



**HAL**  
open science

# Fatigue-fluage des aciers martensitiques à 9-12%Cr : comportement et endommagement

Benjamin Fournier

► **To cite this version:**

Benjamin Fournier. Fatigue-fluage des aciers martensitiques à 9-12%Cr : comportement et endommagement. Mécanique [physics.med-ph]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2007. Français. NNT : 2007ENMP1473 . tel-00203753

**HAL Id: tel-00203753**

**<https://pastel.hal.science/tel-00203753>**

Submitted on 11 Jan 2008

**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.



ED n°432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

*N°attribué par la bibliothèque*

□□□□□□□□□□□□□□□□

## **T H E S E**

pour obtenir le grade de  
**Docteur de l'Ecole des Mines de Paris**  
Spécialité "Science et Génie des Matériaux"

présentée et soutenue publiquement par  
**Benjamin FOURNIER**

le 19 septembre 2007

<p><b>FATIGUE-FLUAGE DES ACIERS MARTENSITIQUES A 9-12%Cr : COMPORTEMENT ET ENDOMMAGEMENT</b></p>
--

*Directeur de thèse : André PINEAU*  
*Co-directeur de thèse : Maxime SAUZAY*

Jury

M. Edgar RAUCH  
M<sup>me</sup>. Suzanne DEGALLAIX  
M. Jaroslav POLAK  
M. Claude ESCARAVAGE  
M. Jean GABREL  
M. André PINEAU  
M. Maxime SAUZAY

Président  
Rapporteur  
Rapporteur  
Examineur  
Examineur  
Directeur de thèse  
Co-directeur de thèse

*A mon père.*



*La science consiste à passer d'un étonnement à un autre.*  
**Aristote**

*Penser ne suffit pas : il faut penser à quelque chose.*  
**Jules Renard, Journal**



# Remerciements

Le présent mémoire, sans être un aboutissement en soi, n'en reste pas moins la synthèse de trois années de travaux de recherche. Trois années au cours desquelles j'ai eu à cœur mener cette thèse comme on mène un projet. C'est donc avec toute la rigueur, tout le souci de la ponctualité et des échéances, toute la réactivité et toute l'ambition dûs à la bonne conduite d'un projet que j'ai tenté de me lancer dans cette aventure qu'est la thèse. Les prémisses de ce cheminement personnel remontent probablement fort loin, mais c'est bien à une série de rencontres qu'il est possible d'attribuer l'évènement déclencheur. L'origine de ma contamination par le virus de la recherche est à mettre au crédit de trois passionnés qui furent tour à tour mes professeurs, collègues et amis. Maxence Bigerelle, Denis Najjar et Alain Iost m'ont initié aux ineffables joies de la recherche scientifique. Je leur dois bien plus qu'ils ne l'imaginent et les remercie pour leur indéfectible confiance, leurs conseils et leur précieuse amitié. Cette contagion initiale, aussi fébrile et intense fût-elle, aurait probablement pu rester passagère si une seconde collision intellectuelle n'était venue la transformer en affection permanente. C'est en effet à l'occasion d'un Projet Pratique en Laboratoire effectué lors de mon DEA que mes pas ont croisé le sillage d'un dénommé André Pineau. S'il est inutile de présenter le scientifique ou ses accomplissements, je ne peux m'abstenir de souligner que sa rigueur, son exigence, son dynamisme, sa fougue et tout simplement l'homme entier et passionné qu'il est, sont tout aussi exceptionnels. Peu sujet à l'idolâtrie, je me dois cependant de confesser que la rencontre avec ce personnage hors norme fut pour moi décisive. En débutant cette thèse, qu'il a élégamment dirigée, j'avais l'impression que de bien belles choses hantaient son esprit. Au crépuscule de cette aventure, cette impression est devenue conviction. Au risque de tomber dans le dithyrambe, j'insisterai sur sa présence, sa disponibilité, sa culture et ses multiples idées qui sont pour beaucoup dans les résultats qui suivent. J'ai envers lui une dette que l'on ne peut contracter qu'auprès des grands hommes.

J'adresse mes chaleureux remerciements à Maxime Sauzay, qui m'a offert l'opportunité de mener cette thèse. Sa curiosité, son enthousiasme mais aussi l'absolue liberté qu'il m'a accordée au cours de ces trois années sont de magnifiques présents pour lesquels mon entière gratitude lui est acquise. Il a su m'initier à d'autres méthodes de travail et m'encadrer tout en ne cessant d'encourager mes initiatives. Ses multiples centres d'intérêt et sa tolérance font de lui quelqu'un de rare.

Je profite par ailleurs de ces pages pour saluer le courage de Suzanne Degallaix et Jaroslav Polak qui ont tous deux accepté la lourde charge d'être rapporteurs de ce manuscrit, je leur en suis très reconnaissant. Mes remerciements vont aussi aux autres membres qui composent mon jury de thèse, à savoir Edgar Rauch, Claude Escaravage et Jean Gabrel. Ils m'ont apporté de précieux commentaires ainsi qu'une mise en perspective de mon travail à travers le prisme de leur expérience, nos rencontres m'ont beaucoup appris.

Si ces trois dernières années se sont idéalement déroulées, le mérite en revient pour beaucoup à Lucien Allais et Jean-Luc Béchade qui m'ont apporté un soutien matériel, en m'ouvrant les portes de leurs laboratoires respectifs, mais surtout intellectuel et moral, en me faisant partager leur expérience et leur savoir. Je tiens aussi à remercier les hommes, Frédéric Ravel, Gilles Vériot et Luc Paradis, qui ont successivement dirigé le SRMA au sein duquel je viens de passer une période riche et passionnante.

Ma thèse s'inscrit par ailleurs dans deux projets de recherche nommés RCGMA et TEMAS et menés par le CEA. Plusieurs de leur acteurs, dont Jean-Louis Séran, Marie-Thérèse Cabrillat, Philippe Dubuisson et Philippe Billot ont témoigné un vif intérêt pour mes travaux et je les remercie pour leur implication.

Comme tout projet, une thèse est avant tout une aventure humaine. L'ensemble des résultats obtenus sont le fruit du travail de très nombreuses personnes. Les trois dernières années et les multiples expériences qui ont jalonné cette thèse m'ont, en effet, offert l'opportunité de collaborer avec de nombreux hommes et femmes. Il n'est de meilleure formation que celle qui vous permet de découvrir les savoir-faire, les buts, les attentes et les univers des gens qui vous entourent. Parmi eux, certains ont eu la gentillesse de me compter au nombre de leurs amis. Tous m'ont enrichi de leur expérience et de leur connaissance, ils m'ont apporté des idées, des réflexions qui ne peuvent surgir que de la diversité, de la confrontation de modes de pensée et de travail différents, mais non antinomiques. Plus qu'une formation scientifique, la thèse, grâce à toutes ces personnes, m'a fait grandir.

Parmi les noms qui suivent, j'ai très probablement oublié des gens qui ont largement mérité d'y voir figurer le leur, je leur présente par avance mes plus plates excuses.

Je tiens tout d'abord à remercier Christel Caës, dont le sourire et la gentillesse n'ont d'égales que la compétence et la rigueur, ainsi que Michel Noblecourt, qui, par son habilité et sa disponibilité, m'a rendu de fiers services. Ils sont les deux âmes du laboratoire de fatigue oligocyclique du SRMA et m'ont appris énormément au cours des dernières années. J'ai, par ailleurs, eu la chance de bénéficier des nombreux résultats obtenus dans ce même laboratoire par Michel Mottot. Ma gratitude lui est, en cela, toute acquise.



Comme vous pourrez le constater au fil des pages, l'observation et l'expérimentation sont au coeur de mes travaux de thèse. A ce titre, il me faut souligner l'aide et le concours inestimable de Véronique Rabeau et Théodore Cozzika dans la phase de préparation des échantillons. Annick Bougault, Alexandra Renault, Didier Hamon et Françoise Barcelo m'ont, quant à eux, initié aux arcanes de l'observation MEB, MET, microsonde et EBSD. Je leur exprime ma profonde gratitude. Je remercie par ailleurs Sylvie Poissonnet et Patrick Bonnaille du SRMP pour m'avoir permis d'accéder à leur MEB FEG. Au même titre je suis reconnaissant envers Cyril Cayron du CEA de Grenoble. J'ai par ailleurs une énorme dette envers Ivan Tournié que j'ai longuement accaparé pour mes essais de fluage et que je remercie pour sa présence et ses conseils. Je tiens à noter qu'outre sa disponibilité, son expérience et ses compétences, Ivan possède des vrais talents de pâtissier !

Non content d'user de l'ensemble des moyens expérimentaux disponibles au sein du SRMA, mes pas m'ont conduit dans d'autres laboratoires. En premier lieu je tiens à remercier chaleureusement Anne-Françoise Gourgues, Bertrand Briot et Raphaël Salapète au Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines qui m'ont abondamment aidé à mener diverses expériences. Parmi les gens qui m'ont accueilli, je souhaite aussi remercier Hélène Burlet, Olivier Gillia et Patrick Lemoine du CEA de Grenoble qui m'ont permis de mener des essais de fatigue sous vide. Pour le même type d'essais, mais cette fois sous une atmosphère d'hélium, toute ma gratitude va à Pierre Lamagnère, dont je ne peux que louer l'hospitalité. Par ailleurs, même si notre collaboration a été avortée pour cause de problèmes matériels, je souhaite remercier Gérard Moulin et Jérôme Favergeon de l'UTC. J'adresse en outre toute ma reconnaissance à Pavel Hutar, Lubos Nahlik, Thomas Kruml, Martin Petrevec, Karel Obrtlick, aux professeurs Zdenek Knésl et Jaroslav Polak, ainsi qu'à Jiri Man et Petr Klapetek qui m'ont chaleureusement accueilli à Brno en République Tchèque et grâce à qui j'ai pu observer en AFM mes éprouvettes ainsi qu'avoir de passionnantes discussions. Enfin, je souhaite remercier Edgar Rauch pour m'avoir donné la chance d'observer mes échantillons à l'aide de la technique d'indexation cristallographique qu'il a développée.

De manière générale, j'ai eu la chance et l'honneur de profiter de l'expérience de nombreux experts par le biais de multiples discussions, parfois passionnées, toujours informelles et enrichissantes. A ce titre je remercie sincèrement Jean-Christophe Brachet, Yann de Carlan, Fabien Onimus, Laurent Dupuy (qui a accessoirement eu la gentillesse de m'aider à évacuer quelques tensions en étant mon partenaire<sup>1</sup> de squash !), Ludovic Vincent, Christian Robertson, Bernard Marini au SRMA, mais aussi Philippe Pilvin, Samuel Forest et Georges Cailletaud.

Pour leur apport concernant l'oxydation des aciers 9-12%Cr, je souhaite remercier Céline Cabet et Laure Martinelli qui ont eu la patience d'expliquer, au mécanicien mal

---

<sup>1</sup>Tu noteras, Laurent, que j'ai utilisé le terme de partenaire, et non celui de victime... ;)

dégrossi que je suis, les subtilités et les mystères de la corrosion.

Je suis en outre lourdement redevable envers Michel Truong, grâce à qui j'ai pu traverser, sans trop de dommages, les aléas de l'informatique.

Dans le même ordre d'idées, je tiens à souligner le rôle majeur qu'ont joué les secrétaires de choc du SRMA, à savoir Mireille Jouan, Nathalie Palayan et Sylvie Coignard. Grâce à elles, j'ai pu passer au travers des méandres administratifs propres aux multiples procédures du CEA. Elles méritent toute ma gratitude.

Pour m'avoir fait partager son expérience et pour m'avoir prodigué de précieux conseils je remercie chaleureusement Farhad Tavassoli. Sa culture, son expertise ainsi que son sens de l'humour en font assurément quelqu'un d'exceptionnel.

