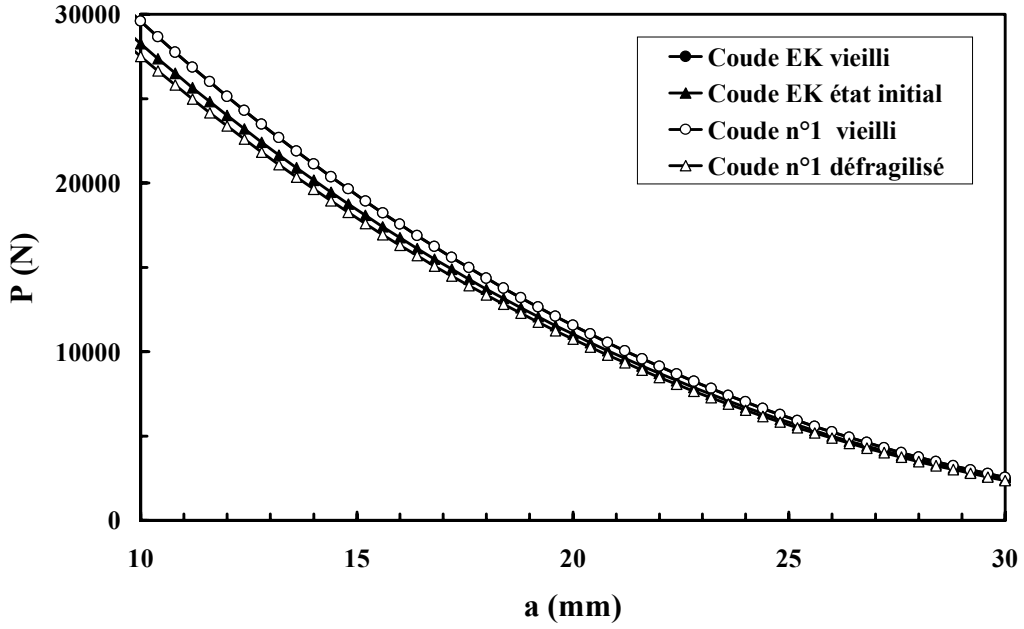


Figure A3 - 6 : Courbe de chargement limite pour les essais à l'ambiante.

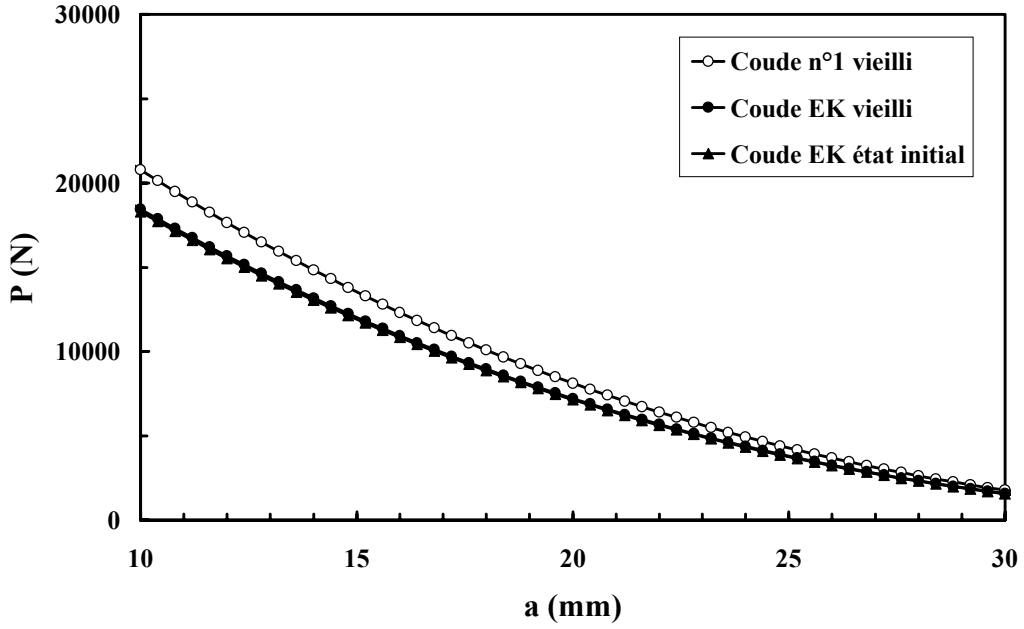


Figure A3 - 7 : Courbe de chargement limite pour les essais à 320°C.