Il en va d'une thèse comme de tout projet, la qualité des résultats est en corrélation directe avec la qualité de l'ambiance de travail. Pour avoir contribué à créer une ambiance de travail joviale et agréable je remercie tous les thésards du SRMA avec qui j'ai passé ces trois dernières années. Une mention spéciale est attribuée à Stéphane Osterstock, Nicolas Malésys et Daniel Garcia-Rodriguez.

Pour avoir contribué à m'ouvrir l'esprit, pour m'avoir accueilli au sein de la communauté des caféinophiles du SRMA, et surtout pour leur réconfortante amitié je remercie du fond du coeur Valérie Maillot, Véronique Lezaud, Pierre Forget, Laurence Portier et France Dalle. Je suis en outre tout spécialement reconnaissant à Valérie pour avoir tenté d'éduquer mes oreilles impies aux divines harmonies de la flutte traversière, et pour bien d'autres choses.

Quoiqu'elles puissent en dire, les personnes les plus importantes au cours d'une thèse sont de loin celles qui n'y participent pas. J'entends par là que l'apport indirect des gens qui vous soutiennent au quotidien, qui vous offrent leur amitié et leur présence en toutes circonstances est, de loin, le facteur principal qui détermine la qualité des résultats finaux. C'est là le rôle des amis, des proches et des parents.

A ce titre, mes pensées les plus reconnaissantes vont à Nicolas Rupin. Je considère l'amitié dont il m'honore comme un bien précieux et rare, serti sur des qualités scientifiques qui font de lui un repère fiable aussi bien dans ma vie professionnelle que personnelle. J'en profite aussi pour remercier son épouse, Fabienne Rupin, pour sa capacité unique à me faire oublier tout problème professionnel, et ce, du simple fait de ses constantes menaces culinaires.

Si j'ai attribué ma contagion par le virus de la recherche à diverses rencontres "scientifiques", le germe initial, l'élément fondateur qui a fait de moi la personne que je suis aujourd'hui remonte bien plus loin. C'est à mes parents que j'adresse toute ma

gratitude pour les valeurs et la soif de connaissances qu'ils m'ont transmises. La dette que j'ai contracté auprès d'eux ne peut se quantifier. Je tiens par ailleurs à souligner le soutien indéfectible que ma mère ma toujours apporté, quelles que soient mes entreprises ou mes objectifs, j'ai pu compter sur ses encouragements.

Enfin, c'est Claire qu'il me faut remercier le plus intensément. Son amour et sa présence au quotidien sont mon unique point fixe, la constante à laquelle mon âme étiolée se ressource. Sa tendresse et sa joie de vivre me guériraient presque de ma misanthropie innée. Elle a eu, depuis de longues années, la patience nécessaire pour supporter les nombreuses nuits et week-end studieux. Non contente d'avoir, bien malgré elle, été initiée aux joies des piqûres de corrosion et autres lattes de martensite, elle a eu le courage de lire le présent manuscrit... Merci.



# Table des matières

	1
	3
<b>Remerciements</b>	<b>1</b>
<b>Table des matières</b>	<b>i</b>
<b>Table des figures</b>	<b>vii</b>
<b>Liste des tableaux</b>	<b>xxix</b>
<b>Remerciements</b>	<b>1</b>
<b>Notations</b>	<b>7</b>
<b>Introduction</b>	<b>9</b>
<b>1 Bibliographie générale</b>	<b>13</b>
1.1 Préambule. . . . .	14
1.2 Matériau. . . . .	15
1.2.1 Composition et traitements thermiques. . . . .	15
1.2.1.1 Eléments d'alliage. . . . .	15
1.2.1.2 Elaboration et traitements thermiques. . . . .	17
1.2.2 Microstructure. . . . .	18
1.2.2.1 Dimensions caractéristiques. . . . .	18
1.2.2.2 Nature des interfaces et relations d'orientations. . . . .	28
1.2.2.3 Précipités et inclusions. . . . .	34
1.2.2.4 Densités de dislocations. . . . .	44
1.2.3 Propriétés mécaniques standard. . . . .	44
1.2.4 Nuances avancées. . . . .	47
1.3 Fatigue, Fluage et Fatigue-Fluage. . . . .	50
1.3.1 Endommagement et durée de vie. . . . .	50
1.3.1.1 Amorçage en fatigue. . . . .	50

1.3.1.2	Propagation en fatigue. . . . .	54
1.3.1.3	Endommagement de fluage. . . . .	56
1.3.1.4	Interactions entre fatigue, fluage et oxydation. . . . .	61
1.3.1.5	Modèles de prédiction de durée de vie et calculs de dimensionnement. . . . .	71
1.3.2	Comportement mécanique et évolutions microstructurales. . . . .	74
1.3.2.1	Lien entre nature des contraintes et microstructure. . . . .	75
1.3.2.2	Comportement en fluage. . . . .	76
1.3.2.3	Comportement en fatigue. . . . .	80
1.3.2.4	Cas des matériaux à très petits grains (UFG et nanomatériaux). . . . .	82
1.4	Conclusions de l'étude bibliographique. . . . .	85
	Bibliographie . . . . .	87
<b>2</b>	<b>Comportement et évolutions microstructurales</b>	<b>105</b>
2.1	Etat de l'art. . . . .	106
2.1.1	Comportement en fluage. . . . .	106
2.1.2	Comportement en fatigue. . . . .	109
2.1.3	Evolutions microstructurales. . . . .	112
2.1.3.1	Evolution des tailles de sous-grains. . . . .	118
2.1.3.2	Evolution des précipités. . . . .	129
2.1.3.3	Evolution de la densité de dislocations. . . . .	137
2.1.4	Conclusions partielles. . . . .	138
2.2	Résultats des essais mécaniques. . . . .	139
2.2.1	Essais de fatigue pure (PF), fatigue-relaxation (RF), fatigue-fluage (CF). . . . .	140
2.2.2	Etude de l'adoucissement : répartition entre contrainte isotrope, cinématique et visqueuse. . . . .	146
2.2.3	Etude des phases de fluage et de relaxation. . . . .	148
2.2.4	Essais séquentiels. . . . .	152
2.2.5	Essais de fluage cycliques. . . . .	155
2.2.6	Conclusions partielles. . . . .	157
2.3	Observation des évolutions microstructurales. . . . .	159
2.3.1	Observations en MET. . . . .	160
2.3.2	Observations EBSD. . . . .	173
2.3.3	Cartographies d'orientations sur MET. . . . .	189
2.3.4	Conclusions de l'étude métallurgique. . . . .	217
2.4	Modélisation. . . . .	218
2.4.1	Hypothèses et phénomène microstructural retenu. . . . .	219
2.4.2	Formulation analytique. . . . .	221
2.4.3	Modèle polycristallin. . . . .	225
2.5	Simulations. . . . .	232
2.5.1	Résultats du modèle analytique. . . . .	232

2.5.2	Résultats du modèle polycristallin. . . . .	233
2.5.2.1	Fatigue pure. . . . .	233
2.5.2.2	Fatigue-relaxation. . . . .	243
2.5.3	Conclusions partielles. . . . .	249
2.6	Discussion. . . . .	250
2.6.1	Pistes d'amélioration du modèle de comportement. . . . .	251
2.6.2	Influence de l'environnement sur le comportement. . . . .	252
2.6.3	Stabilité de la microstructure et amélioration des nuances. . . . .	254
	Bibliographie . . . . .	257
<b>3</b>	<b>Endommagement et durée de vie</b>	<b>269</b>
3.1	Etat de l'art. . . . .	270
3.1.1	Durées de vie en fluage. . . . .	270
3.1.2	Durées de vie en fatigue et fatigue-fluage. . . . .	272
3.1.2.1	Nature des distributions de durées de vie. . . . .	281
3.1.2.2	Influence de la vitesse de déformation. . . . .	283
3.1.2.3	Influence de la nuance. . . . .	285
3.1.2.4	Influence de la température. . . . .	287
3.1.2.5	Influence du temps de maintien. . . . .	288
3.1.2.6	Influence de l'environnement. . . . .	295
3.1.2.7	Lois empiriques de durée de vie. . . . .	299
3.1.3	Mécanismes d'endommagement en fatigue-fluage. . . . .	300
3.1.3.1	Phase d'amorçage. . . . .	300
3.1.3.2	Phase de propagation. . . . .	303
3.1.4	Conclusions partielles. . . . .	307
3.2	Résultats des essais mécaniques. . . . .	310
3.2.1	Durées de vie en fatigue pure, fatigue-relaxation et fatigue-fluage. . . . .	310
3.2.1.1	Durées de vie en fatigue pure. . . . .	310
3.2.2	Influence des temps de maintien en traction. . . . .	311
3.2.3	Influence des temps de maintien en compression. . . . .	315
3.2.4	Conclusions partielles. . . . .	318
3.3	Observations : mécanismes d'endommagement. . . . .	318
3.3.1	Caractéristiques générales de l'endommagement. . . . .	320
3.3.2	Identification de deux types d'interaction fatigue-fluage-oxydation. . . . .	327
3.3.3	Conclusions partielles. . . . .	339
3.4	Modélisation. . . . .	342
3.4.1	Identification des mécanismes d'endommagement et de leur domaine d'application. . . . .	342
3.4.1.1	Identification de deux domaines de sollicitations. . . . .	342
3.4.1.2	Origine des contraintes dans les couches d'oxyde. . . . .	345
3.4.1.3	Etat de contrainte au sein de la couche d'oxyde pour des essais PF, RF et CF. . . . .	346
3.4.1.4	Rupture des couches d'oxyde. . . . .	349

3.4.1.5	Conclusions partielles. . . . .	361
3.4.2	Bases physiques de la modélisation. . . . .	362
3.4.3	Mise en équations. . . . .	365
3.4.3.1	Description. . . . .	365
3.4.3.2	Identification des paramètres. . . . .	366
3.5	Résultats de simulation. . . . .	372
3.5.1	Résultats en fatigue pure. . . . .	372
3.5.2	Essais avec temps de maintien. . . . .	374
3.5.3	Prise en compte de l'influence de la densité de fissures. . . . .	376
3.6	Discussion. . . . .	380
3.6.1	Extrapolation en température. . . . .	383
3.6.2	Extrapolation à d'autres nuances. . . . .	384
3.6.3	Extrapolations à d'autres environnements. . . . .	384
3.6.3.1	Durées de vie sous vide. . . . .	386
3.6.3.2	Durées de vie sous hélium. . . . .	389
3.6.4	Extrapolations aux très longs temps de maintien. . . . .	392
3.6.5	Modélisation de la dispersion des durées de vie. . . . .	394
3.7	Conclusions partielles. . . . .	395
	Bibliographie . . . . .	398
<b>Conclusions et perspectives</b>		<b>411</b>
3.1	Etude du comportement cyclique et évolutions microstructurales. . . . .	411
3.2	Endommagement et durée de vie. . . . .	413
3.3	Perspectives. . . . .	414
3.3.1	Modélisation du comportement. . . . .	414
3.3.2	Prédiction des durées de vie. . . . .	415
3.3.3	Extrapolations aux sollicitations en service. . . . .	415
3.3.4	Amélioration des nuances. . . . .	416
<b>A</b>	<b>Analysis of the hysteresis loops of a martensitic steel. Part I : Study of the influence of strain amplitude and temperature under pure fatigue loadings using an enhanced stress partitionning method</b>	<b>419</b>
A.1	abstract . . . . .	420
A.2	Introduction. . . . .	420
A.3	Existing methods for the analysis of fatigue hysteresis loops . . . . .	421
A.3.1	Cottrell's method. . . . .	421
A.3.2	Polak's method. . . . .	423
A.3.3	Application of the existing methods to the modified 9Cr1Mo cyclic tests. . . . .	424
A.4	A new stress partitioning method. . . . .	426
A.4.1	Principles. . . . .	427
A.4.2	Practical implementation and stability of the method. . . . .	428
A.5	Study of the evolution of the cyclic stress of a martensitic steel. . . . .	432



A.5.1	Material. . . . .	432
A.5.2	Experiments. . . . .	434
A.5.3	Results. . . . .	435
A.5.3.1	Variability . . . . .	435
A.5.3.2	Influence of strain amplitude . . . . .	437
A.5.3.3	Influence of temperature . . . . .	442
A.5.4	Discussion . . . . .	442
A.6	Conclusion . . . . .	446
A.7	Acknowledgments . . . . .	447
	Bibliographie . . . . .	447
<b>B</b>	<b>Analysis of the hysteresis loops of a martensitic steel. Part II : Study of the influence of creep and stress relaxation holding times on cyclic behaviour</b>	<b>453</b>
B.1	abstract . . . . .	454
B.2	Introduction. . . . .	454
B.3	Experiments . . . . .	455
B.4	Results . . . . .	457
B.4.1	Cyclic creep tests. . . . .	457
B.4.1.1	Variation of the stress range ( $\frac{\Delta\sigma}{2}$ ) . . . . .	457
B.4.1.2	Variation of the isotropic stress ( $R$ ) . . . . .	459
B.4.1.3	Variation of the kinematic stress ( $X$ ) . . . . .	461
B.4.1.4	Variation of the viscous stress ( $\sigma_v$ ) . . . . .	463
B.4.2	Cyclic and sequential relaxation tests. . . . .	464
B.4.2.1	Variation of the stress range ( $\frac{\Delta\sigma}{2}$ ) . . . . .	464
B.4.2.2	Variation of the isotropic stress ( $R$ ) . . . . .	465
B.4.2.3	Variation of the kinematic stress ( $X$ ) . . . . .	465
B.4.2.4	Variation of the viscous stress ( $\sigma_v$ ) . . . . .	470
B.5	Discussion . . . . .	470
B.5.1	Variations of the effective Young's modulus. . . . .	470
B.5.2	Effect of holding periods on the isotropic stress $R$ . . . . .	472
B.5.3	Effect of holding periods on the viscous stress $\sigma_v$ . . . . .	472
B.5.4	Effect of holding periods on the kinematic stress $X$ . . . . .	475
B.6	Conclusions . . . . .	478
B.7	Acknowledgements . . . . .	480
	Bibliographie . . . . .	480
<b>C</b>	<b>Compositions de différents aciers à 9-12% Cr</b>	<b>489</b>
	Bibliographie . . . . .	491
<b>D</b>	<b>Bibliographie succincte dédiée aux phénomènes d'oxydation</b>	<b>493</b>
D.1	Nature des couches d'oxyde observées. . . . .	493
D.1.1	Composition des différentes couches. . . . .	493
D.1.2	Propriétés des différentes couches. . . . .	494

D.2	Mécanismes d'oxydation. . . . .	498
D.2.1	Mécanisme diffusionnel d'oxydation interne et externe. . . . .	498
D.2.2	Influence de l'écroissage sur un mécanisme de croissance externe. . . . .	501
D.2.3	Influence de la ségrégation et de la microstructure lors des premiers stades d'oxydation. . . . .	501
D.2.4	Mécanisme en trois stades. . . . .	502
D.2.5	Formation et déchaussement des nodules d'oxyde . . . . .	503
D.2.6	Formulation thermodynamique du rôle des lacunes. . . . .	505
D.3	Cinétiques d'oxydation. . . . .	506
	Bibliographie . . . . .	511
<b>E</b>	<b>Moyens expérimentaux</b>	<b>513</b>
E.1	Préparation des échantillons . . . . .	513
E.1.1	Désoxydation . . . . .	513
E.1.2	Coupes polies . . . . .	513
E.1.3	Lames minces . . . . .	514
E.1.4	Echantillons pour mesures EBSD . . . . .	514
E.2	Moyens d'observation . . . . .	515
E.2.1	MEB . . . . .	515
E.2.2	MET . . . . .	515
E.2.3	EBSD . . . . .	515
E.3	Machines d'essais . . . . .	515
E.3.1	Fatigue : SRMA . . . . .	515
E.3.2	Fatigue sous vide : CEA Grenoble . . . . .	515
E.3.3	Fatigue sous hélium : CEA Pierrelate . . . . .	516
E.3.4	Fluage : SRMA . . . . .	516

## Table des figures

1.1	Evolution des compositions et de la résistance au fluage des aciers à 9-12%Cr [Masuyama and Yokoyama, 1995, Korcakova, 2002] . . . . .	14
1.2	Evolution de la dureté d'un acier à 12%Cr en fonction de la durée du revenu [Eggeler et al., 1987]. . . . .	18
1.3	Observations a) en microscopie optique, b) au MEB (après polissage et attaque Villela) et c) au MET de la microstructure à l'état de réception du P91. . . . .	20
1.4	Schéma mettant en évidence les différentes échelles imbriquées au sein de la microstructure à l'état de réception du P91 [Kitahara et al., 2006]. . . . .	21
1.5	Exemple a) d'un cycle thermique utilisé pour visualiser les anciens joints de grains austénitiques et b) d'une métallographie montrant les joints ainsi révélés [de Carlan and Guetaz, 2000]. . . . .	21
1.6	Influence de la température d'austénitisation (pendant 30min) sur la taille moyenne de l'ancien grain $\gamma$ [de Carlan and Guetaz, 2000]. . . . .	22
1.7	Influence de la durée d'austénitisation ( $T = 1050^{\circ}\text{C}$ ) sur la distribution des tailles d'anciens grains $\gamma$ [Dronhofer et al., 2003]. . . . .	22
1.8	Influence de la durée d'austénitisation ( $T = 1050^{\circ}\text{C}$ ) sur la distribution des tailles des micrograins [Dronhofer et al., 2003]. . . . .	28
1.9	Influence d'un traitement de revenu à basse température ( $T \leq 650^{\circ}\text{C}$ ) sur la distribution des tailles des micrograins [Qin et al., 2003]. . . . .	28
1.10	Influence de la durée de revenu ( $T = 750^{\circ}\text{C}$ ) sur la distribution des tailles des micrograins [Dronhofer et al., 2003]. Cette figure présente aussi l'effet du fluage qui sera discuté au chapitre suivant. . . . .	29
1.11	Evolution des paramètres de maille de la martensite en fonction de la teneur en carbone [Gaffard, 2005]. . . . .	30
1.12	Superposition des réseaux austénitiques et martensitiques prédite par la relation a) de Kurdjumov-Sachs et b) de Nishiyama-Wassermann [Barcelo, 2003]. . . . .	31
1.13	Projection stéréographique des distributions d'orientations a) de Kurdjumov-Sachs, b) de Nishiyama-Wassermann et c) mixte [Sonderegger et al., 2006]. . . . .	32
1.14	Faciès de rupture fragile donnant un aperçu de la complexité de la microstructure du P91 et de la sinuosité des joints entre paquets de lattes. . . . .	33

1.15	a) Observation au MET d'une paroi en nid d'abeille séparant deux sous-grains composée de deux familles de dislocations et b) schéma correspondant [Guttmann, 1974]. . . . .	33
1.16	a) Observation au MEB d'inclusions présentes dans le P91, b) et c) deux spectres EDS illustrant les compositions de telles inclusions. . . . .	35
1.17	Composition des précipités observés sur un acier à 12%Cr (voir composition et traitements thermiques dans le tableau 1.6) à l'état de réception (a : le long des joints entre ex grains $\gamma$ et b : le long des autres joints de la microstructure) et après vieillissement (109000h à 600°C, c : le long des joints entre ex grains $\gamma$ et d : le long des autres joints de la microstructure) [Eggeler, 1989]. . . . .	37
1.18	Illustration de l'effet durcissant des précipités sur les dislocations mobiles et les sous-joints ("piégeage") [Kostka et al., 2007]. . . . .	38
1.19	Allure lognormale de la distribution des tailles de précipités après traitement de revenu a) $M_{23}C_6$ et b) $MX$ [Cerri et al., 1998, Götz and Blum, 2003]. . . . .	42
1.20	Distribution des diamètres de précipités le long a) des joints entre anciens grains $\gamma$ et b) des autres joints de la microstructure [Eggeler, 1989]. . . . .	43
1.21	Allure bimodale des tailles de précipités mise en évidence par la distribution des fractions volumiques [Jemian et al., 1991]. . . . .	43
1.22	Observation au MET du P91 illustrant l'hétérogénéité spatiale des densités de dislocations. . . . .	46
1.23	Evolution avec la température a) du module d'Young, b) de $R_{p0,2}$ et $R_m$ pour le P91. . . . .	47
1.24	Influence des températures de revenu et d'austénitisation pour une heure de traitement sur la dureté du P91 [Brachet, 1991]. . . . .	48
1.25	Lien entre la dureté d'un acier 9Cr-2W et la taille des sous-grains [Abe et al., 1992]. . . . .	48
1.26	Comparaison entre le nombre de cycles nécessaire à l'amorçage des fissures de fatigue et la durée de vie totale [Bathias and Bâillon, 1997]. . . . .	51
1.27	Zone présentant des intrusions et extrusions sur un acier ferritique observées après fatigue $\alpha$ ) au MEB à effet de champ et $\beta$ ) en AFM, les sous-figures b, c et d sont les détails des trois zones repérées par un carré blanc sur la sous-figure a. [Man et al., 2004]. . . . .	53
1.28	Schémas illustrant les mécanismes de formation d'extrusions et d'intrusions en fatigue [Bathias and Bâillon, 1997]. . . . .	54
1.29	Schémas illustrant les deux stades de propagation en fatigue [Bathias and Bâillon, 1997]. . . . .	55
1.30	Observations en microscopie optique de propagation d'une fissure a) droite et b) sinueuse au sein d'un alliage Al-Cu-Li a) sous-vieilli et b) sur-vieilli soumis à des sollicitations de fatigue à $R$ élevé. [Suresh, 1998] . . . . .	57
1.31	Coalescence de fissures de fatigue observée lors de la présente étude. . . . .	58

1.32 Exemple d'endommagement généralisé en fluage observé sur un acier 20%Cr-35%Ni à 973K [Evans, 1984]. . . . .	58
1.33 Situation des mécanismes d'endommagement en fluage dans un plan contrainte-vitesse de croissance des cavités dans le cas de l'argent [Evans, 1984]. . . . .	59
1.34 Relation de Monkman-Grant obtenue sur du cuivre [Evans, 1984]. . . . .	60
1.35 Exemple d'amorçage sous forme de a) cavités intergranulaires dans un Nimonic 90 et b) d'une fissure intergranulaire dans un alliage Al-20%Zn [Evans, 1984]. . . . .	61
1.36 Evolution des mécanismes d'endommagement en fonction de la fréquence de sollicitation en fatigue [Pineau, 1989]. . . . .	62
1.37 Schémas illustrant différents types d'interactions entre endommagement de fluage et endommagement de fatigue. $N_{IF}$ , $N_{IC}$ et $N_F$ désignent respectivement le nombre de cycles nécessaire à l'amorçage de fatigue, de cavités de fluage ou de fissures de fluage [Hales, 1980]. . . . .	63
1.38 Observation d'un endommagement intergranulaire généralisé sur une éprouvette de fatigue-relaxation sur un acier VIRGO à 600°C [Levaillant, 1984]. . . . .	64
1.39 Exemple de décomposition des déformations en fonction du type d'endommagement créé lors d'un essai de fatigue-relaxation [Priest and Ellison, 1981]. . . . .	65
1.40 Oxydation préférentielle le long de bandes de glissement formées en fatigue accélérant l'amorçage des fissures [Weiss, 1992]. . . . .	68
1.41 Fissures de fatigue amorcées par la rupture de la couche d'oxyde sur un acier à 2.25%Cr [Hecht and Weertman, 1998]. . . . .	69
1.42 Possibles interactions en pointe de fissure entre propagation et oxydation [Woodford, 2004]. . . . .	70
1.43 Observation d'une couche d'oxyde multifissurée présentant une morphologie en feuillets [Skelton and Bucklow, 1978]. . . . .	71
1.44 Enveloppes d'endommagement en fatigue-fluage pour le P91 proposées par l'ASME et le RCCMR à 550°C [Riou, 2006]. . . . .	74
1.45 Exemples d'obstacles à longue portée entraînant des contraintes de nature cinématique : a) amas polarisés de dislocations, b) murs polarisés de dislocations et c) empilement de dislocations sur un joint de grain [Gaudin and Feaugas, 2004]. . . . .	76
1.46 Schéma d'une courbe de fluage classique pour un alliage métallique [Gaffard, 2005]. . . . .	77
1.47 Observation au MET du phénomène de GBS en fluage [Murayama et al., 2002] au sein de fer nanocristallin. . . . .	78
1.48 Carte de déformation pour les aciers 1Cr-Mo-V [Frost and Ashby, 1982]. . . . .	79