TABLEAUX RECAPITULATIF DES ESSAIS DE PROPAGATION DE FISSURE PAR FATIGUE

Les essais de propagation de fissure par fatigue sont récapitulés dans les tableaux qui suivent. On y détaille la référence des éprouvettes, le chargement maximal, le rapport de charge P_{min}/P_{max}, les facteurs d'intensité de contraintes en début et fin de préfissuration et d'essai, le chargement maximal à ouverture ainsi que la méthode de mesure de fermeture (complaisance et/ou suivi électrique). L'état de l'éprouvette est également indiqué, c'est-à-dire si elle a été ouverte après essai (ouvert) ou tronçonnée selon des plans parallèles aux faces (tranché).

Les essais réalisés sous un rapport de charge de 0.4 sont en grisé.

Essais à 20°C – Matériaux non vieillis

			Préfissuration				Essai					Remarques	Etat
			P_{max}	R	ΔK_0	ΔK_f	P_{max}	R	ΔK_0	ΔK_f	$P_{ouv\ max}$		
Coude EK Etat initial		**EI3**	7500	0.1	20	23	8500	0.1	26	45.3	0	Fermeture extenso +suivi élec	
		EI4	7500	0.1	20	22	8500	0.1	25.6	45.7	0	Fermeture extenso +suivi élec	ouvert
défragilisé	**Coude EK équiaxe**	**B4**	-	-	-	-	11300	0.1	33.7	49.3	-	Défragilisée après usinage	ouvert
		C1	-	-	-	-	8500	0.1	27	43.6	-		ouvert
		C2 ~	-	-	-	-	8500	0.1	26.9	46.1	3850	Fermeture extenso	tranché
		C4 ~	8000	0.1	23	24	9361	0.1	28	45	3700	Fermeture extenso	tranché
	Coude EK basaltique	**C3**	8500	0.1	25	27	8800	0.1	28	43.8	-		
	Coude n°1 équiaxe	**A5C1**	7500	0.1	15	17	8500	0.4	17.1	24.5	3750	Fermeture extenso	ouvert
		A6C1	7500	0.1	15	17	8500	0.4	16.7	28.9	4500	Fermeture extenso	ouvert
		A7C1	7500	0.1	20	22	8500	0.1	25.3	42.9	2550	Fermeture extenso	ouvert
		A8C1	7500	0.1	20	22	8500	0.1	25.3	43.1	2850	Fermeture extenso	
		13C1	7.5/9.7	0.1		31	12500	0.1	40.5	51.2	-	Problèmes de mesures de fermeture	
		14C1	10.5/9	0.1	29.9	26.8	12500	0.1	37.4	51.1	5933	Fermeture extenso +suivi élec	
		22C1	7.6/8.5	0.1	20.55	25.2	16500	0.1	49.2	55.2	0	Fermeture extenso +suivi élec	
		23C1	7.5/8	0.1	20.5	23.2	16500	0.1	47	55.5	0	Fermeture extenso +suivi élec	

P_{max} = Chargement maximal (N)

R = rapport de charge P_{min}/P_{max}

ΔK_0 = Facteur d'intensité de contraintes en début d'essai ou de préfissuration (MPa.√m)

ΔK_f = Facteur d'intensité de contraintes en fin d'essai ou de préfissuration (MPa.√m)

$P_{ouv\ max}$ = Chargement maximal à ouverture (N)

Essais à 20°C – Matériaux vieillis

			Préfissuration				Essai					Remarques	Etat
			P_{max}	R	ΔK_0	ΔK_f	P_{max}	R	ΔK_0	ΔK_f	$P_{ouv\ max}$		
Coude n°1	**équiaxe**	**A3C1**	700	0.1	21	23	8400	0.1	28.5	46.2	1825	Fermeture extenso	ouvert
		A4C1	7000	0.1	21	21	7400	0.1	22.4	41.4	2000	Fermeture extenso	tranché
		15C1	8500	0.1	22.75	25.6	14000	0.1	42.5	55	-	Fermeture extenso +suivi élec	
		16C1	8500	0.1	22.74	25.9	14000	0.1	45.3	55.5	0	Fermeture extenso +suivi élec	
		19C1	7000	0.1	19	22.6	7400	0.1	23.9	42.7	1450	Fermeture extenso	
		A9C1	7500	0.1		21	11900	0.4	23.7	32.3	0	Fermeture extenso	
		A10C1	7500	0.1		21	10300	0.3	24.5	32.6	0	Fermeture extenso	
		A11C1	7.5/5.5	0.1		17	8500	0.4	17.4	28.4	0	Fermeture extenso	
		A12C1	7.5/5.5	0.1		17	8500	0.4	17	27.8	0	Fermeture extenso	ouvert
	basaltique	**B5C1**	7500	0.1	22	23	7500	0.1	24.5	42.9	1661	Fermeture extenso	ouvert
		B6C1	7500	0.1	22	23	7500	0.1	23	38.7	1990	Fermeture extenso	tranché
		B9C1	7.5/6	0.1		18	8500	0.1	25.9	45.7		Fermeture extenso - inexploitable	
		B10C1	7.5/5.5	0.1		16.3	8500	0.1	25.2	46.2		Fermeture extenso - inexploitable	
	trans-basaltique	**B8C1**	7.5/5.8	0.1		17.9	8500	0.1	26.5	47.7		Fermeture extenso - inexploitable	Tranché
		B7C1	7.5/5.8	0.1		17.8	8500	0.1	26.2	47.1		Fermeture extenso - inexploitable	ouvert

			Préfissuration				Essai					Remarques	Etat
			P_{max}	R	ΔK_0	ΔK_f	P_{max}	R	ΔK_0	ΔK_f	$P_{ouv\ max}$		
Coude EK	**équiaxe**	**A1**	-	-	-	-	7200	0.1	24.5	43.1	-		ouvert
		A2 ~	-	-	-	-	6130	0.1	18.4	35.2	1560	Fermeture extenso	ouvert
		A4 ~	-	-	-	-	6200	0.1	20.1	39.4	1210	Fermeture extenso	ouvert
		D1	7576	0.1	20	21	12250	0.4	24.4	34.7	0	Fermeture extenso	ouvert

Essais à 320°C

		Préfissuration				Essai					Remarques	Etat
		P_{max}	R	ΔK_0	ΔK_f	P_{max}	R	ΔK_0	ΔK_f	$P_{ouv\ max}$		
Coude EK Etat initial	**EI2**	7500	0.1	20.2	22.16	7500	0.1	22.2	32.1	0	Fermeture extenso +suivi élec	ouvert
Coude n°1 vieilli	**A1C1**	7/8	0.1	23.6	25	8000	0.1	25.1	35.6	1460	Fermeture extenso – peu fiable	
	A2C1	7000	0.1	20.73	21.95	8000	0.1	29	34.2	980	Fermeture extenso – peu fiable	
	17C1	7500	0.1	20.38	22.26	7500	0.1	22.3	36.8	0	Fermeture extenso +suivi élec	ouvert
	18C1	7500	0.1	20.34	22.9	12500	0.1	38.4	46.2	0	Fermeture extenso +suivi élec	tranché
Coude EK vieilli	**E1**	7500	0.1	20.62	22.04	7500	0.1	22	-	-	Essai inexploitable	
	G1	7500	0.1	20.95	24	7500	0.1	24	32.8	0	Fermeture extenso +suivi élec	ouvert
	G2	7500	0.1	20.96	24.22	10000	0.1	32.3	37.7		Fermeture extenso +suivi élec	tranché

ATTAQUES METALLOGRAPHIQUES

- **Attaque macroscopique** (Dissout la phase ferritique et met en évidence les grains ferritiques)

38% d'acide chlorhydrique
12% d'acide sulfurique
50% d'eau distillée
45 min au voisinage du point d'ébullition
Laver ensuite le dépôt noir sous l'eau courante

- **Attaques microscopiques**

- ***Réactif de Murakami*** *(attaque et colore la ferrite en brun)*

10 g de Potassium Ferricyanure
10 g de NaOH
80 ml d'eau distillée
Porter à 80°C et laisser agir 1 min 30 à 3 min

- ***Acide oxalique*** *(attaque l'austénite)*

Solution de 10% d'acide oxalique
Attaque électrolytique à 20°C, tension = 1.5 V, durée =10 s