1.49	Exemple d'évolution complexe des contraintes au cours du cyclage d'un acier austénitique : phase de durcissement suivie d'un adoucissement. a) Evolution des contraintes cinématiques intra et intergranulaires, b) evolution de la contrainte isotrope [Gaudin and Feaugas, 2004]. . . . .	81
1.50	Exemples de structure de dislocations formées en fatigue sur un acier ferritique : a) cellules de dislocations et b) structures en labyrinthe [Petre nec et al., 2006]. . . . .	82
1.51	Modèle à deux phases de polycristaux nanocristallins [Meyers et al., 2005]	83
1.52	Observation de "disclinations" dans un matériau nanocristallin : a) image MET haute résolution, b) les lignes blanches soulignent les distorsions des plans 110 quasi horizontaux et c) schéma obtenu par soustraction des deux images précédentes [Ovid'ko, 2002]. . . . .	84
2.1	Evolution des vitesses de fluage stationnaire avec l'optimisation des nuances d'aciers à 9%Cr . [Spigarelli et al., 1999, Ennis and Czyrska Filemonowicz, 2002] . . . . .	107
2.2	a) Transition entre un régime de fluage gouverné par la diffusion et un régime gouverné par le glissement des dislocations. b) Carte des mécanismes de déformation en fluage pour le P91 [Kloc and Sklenicka, 1997].	108
2.3	Influence d'un vieillissement à 650°C sur la vitesse de fluage stationnaire dans le régime des hautes contraintes à 600°C sur a) un P91 et b) un P92 [Sklenicka et al., 2003]. . . . .	108
2.4	Influence de la nuance sur le comportement cyclique à 450°C [Armas et al., 2004]. . . . .	110
2.5	Influence de la teneur en W sur le comportement cyclique à 600°C d'un acier à 9%Cr pour a) $\Delta\epsilon_t = 0.5\%$ et b) $\Delta\epsilon_t = 1.5\%$ [Park et al., 2001]. . .	111
2.6	Adoucissement observé à 538°C pour un P91 avec a) de gros (31 $\mu$ m) et b) de petits (19 $\mu$ m) grains austénitiques [Ebi and McEvily, 1984]. . . . .	111
2.7	Effet de l'environnement sur l'adoucissement cyclique du P91. Comparaison a) air/PbBi à 300°C [Verleene et al., 2006] et b) air/vide à 593°C ( $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ ) [Kim and Weertman, 1988]. . . . .	112
2.8	Influence de la température sur le phénomène d'adoucissement pour a) un acier Eurofer [Armas et al., 2004] et b) et c) un acier P91 [Nagesha et al., 2002]. . . . .	113
2.9	Influence du niveau de déformation sur le phénomène d'adoucissement pour a) un acier Eurofer [Armas et al., 2004] à 450°C et b) un acier P91 à 550°C [Mottot and Noblecourt, 2004]. . . . .	113
2.10	Evolution des rayons moyens de particules MX au sein d'un P92 en fonction du temps et de la température a) de vieillissement et b) de fluage [Sawada et al., 2001]. . . . .	114
2.11	Corrélation entre adoucissement cyclique et grossissement microstructural pour un acier P91 sollicité à 593°C [Kim and Weertman, 1988]. . . . .	115

2.12 a) Microstructure initiale d'un acier à 9%Cr et grossissement des sous-grains en fluage à 600°C, 118MPa après b) 560h, c) 1000h, d) 18000h et e) 22000h [Abe, 2004]. . . . .	116
2.13 Succession des mécanismes de durcissement au cours d'un essai de fluage pour les aciers à 9-12%Cr [Sklenicka et al., 2003]. . . . .	117
2.14 Schéma illustrant le grossissement microstructural intervenant en fluage sur les aciers à 9-12%Cr [Abe et al., 1992]. . . . .	117
2.15 Evolution de la distribution des tailles de sous-grains en fluage à différentes températures pour un acier martensitique à 10%Cr 1%Mo et 1%W [Qin et al., 2003]. . . . .	122
2.16 a) Croissance du diamètre moyen des sous-grains à 600°C et b) évolution de la distribution des tailles au cours d'un essai de fluage [Orlova et al., 1998] sur un acier P91. . . . .	123
2.17 Influence de la contrainte sur l'évolution du diamètre moyen des sous-grains en fluage à différentes températures pour un acier T91 [Cerri et al., 1998]. . . . .	123
2.18 Allure lognormale de la distribution des tailles de sous-grains après revenu (T) et fluage de moyenne (C1) et longue (C2) durée [Kostka et al., 2007]. . . . .	124
2.19 Evolution de l'allure de la distribution des tailles de sous-grains après sollicitation de fatigue-relaxation à 650°C sur un acier 12%Cr-2%W [Kimura et al., 2006]. . . . .	125
2.20 Influence des temps de maintien sur le grossissement microstructural à 600°C sur un acier a) P91 [Shankar et al., 2006] (TH : maintien en traction, CH : maintien en compression) et b) 10%Cr-1%Mo-1%W ( $w$ est la largeur de lattes et $\delta$ la distance entre dislocations mobiles, NH désigne un essai de fatigue pure, 2H et 4H des essais de fatigue avec respectivement 2 et 4 phases de maintien par cycle) [Dubey et al., 2005]. . . . .	126
2.21 Influence du rapport de charges $R$ sur le grossissement microstructural (mesuré après essai) pour un acier P91 sollicité à 600°C [Vasina et al., 1995]. . . . .	126
2.22 Influence d'un vieillissement à 650°C sur la vitesse de fluage stationnaire dans le régime de fluage dislocation et de fluage visqueux [Sklenicka et al., 2003]. . . . .	127
2.23 Evolution de la distribution des faibles désorientations après vieillissement et fluage à 600°C sur un acier à 12%Cr [Dronhofer et al., 2003]. . . . .	128
2.24 Evolution des tailles de sous-grains en fluage à 600 et 650°C pour des nuances à 10%Cr enrichies en azote (compositions données dans le tableau 2.3 [Kim et al., 2004]). . . . .	128
2.25 Influence des phases de Laves sur la vitesse de fluage à haute température des aciers à 9-12%Cr [Abe, 2001]. . . . .	130

2.26	Schémas représentant les distributions "typiques" des tailles des divers précipités présents sur les aciers à 9-12%Cr après sollicitation à haute température [Dimmler et al., 2003]. . . . .	130
2.27	Evolution de la taille et du nombre de phases de Laves observées sur un acier à 10%Cr-1%Mo-1%W après fluage à 600 et 650°C [Dimmler et al., 2003]. . . . .	131
2.28	Evolution du diamètre moyen des divers précipités au cours a) du fluage et d'un vieillissement à 600°C du P91 [Ennis and Czyrska Filemonowicz, 2002] et b) comparaison entre P91 et P92 en fluage à 600°C [Hald, 2004].	132
2.29	Evolution a) du nombre de particules et b) de leur diamètre moyen au cours du fluage à 600°C et plusieurs niveaux de contrainte pour un acier P91 [Orlova et al., 1998]. . . . .	133
2.30	Evolution des distributions de tailles de précipités au cours du fluage à 600°C d'un acier T91 [Cerri et al., 1998]. après un essai de fluage a) 200MPa, b) 175MPa, c) 130MPa et d) après 504h à 130MPa. . . . .	134
2.31	Evolution, au cours du fluage à 600°C d'un acier à 12%Cr, des distributions de tailles de $M_{23}C_6$ situés a) le long des ex-grains austénitiques et b) le long des autres joints de la microstructure [Eggeler, 1989]. . . . .	135
2.32	Observation d'un acier à 9%Cr-3%W a) avant et b) après un essai de fatigue-relaxation (1024 cycles à $\Delta\epsilon_f = 1\%$ et 3h de maintien) à 650°C [Kimura et al., 2006]. . . . .	136
2.33	Evolution des densités de dislocations et des tailles de sous-grains en fluage à 600 et 650°C d'un acier P92 [Ennis and Czyrska Filemonowicz, 2002]. . . . .	137
2.34	Schéma des éprouvettes utilisées lors des essais de PF, RF et CF menés au SRMA. . . . .	141
2.35	Schémas des formes de cycle dans le cas d'essais a) PF, b) RF et c) CF. . . . .	141
2.36	Vitesses de déformation de fluage, au cours des essais CF à divers niveaux de déformation de fatigue, mesurées a) au premier cycle et b) à $\frac{N_{50}}{2}$ (T=550°C). . . . .	149
2.37	Vitesses de fluage minimales en fonction du nombre de cycles pour divers niveaux de déformation de fatigue et de fluage (T=550°C). . . . .	150
2.38	Vitesses de fluage minimales pour des essais CF, à divers niveaux de déformation mesurées au premier cycle et à $\frac{N_{50}}{2}$ . Les lignes en pointillés schématisent la relation $\dot{\epsilon}_s = f(\sigma)$ . La courbe de dimensionnement du RCCMR ainsi que les vitesses de fluage stationnaire mesurées lors d'essais de fluage pur sont aussi rapportées (T=550°C). . . . .	151
2.39	Evolution de la contrainte maximale lors d'essais PF ( $\Delta\epsilon_f = 0.7\%$ ) menés soit directement, soit après 15 jours de relaxation à 550°C. . . . .	152
2.40	Evolution de la contrainte maximale lors d'essais PF ( $\Delta\epsilon_f = 0.7\%$ ) menés soit directement, soit après 15 jours de fluage à 550°C et $\sigma = 230MPa$ . . . . .	153