- **Préparation des échantillons pour l'EBSD**

Après polissage au 1/4 de µm
Attaque électrolytique à 0°C, tension 40 V, durée = 40 s
450 ml de 2 Butoxy Ethanol
450 ml d'Acide Acétique Glacial
100 ml d'Acide Perchlorique

- **Dissolution de la phase austénitique**

Dissolution électrolytique à l'ambiante (cathode en platine, électrode de référence = électrode au calomel saturé), tension –200 mV, durée 2 h
Acide Sulfurique 3.6N
Thioxyanate d'Ammonium 0.1 mol/l

RESUME

A la température de service (320°C), la ferrite des composants en acier inoxydable austéno-ferritique du circuit primaire des centrales nucléaires subit un vieillissement par transformations microstructurales. Cette phase devient alors fragile et la résilience du matériau chute.

L'objectif de ce travail est d'étudier les vitesses et les mécanismes de propagation de fissure par fatigue en fonction du vieillissement et de la température d'essai (20°C/320°C). Pour cela, deux aciers moulés (30% de ferrite) sont testés. Dans le but de mieux comprendre le rôle joué par l'orientation cristallographique des phases dans le mécanisme de propagation, la microstructure du matériau est étudiée par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) et par Trempe en Solidification Dirigée. Des éprouvettes sont également prélevées de telle sorte que la fissure se propage au travers de structures de solidification équiaxes et basaltiques. Microstructure, propriétés mécaniques en fatigue/fissuration et mécanismes sont alors reliés.

Pour la gamme de delta K balayée, la fissure avance sans chemin préférentiel par rupture successive des lattes de chacune des phases. Le plan macroscopique de fissuration, déterminé par EBSD, est imposé par l'orientation cristallographique du grain ferritique. Ainsi, selon la structure de solidification, des fissures secondaires peuvent apparaître ce qui influe sur les vitesses de propagation.

La fermeture de fissure, mesurée afin d'estimer les vitesses de propagation intrinsèques au matériau, diminue avec le vieillissement ce qui s'explique par l'accroissement de la composante cinématique du comportement plastique cyclique. La pente de la droite de Paris déterminée à partir des vitesses intrinsèques augmente avec le vieillissement. Le domaine de vitesse peut alors être séparé en deux parties : celle pour laquelle les vitesses sont plus faibles dans le matériau vieilli que dans le matériau non vieilli et celle pour laquelle la tendance est inversée.

Mots clés : propagation de fissure, fatigue, aciers biphasés, vitesse de propagation, fermeture de fissure, mécanisme, structure de solidification, cristallographie, EBSD.

ABSTRACT

Duplex stainless steels are used as cast components in nuclear power plants. At the service temperature of about 320°C, the ferrite phase is thermally aged and embrittled. This induces a significant decrease in fracture properties of these materials.

The aim of this work consists in studying Fatigue Crack Growth Rates (FCGR) and Fatigue Crack Growth Mechanisms (FCGM) as a function of thermal ageing and test temperature (20°C/320°C). Two cast duplex stainless steels (30% ferrite) are tested. In order to better understand the influence of the crystallographic orientation of the phases on the FCGM, the solidification structure of the material is studied by Electron Back-Scatter Diffraction (EBSD) and by Unidirectional Solidification Quenching. Fatigue crack growth tests are also performed in equiaxed and basaltic structures. Microstructure, fatigue crack growth mechanical properties and mechanisms are thus studied in relation to each other.

In the studied range of delta K, the crack propagates without any preferential path by successive ruptures of phase laths. The macroscopic crack propagation plane, as determined by EBSD, depends on the crystallographic orientation of the ferrite grain. So, according to the solidification structure, secondary cracks can appear, which in turn influences the FCGR.

Fatigue crack closure, which has to be determined to estimate the intrinsic FCGR, decreases with increasing ageing. This can be explained by a decrease in the kinematic cyclic hardening. The Paris exponent as determined from intrinsic FCGR increases with ageing. Intrinsic FCGR can then be separated in two ranges: one with lower FCGR in aged materials than in unaged and one with the reversed tendency.

Key words : crack propagation, fatigue, duplex stainless steel, crack propagation rate, crack closure, mechanism, solidification structure, crystallography, EBSD