2.41	Comparaison des essais de fluage menés après une prédéformation de fatigue (10000 cycles à $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$ ) et de fatigue-fluage (100 cycles à $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ et $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ ) avec des essais de fluage standard menés à la même contrainte de 230MPa et 550°C en termes a) de déformation et b) de vitesse de déformation. . . . .	154
2.42	Evolution de la déformation en fonction du temps pour les essais de fluage cyclique décrits dans le tableau 2.10 et comparaison avec un essai de fluage pur à 550°C. . . . .	156
2.43	Observation au MET de la microstructure des quatre lames minces mentionnées : a) état initial, b) sur un échantillon PF $\Delta\epsilon_t = 0.3\%$ , et deux échantillons CF c) $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$ , $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ et d) $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ , $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ . . . . .	162
2.44	Observations au MET de la forte densité de dislocations présente dans le matériau à l'état de réception. . . . .	163
2.45	Observations au MET de l'échantillon de CF $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ , $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ . Zones restaurées présentant des alignements de précipités qui témoignent de la position initiale des sous-joints (de lattes ou de sous-grains). . . . .	164
2.46	Observations au MET de l'échantillon a) PF $\Delta\epsilon_t = 0.3\%$ et b) CF $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ , $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ . Zones restaurées permettant de constater qu'après essai aucune croissance significative des précipités n'est observable. . . . .	165
2.47	Observations au MET de dislocations interagissant avec un joint de latte après un essai CF $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$ , $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ . . . . .	166
2.48	Observations au MET de dislocations dont les formes suggèrent l'existence de phénomènes de glissement dévié (essai CF $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ , $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ ). . . . .	167
2.49	Echantillon de fatigue-fluage ( $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$ , $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ ). a) Image MET en champ clair de la microstructure, b) extraction des joints et c) reconnaissance des sous-grains par analyse d'images. . . . .	169
2.50	Squelettes extraits de l'observation de quatre zones sur a) le matériau à l'état de réception, b) après un essai de fatigue-fluage tel que $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$ $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ , c) après un essai de fatigue pure à $\Delta\epsilon_t = 0.3\%$ , et d) de fatigue-fluage tel $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ , $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ . . . . .	170
2.51	Comparaison des distributions a) de diamètre et b) de facteur de forme entre les quatre états du matériau observés au MET. . . . .	172
2.52	Cartographie d'orientations, obtenue par EBSD, de la tête d'une éprouvette sollicitée en fatigue pure à 550°C ( $\Delta\epsilon_t = 0.6\%$ ), en noir apparaissent les joints désorientés de plus de 50° et en blanc ceux de plus de 10° (les couleurs correspondent aux orientations telles qu'indiquées dans le triangle standard). Trois projections stéréographiques usuelles sont fournies en bas de la figure. . . . .	175

2.53	Cartographie d'orientations, obtenue par EBSD, de la tête d'une éprouvette sollicitée en fatigue-relaxation à 550°C ( $\Delta\varepsilon_t = 0.6\%$ et 30 minutes de maintien), en noir apparaissent les joints désorientés de plus de 50° et en blanc ceux de plus de 10° (les couleurs correspondent aux orientations telles qu'indiquées dans le triangle standard). Trois projections stéréographiques usuelles sont fournies en bas de la figure. . . . .	176
2.54	Cartographie d'orientations, obtenue par EBSD, de la tête d'une éprouvette sollicitée en fatigue-fluage à 550°C ( $\Delta\varepsilon_t = 0.7\%$ et 30 minutes de maintien), en noir apparaissent les joints désorientés de plus de 50° et en blanc ceux de plus de 10° (les couleurs correspondent aux orientations telles qu'indiquées dans le triangle standard). Trois projections stéréographiques usuelles sont fournies en bas de la figure. . . . .	177
2.55	Cartographie d'orientations, obtenue par EBSD, du fût d'une éprouvette sollicitée en fatigue pure à 550°C ( $\Delta\varepsilon_t = 0.6\%$ ), en noir apparaissent les joints désorientés de plus de 50° et en blanc ceux de plus de 10° (les couleurs correspondent aux orientations telles qu'indiquées dans le triangle standard). Trois projections stéréographiques usuelles sont fournies en bas de la figure. . . . .	178
2.56	Cartographie d'orientations, obtenue par EBSD, du fût d'une éprouvette sollicitée en fatigue-relaxation à 550°C ( $\Delta\varepsilon_t = 0.6\%$ et 30 minutes de maintien), en noir apparaissent les joints désorientés de plus de 50° et en blanc ceux de plus de 10° (les couleurs correspondent aux orientations telles qu'indiquées dans le triangle standard). Trois projections stéréographiques usuelles sont fournies en bas de la figure. . . . .	179
2.57	Cartographie d'orientations, obtenue par EBSD, du fût d'une éprouvette sollicitée en fatigue-fluage à 550°C ( $\Delta\varepsilon_t = 0.7\%$ et 30 minutes de maintien), en noir apparaissent les joints désorientés de plus de 50° et en blanc ceux de plus de 10° (les couleurs correspondent aux orientations telles qu'indiquées dans le triangle standard). Trois projections stéréographiques usuelles sont fournies en bas de la figure. . . . .	180
2.58	Distribution des diamètres de bloc mesurés sur a) les têtes des éprouvettes observées. L'ensemble des données de ces trois distributions est ensuite utilisé pour construire la distribution de référence. Cette dernière est comparée avec b) les distributions obtenues sur les fûts des éprouvettes observées. . . . .	181
2.59	Distribution des facteurs de forme de bloc mesurés sur a) les têtes des éprouvettes observées. L'ensemble des données de ces trois distributions est ensuite utilisé pour construire la distribution de référence. Cette dernière est comparée avec b) les distributions obtenues sur les fûts des éprouvettes observées. . . . .	181
2.60	Distribution de l'ensemble des désorientations mesurées sur les têtes des différentes éprouvettes. . . . .	182

2.61	Comparaison des distributions de désorientations mesurées après diverses sollicitations entre a) 0 et 10° et b) 50 et 62° . . . . .	183
2.62	Distribution des désorientations le long des joints entre les blocs de lattes. . . . .	184
2.63	Distribution des désorientations moyennes au sein des blocs de lattes. . . . .	185
2.64	Recherche de corrélation entre a) le diamètre de bloc et son facteur de forme et b) entre le diamètre de bloc et sa désorientation moyenne. . . . .	186
2.65	Distribution du facteur de Schmid mesuré sur les cartographies EBSD. . . . .	187
2.66	Corrélation entre désorientation moyenne et facteur de Schmid pour un échantillon testé en PF ( $\Delta\epsilon_t = 0.6\%$ ). La figure est tronquée : la barre située la plus haute regroupe plus de 800 blocs. . . . .	188
2.67	Distribution des valeurs de désorientation moyenne par bloc en fonction du facteur de Schmid du bloc pour un échantillon a) de PF $\Delta\epsilon_t = 0.6\%$ , b) de RF $\Delta\epsilon_t = 0.6\%$ , $t_m = 30\text{min}$ et c) de CF $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ , $t_m = 30\text{min}$ . . . . .	189
2.68	a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone du matériau à l'état de réception. . . . .	191
2.69	a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone du matériau à l'état de réception. . . . .	192
2.70	a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone du matériau à l'état de réception. . . . .	193
2.71	a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone du matériau à l'état de réception. . . . .	194
2.72	a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone d'une éprouvette soumise à un essai de fatigue $\Delta\epsilon_t = 0.3\%$ à 550°C. . . . .	196
2.73	a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone d'une éprouvette soumise à un essai de fatigue $\Delta\epsilon_t = 0.3\%$ à 550°C. . . . .	197
2.74	a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone d'une éprouvette soumise à un essai de fatigue $\Delta\epsilon_t = 0.3\%$ à 550°C. . . . .	198

2.75	a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone d'une éprouvette soumise à un essai de fatigue-fluage $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$ , $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ à 550°C. . . . .	199
2.76	a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone d'une éprouvette soumise à un essai de fatigue-fluage $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$ , $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ à 550°C. . . . .	200
2.77	a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone d'une éprouvette soumise à un essai de fatigue-fluage $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$ , $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ à 550°C. . . . .	201
2.78	a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone d'une éprouvette soumise à un essai de fatigue-fluage $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$ , $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ à 550°C. . . . .	202
2.79	a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone d'une éprouvette soumise à un essai de fatigue-fluage $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ , $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ à 550°C. . . . .	204
2.80	a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone d'une éprouvette soumise à un essai de fatigue-fluage $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ , $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ à 550°C. . . . .	205
2.81	a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone d'une éprouvette soumise à un essai de fatigue-fluage $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ , $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ à 550°C. . . . .	206
2.82	a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone d'une éprouvette soumise à un essai de fatigue-fluage $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ , $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ à 550°C. . . . .	207

2.83	a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone d'une éprouvette soumise à un essai de fatigue-fluage $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ , $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ à 550°C. . . . .	208
2.84	a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone d'une éprouvette soumise à un essai de fatigue-fluage $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ , $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ à 550°C. . . . .	209
2.85	Schéma de principe unidimensionnel pour la détection des sous-joints de la microstructure à partir des orientations cristallographiques. . . . .	211
2.86	Cartographies des désorientations locales obtenue à partir de la zone observée figure 2.69 a) la couleur correspond à la valeur de désorientation et b) toutes les désorientations non nulles apparaissent en blanc. . . . .	212
2.87	Exemple de résultat obtenu à l'aide de la procédure d'extraction des désorientations pertinentes. Toutes les désorientations jugées significatives (indépendamment de leur valeur) sont représentées en blanc. . . . .	213
2.88	Allure usuelle de la courbe de covariance et détection d'une taille caractéristique. . . . .	214
2.89	Dimensions caractéristiques obtenues par analyse de la covariance sur les différents états du matériau. . . . .	215
2.90	Valeur maximale du facteur de Schmid pour les zones des figures a) 2.72 et b) 2.73 et c) 2.74. . . . .	216
2.91	Schéma a) d'un joint tilt modélisé par des dislocations coins et b) du mécanisme d'annihilation des sous-joints par interaction avec les dislocations mobiles. . . . .	220
2.92	Champ de contrainte normale $\sigma_{xx}$ produite par un mur de dislocations situé entre -1 et 1 sur l'axe des ordonnées. L'unité de contrainte est $\frac{\mu b}{2\pi(1-\nu)h}$ avec $h$ la distance entre les dislocations du mur [Li, 1960]. . . . .	224
2.93	Résultats obtenus avec le modèle analytique intrabloc (la contrainte cinématique provient uniquement des sous-joints : équation 2.22) pour $\theta = 3^\circ$ et différents niveaux de déformation. L'échelle des abscisses est linéaire a), c) et e) ou logarithmique b), d) et f). . . . .	234
2.94	Résultats obtenus avec le modèle analytique complet (la contrainte cinématique provient des sous-joints et des joints de bloc : équation 2.23) pour $\theta = 3^\circ$ et différents niveaux de déformation. L'échelle des abscisses est linéaire a), c) et e) ou logarithmique b), d) et f). . . . .	235
2.95	Influence de la désorientation initiale sur l'adoucissement prévu par le modèle analytique a) intrabloc et b) complet pour $\Delta\epsilon_t = 1\%$ . . . . .	236
2.96	Illustration de l'accord avec le modèle de Berveiller-Zaoui (BZ) lors de la première montée en charge simulée, sur six orientations différentes, avec le modèle de Cailletaud-Pilvin (CP) . . . . .	238

2.97	Comparaison entre les boucles d'hysteresis réelles (au premier cycle) et les boucles d'hysteresis simulées avec le modèle polycristallin, pour $\Delta\varepsilon_t$ valant a) 1%, b) 0.7%, c) 0.4% et d) 0.3%. Les paramètres sont donnés dans le tableau 2.21. . . . .	239
2.98	Comparaison entre l'adoucissement prévu par le modèle polycristallin et les valeurs expérimentales pour a) $\Delta\varepsilon_t = 1\%$ et b) $\Delta\varepsilon_t = 0.4\%$ . . . . .	240
2.99	Comparaison entre les boucles d'hysteresis réelles et les boucles d'hysteresis simulées avec le modèle polycristallin dont les paramètres sont donnés dans le tableau 2.22. . . . .	244
2.100	Comparaison de l'adoucissement prévu par le modèle polycristallin avec les valeurs expérimentales pour a) $\Delta\varepsilon_t = 1\%$ et b) $\Delta\varepsilon_t = 0.4\%$ . . . . .	244
2.101	Courbes de la figure 2.100 en échelle logarithmique, soulignant l'adéquation de la vitesse d'adoucissement initiale. . . . .	245
2.102	Evolution du diamètre moyen des sous-grains prédit par le modèle pour deux niveaux de déformation. . . . .	245
2.103	Adoucissement prévu en fatigue pure avec les paramètres du tableau 2.23. . . . .	247
2.104	Comparaison entre les boucles d'hysteresis réelles et les boucles d'hysteresis simulées en fatigue-relaxation avec le modèle polycristallin dont les paramètres sont donnés dans le tableau 2.23 ( $\Delta\varepsilon_t = 1\%$ et 30 minutes de maintien). . . . .	248
2.105	Adoucissement prévu en fatigue-relaxation ( $\Delta\varepsilon_t = 1\%$ et 30 minutes de maintien). . . . .	248
2.106	Adoucissements mesurés sous air, sous vide et sous atmosphère d'hélium (+170 ppm H <sub>2</sub> O). . . . .	253
2.107	Comparaison des boucles d'hysteresis mesurées sous air et sous hélium lors du second cycle à deux niveaux de déformation différents. . . . .	253
3.1	Influence de la température sur la durée de vie en fluage du P91 [Abe et al., 2001]. . . . .	271
3.2	Durées de vie à 600°C de trois nuances commerciales d'aciers à 9%Cr [Ennis and Czynska-Filemonowicz, 2002]. . . . .	272
3.3	Comparaison de la durée de vie en fluage à 650°C entre diverses nuances commerciales et avancées [Abe et al., 2001, Sklenicka et al., 2003]. . . . .	273
3.4	Influence de la teneur en N des aciers à 9%Cr sur leur tenue au fluage a) à 600°C et b) 650°C. N1 : 0.003%N, N2 : 0.02%N, N3 : 0.045%N, N4 : 0.079%N, N5 : 0.093%N [Kim et al., 2004]. . . . .	273
3.5	Influence de la teneur en N, Nb et Al des aciers à 9%Cr sur leur tenue au fluage caractérisée par la contrainte menant à rupture en 100000h à 600°C [Kubon et al., 2000]. . . . .	274
3.6	Comparaison des durées de vie en fluage d'un acier à 9%Cr classique (Eurofer), avec un acier à 9%Cr renforcé par dispersion d'oxydes (Eurofer-ODS) [Lindau et al., 2005]. . . . .	275

3.7	Influence d'un vieillissement sur la durée de vie en fluage à 600°C a) d'un P91 et b) d'un P92 [Sklenicka et al., 2003]. . . . .	275
3.8	Ensemble des durées de vie disponibles à 550°C sous air pour l'acier P91 provenant des références citées dans le tableau 3.2. La courbe en pointillés est la courbe de Langer approchant au mieux les données. . . . .	282
3.9	Evolution, en fonction de l'amplitude de déformation, a) de la moyenne ( $\hat{\mu}$ ) et de l'écart type ( $std$ ), ainsi que b) du ratio $\frac{3std}{\hat{\mu}}$ des distributions de durées de vie pour un acier P91 sollicité à 550°C. . . . .	283
3.10	Modélisation des distributions expérimentales de durées de vie (acier P91 à 550°C) par une loi gaussienne et une loi de Weibull (à deux paramètres) pour quatre amplitudes de déformations. . . . .	284
3.11	Influence de la vitesse de déformation sur la durée de vie du P91 en fatigue pure à a) 550°C et b) 600°C. . . . .	285
3.12	Influence de la nuance d'acier sur la durée de vie en fatigue pure à a) 20°C, b) 400°C, c) 550°C et d) 600°C. . . . .	286
3.13	Influence de la teneur en W des aciers à 9%Cr sur leur durée de vie en fatigue. . . . .	287
3.14	Analyse de l'influence de la température sur la durée de vie de trois nuances d'acier martensitique en fonction de l'amplitude de déformation totale appliquée (l'ensemble des données rassemblées dans le tableau 3.2 ont été ici analysées). . . . .	289
3.15	Analyse de l'influence de la température sur la durée de vie de trois nuances d'acier martensitique en fonction de l'amplitude de déformation viscoplastique appliquée (l'ensemble des données rassemblées dans le tableau 3.2 ont été ici analysées). . . . .	290
3.16	Analyse de l'influence d'un temps de maintien en traction sur la durée de vie en fatigue pour l'acier P91 à 550°C (l'ensemble des données rassemblées dans le tableau 3.2 ont été ici analysées). . . . .	292
3.17	Analyse de l'influence d'un temps de maintien en traction sur la durée de vie en fatigue pour l'acier P91 à 600°C (l'ensemble des données rassemblées dans le tableau 3.2 ont été ici analysées). . . . .	293
3.18	Différence de durée de vie entre temps de maintien en traction et temps de maintien en compression à 550°C sur l'acier P91. Les barres représentent les valeurs moyennes lorsque plusieurs valeurs sont disponibles. Les valeurs minimales et maximales sont indiquées par la barre d'erreur. . . . .	294
3.19	Différence de durée de vie entre des temps de maintien de 2 minutes en traction et en compression à 600°C sur l'acier P91 [Hecht, 1992]. . . . .	295
3.20	Influence de la contrainte moyenne sur la durée de vie en fatigue de l'acier MANET à 550°C sous vide [Ullmaier and Schmitz, 1989]. . . . .	296
3.21	Influence de la contrainte moyenne sur la durée de vie en fatigue du P91 à 600°C [Vasina et al., 1995]. Ces résultats sont obtenus pour des essais où la contrainte maximale est constante (240MPa), et la contrainte minimale varie de -240MPa à 240MPa. . . . .	296

3.22	Influence de l'environnement sur la durée de vie en fatigue pure à haute température. . . . .	297
3.23	Influence de l'environnement sur la durée de vie en fatigue pure de l'acier MANET à température ambiante [Ullmaier and Schmitz, 1989]. . . . .	298
3.24	Influence de l'environnement sur la durée de vie en fatigue-relaxation du P91 à 600°C et pour $\frac{\Delta\epsilon_t}{2} = 0.25\%$ . . . . .	298
3.25	Influence de l'environnement sur la durée de vie en fatigue-relaxation du P91 à 593°C et pour $\frac{\Delta\epsilon_t}{2} = 0.25\%$ [Gieseke et al., 1993]. . . . .	299
3.26	Comparaison des durées de vie à 300°C du T91 entre air et eutectique PbBi [Verleene et al., 2006]. . . . .	300
3.27	Comparaison des densités de fissures prévues par une approche Tanaka et Mura avec les mesures effectuées à différents niveaux de déformation en fatigue oligocyclique et à température ambiante [Brückner-Foit and Huang, 2006]. . . . .	302
3.28	Evaluation du nombre de cycles nécessaires à l'amorçage d'une fissure de $10\mu\text{m}$ à 538°C sur le P91 [Ebi and McEvily, 1984]. . . . .	302
3.29	Histogrammes représentant les distributions a) de tailles et b) d'orientations des fissures secondaires observées à diverses fractions de la durée de vie totale d'un acier à 12%Cr sollicité à 600°C en fatigue pure ( $\Delta\epsilon_t = 2\%$ ) [Earthman et al., 1989]. . . . .	304
3.30	Vitesses de propagation en fatigue sur l'acier Eurofer à plusieurs températures pour a) $R = 0.1$ et b) $R = 0.5$ [Aktaa and Lerch, 2006]. . . . .	307
3.31	Effet de l'environnement sur la vitesse de propagation des fissures de fatigue sur un acier P91 a) [Nakamura et al., 1985] et b) [Ebi and McEvily, 1984]. . . . .	308
3.32	Effet d'un temps de maintien en traction de 30 min sur la vitesse de propagation à 565°C sur un acier T91 [Skelton, 2005]. . . . .	308
3.33	Durées de vie en PF à 550°C sur l'acier P91 obtenues au SRMA. . . . .	311
3.34	Effet d'un temps de maintien de traction en RF sur la durée de vie en fonction a) de la déformation totale et b) de la déformation viscoplastique par cycle estimée à mi-durée de vie (T=550°C). . . . .	312
3.35	Effet d'un temps de maintien de traction en CF sur la durée de vie en fonction a) de la déformation totale et b) de la déformation viscoplastique par cycle estimée à mi-durée de vie (T=550°C). . . . .	312
3.36	Influence de la durée du maintien de traction en CF sur la durée de vie pour a) des maintiens d'une durée donnée ( $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ ), b) des maintiens jusqu'à une déformation de fluage $\epsilon_{\text{creep}}$ donnée avec $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ et c) $\Delta\epsilon_t = 1\%$ (T=550°C). . . . .	313
3.37	Influence de la durée du maintien de traction en CF sur la durée de vie (exprimée en heures) pour a) des maintiens d'une durée donnée, b) des maintiens jusqu'à une déformation de fluage $\epsilon_{\text{creep}}$ donnée avec $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ et c) $\Delta\epsilon_t = 1\%$ (T=550°C). . . . .	314



3.38	Diagramme d'interaction fatigue-fluage obtenu à 550°C pour les essais CF (maintien en traction) sur P91. . . . .	315
3.39	Comparaison entre durée de vie avec maintien en traction et maintien en compression. . . . .	316
3.40	Diagramme d'interaction fatigue-fluage obtenu à 550°C pour les essais CF (maintien en traction ou en compression) sur P91. Les essais qui ne diffèrent que par le sens du maintien (traction ou compression) sont reliés par une droite. . . . .	317
3.41	Contrainte moyenne des essais a) CF et b) RF avec maintien en compression (valeurs positives) ou en traction (valeurs négatives). . . . .	319
3.42	Observations MEB de l'oxydation visible sur les faciès de rupture sous forme a) d'une couche uniforme et b) et c) de nodules. . . . .	321
3.43	Observations MEB de l'oxydation visible sur les lèvres des fissures secondaires sous forme a) et b) de débris et c) et d) de lamelles. . . . .	322
3.44	Observations MEB des stries de fatigue visibles sur un faciès de rupture après un essai de PF à $\Delta\epsilon_t = 0.6\%$ . Les figures b) et c) sont des agrandissements de la zone observée en a). De même que la figure e) est un détail de la zone observée à la figure d). Les figures a), b) et c) ont été obtenues à l'aide d'un MEB classique, alors que les figures d), e) et f) proviennent d'un MEB FEG. . . . .	323
3.45	Observations MEB des stries de fatigue visibles sur un faciès de rupture après un essai de CF avec maintien a) en traction et b) en compression. . . . .	324
3.46	Observations MEB d'une fissure macroscopique de forme elliptique ayant mené à rupture pour un essai a) de PF et b) de CF. . . . .	324
3.47	Observations MEB a) de la transition entre un faciès de propagation transgranulaire de fatigue et un faciès d'arrachement ductile. Détails b) des cupules ductiles, c) d'un joint de grain et d) d'un point triple visibles sur la figure a). . . . .	325
3.48	Réduction d'aire observée sur des éprouvettes sollicitées en fluage à 625°C d'après [Gaffard, 2005] en fonction de la vitesse de déformation minimum. Les domaines de vitesse de déformation des essais CF et RF de la présente étude sont aussi indiqués sur ce graphique. . . . .	326
3.49	Observations MEB en électrons rétrodiffusés de deux fissures de nature intergranulaire ou interblochs (coupe longitudinale polie) amorcées en volume sur un échantillon soumis à un essai CF avec $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$ et $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ en traction. . . . .	327
3.50	Faciès de rupture d'éprouvettes soumises à un essai a) PF ( $\Delta\epsilon_{fat} = 0.7\%$ ), b) CFT à faible amplitude de déformation ( $\Delta\epsilon_{fat} = 0.4\%$ et $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ ), c) CFT à fort niveau de déformation ( $\Delta\epsilon_{fat} = 0.7\%$ et $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ ), et d) CFC ( $\Delta\epsilon_{fat} = 0.4\%$ et $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ ). . . . .	328

3.51	Surface des fûts d'éprouvettes soumises à un essai a) PF ( $\Delta\epsilon_{fat} = 0.7\%$ ), b) CFT à faible amplitude de déformation ( $\Delta\epsilon_{fat} = 0.4\%$ et $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ ), c) CFT à fort niveau de déformation ( $\Delta\epsilon_{fat} = 0.7\%$ et $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ ), et d) CFC ( $\Delta\epsilon_{fat} = 0.4\%$ et $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ ). La couche d'oxyde a été enlevée du fût grâce à une attaque acide. . . . .	329
3.52	Distribution des profondeurs des 185 fissures observées sur une éprouvette ayant subi un essai CFT ( $\Delta\epsilon_{fat} = 0.7\%$ et $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ ). . . . .	330
3.53	Morphologie des fissures observées en coupe longitudinale sur des éprouvettes soumises à un essai a) PF ( $\Delta\epsilon_{fat} = 0.7\%$ ), b) CFT à faible amplitude de déformation ( $\Delta\epsilon_{fat} = 0.4\%$ et $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ ), c) CFT à fort niveau de déformation ( $\Delta\epsilon_{fat} = 0.7\%$ et $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ ), et d) CFC ( $\Delta\epsilon_{fat} = 0.4\%$ et $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ ). . . . .	331
3.54	Couche d'oxyde observée sur des coupes longitudinales d'éprouvettes soumises à un essai a) PF ( $\Delta\epsilon_{fat} = 0.7\%$ ), b) CFT à faible amplitude de déformation ( $\Delta\epsilon_{fat} = 0.4\%$ et $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ ), c) CFT à fort niveau de déformation ( $\Delta\epsilon_{fat} = 0.7\%$ et $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ ), et d) CFC ( $\Delta\epsilon_{fat} = 0.4\%$ et $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ ). . . . .	332
3.55	Cartographies microsonde montrant la nature duplex de la couche d'oxyde formée sur le P91 à 550°C en localisant a) le chrome, b) le fer et c) l'oxygène. . . . .	333
3.56	Comparaison entre les épaisseurs d'oxyde mesurées après essais PF, RF et CF avec la cinétique d'oxydation statique mesurée au cours de cette étude. Une épaisseur moyenne et une épaisseur maximale sont données car la couche d'oxyde présente une épaisseur assez variable localement (cinétique plus ou moins rapide en fonction de la présence de joints, de la composition locale...). . . . .	336
3.57	Observations en microscopie optique des couches d'oxyde formées sur un échantillon a) CFC ( $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$ et $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ ) et CFT ( $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ et $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ ) à forte amplitude de déformation mettant en évidence leur morphologie multicouche. . . . .	337
3.58	Mesures microsonde de la composition chimique des couches d'oxyde à morphologie en feuillets. a) Observation en microscopie optique permettant de repérer la zone mesurée et cartographies du b) Fe, c) Cr, d) O et e) Mo présent au sein de la couche. Les teneurs vont croissant du bleu au rouge . . . . .	338
3.59	Observations MEB (électrons rétrodiffusés) de la couche d'oxyde interne formée a) et b) suite à un décollement de la couche d'oxyde et c) en pointe de fissure sur un échantillon CFC ( $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$ , $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ ). . . . .	340
3.60	Observations MEB de a) bandes d'oxyde décollées à la surface d'un essai CFT à faible amplitude de déformation ( $\delta\epsilon_t = 0.4\%$ , $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ ) et b) de décohésion généralisée sur un essai CFT à forte amplitude de déformation ( $\delta\epsilon_t = 0.7\%$ , $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ ). . . . .	341

3.61	Distinction de deux domaines correspondant aux deux types d'endommagement observés dans le plan ( $\epsilon_{tot}$ , temps de maintien) avec $\epsilon_{tot} = \Delta\epsilon_t + \epsilon_{creep}$ , pour les essais avec temps de maintien en traction. La courbe en pointillés schématise la frontière entre ces deux domaines. . . . .	343
3.62	Distinction de deux domaines correspondant aux deux types d'endommagement observés dans le plan ( $\epsilon_{tot}$ , temps de maintien) avec $\epsilon_{tot} = \Delta\epsilon_t + \epsilon_{creep}$ , pour les essais avec temps de maintien en compression. . . . .	344
3.63	Schéma de la boucle d'hysteresis vue par la zone utile de l'éprouvette et par la couche d'oxyde lors d'un essai PF. . . . .	346
3.64	Schéma de la boucle d'hysteresis vue par la zone utile de l'éprouvette et par la couche d'oxyde lors d'un essai CFT avec un très long temps de maintien. . . . .	347
3.65	Illustration de l'influence du paramètre $\alpha$ des équations 3.8 et 3.9 sur le cycle contrainte-déformation subi par la couche d'oxyde (en traits pointillés). . . . .	348
3.66	Schéma représentant un défaut au sein d'une couche d'oxyde menant à la fissuration de cette dernière. . . . .	350
3.67	Illustration de décollement de la couche d'oxyde sur du P91, observé après un essai de relaxation à 550°C. . . . .	351
3.68	Comparaison des déformations critiques en traction et en compression pour différentes valeurs de $h$ et $c$ . Les valeurs moyennes des propriétés mécaniques rapportées au tableau 3.13 sont ici utilisées. . . . .	354
3.69	Géométrie et maillage utilisés pour les calculs par éléments finis. . . . .	356
3.70	Champs de contrainte a) $\sigma_{xx}$ et b) $\sigma_{yy}$ calculés dans le cas d'un défaut de grande taille situé au centre de la couche d'oxyde (loin des interfaces) dans le cas d'un chargement de compression. Les résultats obtenus sont très proches de la solution analytique pour le cas d'un milieu homogène infini. . . . .	357
3.71	Champs de contrainte a) $\sigma_{xx}$ et b) $\sigma_{yy}$ calculés dans le cas d'un défaut de grande taille situé proche de l'interface oxyde/environnement dans le cas d'un chargement de compression. L'allure du champ de contrainte ainsi que son amplitude diffèrent significativement de la solution analytique du fait de la proximité de la surface libre. . . . .	357
3.72	Rapport entre la contrainte maximale de traction autour de la cavité et la contrainte nominale de l'oxyde pour un chargement a) de traction et b) de compression. . . . .	358
3.73	Comparaison entre les frontières des deux domaines identifiées expérimentalement et prédites à l'aide des équations du tableau 3.12 et en utilisant la cinétique d'oxydation mesurée précédemment. Le rayon du défaut initial est pris arbitrairement égal à $0.5\mu m$ et les propriétés mécaniques sont celles utilisées à la figure 3.68. . . . .	360
3.74	Schéma illustrant les deux scénarios d'interaction fatigue-fluage-oxydation sur les aciers à 9-12%Cr. . . . .	364

3.75	Schéma de principe du modèle de prédiction de durée de vie distinguant le mode de calcul de chaque composante en fonction du type d'endommagement. . . . .	367
3.76	Schéma a) des éprouvettes utilisées pour mesurer la vitesse de propagation des fissures de fatigue soumises à des chargements élastoplastiques et b) de la géométrie de l'entaille. . . . .	368
3.77	Exemple de morphologie de fissure observée en surface sur un essai de vitesse de propagation à $\Delta\varepsilon_t = 0.5\%$ . L'axe de sollicitation est vertical et l'échelle est donnée par le diamètre du défaut initial (1 mm). . . . .	369
3.78	Evolution de la longueur de fissure en fonction du nombre de cycles. . . . .	370
3.79	Observation lors d'un essai à $\Delta\varepsilon_t = 0.7\%$ et $t_m = 2\text{min}$ a) en traction et b) en compression. . . . .	372
3.80	Comparaison des durées de vie prédites aux valeurs expérimentales en fonction a) de la déformation totale et b) de la déformation viscoplastique. . . . .	373
3.81	Comparaison des durées de vie prédites aux valeurs expérimentales pour les essais de fatigue-fluage lorsque l'on considère les paramètres de l'essai mesurés a) à $\frac{N_{50}}{2}$ et b) au premier cycle. . . . .	375
3.82	Comparaison des durées de vie prédites aux valeurs expérimentales pour les essais de fatigue-relaxation lorsque l'on considère les paramètres de l'essai mesurés a) à $\frac{N_{50}}{2}$ et b) au premier cycle. . . . .	375
3.83	Capacité du modèle à reproduire l'influence du sens de maintien (traction ou compression) dans le cas où l'on considère les paramètres de l'essai mesurés a) à $\frac{N_{50}}{2}$ et b) au premier cycle. . . . .	377
3.84	Pourcentage de la durée de vie passée en phase d'amorçage. . . . .	378
3.85	Comparaison des durées de vie prédites aux valeurs expérimentales correspondantes pour les essais de fatigue-fluage, en considérant que, pour l'endommagement de type 2, 2 fissures coalescent et mènent à la rupture finale. On considère les paramètres de l'essai mesurés a) à $\frac{N_{50}}{2}$ et b) au premier cycle. . . . .	379
3.86	Comparaison des durées de vie prédites aux valeurs expérimentales correspondantes pour les essais de fatigue-fluage, en considérant que, pour l'endommagement de type 2, 5 fissures coalescent et mènent à la rupture finale. On considère les paramètres de l'essai mesurés a) à $\frac{N_{50}}{2}$ et b) au premier cycle. . . . .	380
3.87	Capacité du modèle à reproduire l'influence du sens de maintien (traction ou compression), en considérant que, pour l'endommagement de type 2, 5 fissures coalescent et mènent à la rupture finale. On considère les paramètres de l'essai mesurés a) à $\frac{N_{50}}{2}$ et b) au premier cycle. . . . .	381
3.88	Comparaison des durées de vie prédites par le modèle avec les durées de vie mesurées à a) 20°C et b) 400°C. . . . .	384
3.89	Comparaison des durées de vie obtenues en fatigue pure et fatigue-relaxation sous air, sous vide et sous atmosphère d'hélium (T=550°C). . . . .	386

3.90	Schémas illustrant l'accélération de l'amorçage des fissures de fatigue du fait de la présence d'une couche d'oxyde en surface ou plus généralement d'effets d'environnement [Laird and Duquette, 1971, Thompson et al., 1956, Shen et al., 1966]. . . . .	387
3.91	Durées de vie prédites par le modèle en fatigue pure sous air et sous vide (la vitesse de propagation est considérée deux fois plus faible). . . . .	388
3.92	Extrusions observées en surface d'éprouvettes polies testées à $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ a) et b) sous air à 20°C et c) et d) sous vide à 550°C, l'axe de sollicitation est vertical. . . . .	389
3.93	Observations AFM d'une zone présentant des extrusions/intrusions après un essai de fatigue pure à 550°C sous vide ( $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ ). Vue $\alpha$ ) 2D en niveau de gris sur laquelle sont repérés les profils présentés en $\beta$ ) et $\chi$ ) vue 3D de la même zone. Ces images sont obtenues avec le logiciel Gwyddion. . . . .	390
3.94	Observations AFM d'une zone présentant des extrusions/intrusions après un essai de fatigue pure à 550°C sous vide ( $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ ). Vue $\alpha$ ) 2D en niveau de gris sur laquelle sont repérés les profils présentés en $\beta$ ) et $\chi$ ) vue 3D de la même zone. Ces images sont obtenues avec le logiciel Gwyddion. . . . .	391
3.95	Courbes de relaxation obtenues lors d'une phase de relaxation de 15 jours avant et après cyclage en fatigue pure, le temps est représenté a) linéairement et b) logarithmiquement. . . . .	393
3.96	Evolution de la transition entre les deux régimes de fluage à 625°C et à 500°C. . . . .	394
3.97	Distribution de durées de vie obtenues avec $10^5$ tirages de valeurs de $a_0$ . . . . .	395
A.1	Cottrell's partition of the cyclic stress between the isotropic stress (R), the backstress (X) and the viscous stress $\sigma_v$ . . . . .	422
A.2	Detection technique of the linear part usually used in Cottrell's partition scheme. . . . .	423
A.3	Characteristic shape of the first and second derivative of the half hysteresis loop [Fardoun et al., 1997]. . . . .	424
A.4	Example of the linear part detected with the usual Cottrell's method for four consecutive cycles of a pure fatigue test with $T=823K$ and $\Delta\epsilon_{fat} = 0.6\%$ with $\epsilon_{offset} = 5.10^{-5}$ . . . . .	426
A.5	Control limits and characteristic zones of a SPC control chart . . . . .	428
A.6	Illustration of the practical application of the new SPC method to detect the linear part of a half hysteresis loop . . . . .	430
A.7	Exemple of the distribution of distances $DC$ for a pure fatigue test performed at $\Delta\epsilon_{fat} = 0.6\%$ and $T = 823K$ . The line corresponds to the fitted Gaussian distribution. . . . .	431
A.8	Illustration of the stability of the linear part detected with our method on four consecutive cycles with $T=823K$ and $\Delta\epsilon_{fat} = 0.6\%$ . . . . .	432

A.9	Illustration of the stability of the linear part detected with our method for four cycles recorded at various stages of a fatigue test with T=823K and $\Delta\epsilon_{fat} = 0.6\%$ .	433
A.10	TEM observation of the microstructure of the P91 steel as-received.	433
A.11	Illustration of the stability of the results obtained for three pure fatigue tests conducted using the same experimental conditions ( $\Delta\epsilon_{fat} = 1\%$ and T=823K.)	436
A.12	Influence of the strain amplitude on the evolution of the different parts of the stress and on Young's modulus variation (T=823K).	438
A.13	Evolution of the viscous stress as a function of the viscoplastic strain rate $\dot{\epsilon}^{vp}$ .	439
A.14	Correlation between the global softening and the decrease in the backstress for $\Delta\epsilon_{fat} = 1\%$ and T=873K.	439
A.15	Influence of the strain amplitude on the evolution of the different parts of the stress obtained with Cottrell's method ( $\epsilon_{offset} = 5.10^{-5}$ and T=823K).	440
A.16	Evolutions of the monotonic values of X, R and $\sigma_v$ obtained at the first load reversal (T=873K).	441
A.17	Influence of temperature on the evolution of the different parts of the stress and on Young's modulus ( $\Delta\epsilon_{fat} = 1\%$ ).	443
A.18	SEM observation of surface created by Intense Slip Bands on a cylindrical sample tested in air at 293K and $\Delta\epsilon_{fat} = 1\%$ . The vertical lines are due to the grinding process.	445
B.1	Schematic shapes of the hysteresis loops of a) a RF test and b) a CF test.	456
B.2	a) Shapes of the hysteresis loops obtained for a CF test at $\Delta\epsilon_{fatigue} = 1\%$ and $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ , b) variation of the mean stress for PF and CF tests (with either tensile or compressive holding time) at different creep strains and for $\Delta\epsilon_{fat} = 0.7\%$	458
B.3	Variation of a) the stress amplitude $\Delta\sigma/2$ and b) of the maximum stress $\sigma^{max}$ for CF tests at $\Delta\epsilon = 1\%$ . c) variation of the stress amplitude for a CF test at $\Delta\epsilon = 0.5\%$ .	460
B.4	Variation of the isotropic stress a) in compression and b) in tension for PF and tensile CF tests at $\Delta\epsilon_{fatigue} = 0.7\%$ .	460
B.5	Variation of the kinematic stress both in compression and in tension for PF and tensile CF tests at a) and b) $\Delta\epsilon_{fatigue} = 1\%$ , c) and d) $\Delta\epsilon_{fatigue} = 0.5\%$ , e) and f) $\Delta\epsilon_{fatigue} = 0.4\%$ .	462
B.6	Variation of the kinematic stress in tension for tensile CF tests at different fatigue strains and the same creep strain $\epsilon_{creep} = 0.3\%$ .	463
B.7	Variation of the viscous stress a) in compression and b) in tension for PF and tensile CF tests at $\Delta\epsilon_{fatigue} = 1\%$ .	464
B.8	Variation of the stress amplitude $\Delta\sigma/2$ for RF tests at $\Delta\epsilon = 0.7\%$ .	465
B.9	Variation of the kinematic stress for cyclic and sequential RF tests at $\Delta\epsilon = 0.7\%$ .	466

B.10	Schematic illustration of the additional sequential RF tests carried out with a tensile reloading at the end of the holding period. . . . .	467
B.11	Monotonic tensile curves obtained at 823K for $2.5 \times 10^{-5} \leq \dot{\epsilon} \leq 2 \times 10^{-3}$ . 468	
B.12	Variation of the viscous stress for cyclic and sequential RF tests at $\Delta\epsilon = 0.7\%$ . . . . .	469
B.13	Variation of the effective Young's modulus during CF tests at $\Delta\epsilon_{fatigue} = 0.7\%$ and observations of secondary cracks. . . . .	471
B.14	Calculation of the activation volume of the viscous glide in CF tests at $\Delta\epsilon_{fatigue} = 1\%$ and pure-fatigue tests. . . . .	474
B.15	Values of the kinematic stress evaluated at the first cycle for fatigue, CF and RF tests in terms of a) viscoplastic strain rate ,b) viscoplastic strain per cycle (the dotted lines link the RF tests to the PF tests carried out at the same $\Delta\epsilon_{fat}$ ). . . . .	476
B.16	Values of the kinematic stress the for fatigue, CF and RF tests in terms of viscoplastic strain rate evaluated at a) $\epsilon_{cum}^{vp} = 1$ and b) for $\epsilon_{cum}^{vp} = 10$ . The dotted curve is reported from figure B.15.a to illustrate the evolution with the accumulated viscoplastic strain. . . . .	477
B.17	TEM observations of the microstructure a) in the as-received state, b) after a pure-fatigue test ( $\Delta\epsilon_{fat} = 0.7\%$ and $T = 823K$ ) and c) after a RF test ( $\Delta\epsilon_{fat} = 0.7\%$ , holding time = 90min and $T = 823K$ ). . . . .	479
D.1	(a) Images microsondes révélant la composition des deux couches d'oxyde après 3 jours à 600°C sous air [Lloyd et al., 1977], (b) mesure XPS des concentrations d'éléments en présence après 1000L à 487°C sous O <sub>2</sub> [Greeff et al., 2000], (c) schéma représentant la configuration de couches "la plus probable". . . . .	495
D.2	(a) Evolution des concentrations dans l'épaisseur de la couche après 1000h à 600°C sous O <sub>2</sub> d'après [Stobbs et al., 1986], (b) mesure AES des concentrations dans l'épaisseur de la couche après 1000L à 481°C [Greeff et al., 2000], (c) après 10h sous air à 600°C [Ostwald and Grabke, 2004]. . . . .	496
D.3	Influence de la température d'oxydation sur (a) l'épaisseur et la nature des oxydes, (b) la concentration en surface des trois éléments principaux après 1000L sous O <sub>2</sub> [Greeff et al., 2000]. . . . .	497
D.4	Mécanismes d'oxydation à différentes températures proposés pour l'oxydation du 9%Cr sous air ou sous O <sub>2</sub> [Khanna et al., 1986]. . . . .	499
D.5	Différentes couches d'oxyde observées sur un alliage Fe-9Cr-1Mo après 1000h sous air à 600°C [Stobbs et al., 1986]. . . . .	500
D.6	Différentes couches d'oxyde observées sur du P91 après 15min sous O <sub>2</sub> à 650°C [Tokei et al., 2000]. . . . .	502
D.7	Mécanismes d'oxydation à 650°C d'un alliage binaire Fe-13%Cr sous air humide, (a) entraînant la formation de nodules et de piqûres, (b) entraînant uniquement la formation de nodules [Crouch and Scully, 1981]. . . . .	504

D.8 Mécanismes d'oxydation interne par coalescence de lacunes [Gibbs and Hales, 1977]. . . . .	505
D.9 Augmentation de masse au cours du temps pour un acier 9Cr-1Mo-Nb oxydé sous air à différentes températures [Khanna et al., 1986]. . . . .	507
D.10 Gain de masse au cours du temps pour (a) un acier 9Cr-1Mo(low Si) et (b) un acier 9Cr-1Mo-Nb oxydés sous vapeur à différentes températures pendant 6 heures [Khanna et al., 1986]. . . . .	508
D.11 Gain de masse en fonction du temps pour différents aciers au chrome oxydés sous air à 600°C. . . . .	509
D.12 Cinétique d'oxydation en 3 stades d'un acier Fe-10%Cr sous air à 600°C [Lloyd et al., 1977]. . . . .	510
D.13 Evolution de l'épaisseur de la couche d'oxyde (en monocouches atomiques) durant les premières secondes d'oxydation d'un acier P91 à 600°C sous O <sub>2</sub> . . . . .	510



## Liste des tableaux

1.1	Composition en pourcentage massique des deux coulées de P91 étudiées [Framatome, 2002, Creusot-Marrel, 1986] . . . . .	16
1.2	Traitements thermiques des deux coulées de P91 étudiées [Tavassoli et al., 1992, Framatome, 2002] . . . . .	17
1.3	Comparaison des tailles de sous-grains sur différentes nuances d'aciers à 9-12%Cr. NC : non communiqué. . . . .	27
1.4	Composition et cristallographie des précipités observables après revenu sur le P91 [Gaffard, 2005]. Pour un P92 (voir traitements thermiques dans le tableau 1.3) la composition des $M_{23}C_6$ est légèrement différente [Ennis et al., 2000] : Fe(25.1), Cr(56.7), Mo(1.7), W(10.4), V(2.0). . . . .	36
1.5	Influence des traitements thermiques sur l'état de précipitation du P91 [Jones et al., 1991]. . . . .	38
1.6	Diamètres moyens des précipités sur différentes nuances d'aciers à 9-12%Cr. SJG et JG $\gamma$ désignent respectivement les précipités situés le long des sous-joints et des joints entre ex grains $\gamma$ . . . . .	41
1.7	Densités de dislocations mesurées sur différentes nuances d'aciers à 9-12%Cr. SJG désigne les dislocations composant les sous-joints de la microstructure. . . . .	45
1.8	Tableau récapitulatif des effets d'un temps de maintien (en traction ou en compression) sur la durée de vie de différents matériaux [Hecht, 1992]. Les numéros de références sont ceux utilisés au sein de la thèse de Hecht [Hecht, 1992]. . . . .	66
1.9	Tableau récapitulatif des principales méthodes de prédiction de durée de vie en fatigue-fluage [Goswami, 2004]. . . . .	73
2.1	Références présentant des courbes ou des vitesses de fluage pour les aciers à 9-12%Cr. . . . .	106
2.2	Références présentant des courbes d'adoucissement cyclique pour les aciers à 9-12%Cr. PC : piloté en contraintes . . . . .	109
2.3	Ensemble des références présentant des mesures quantitatives du grossissement des sous-grains sous diverses sollicitations pour les aciers à 9-12%Cr. NC : non communiqué, RF : fatigue-relaxation et PF : fatigue pure. La dernière colonne reflète l'évolution du diamètre moyen : $\frac{d_{final}}{d_{initial}}$ . . . . .	121

2.4	Secondes phases apparaissant au cours du fluage ou du vieillissement et leur effet sur les propriétés en fluage [Gaffard, 2005]. . . . .	136
2.5	Nombre d'essais CF menés à 550°C avec un maintien en traction. Lorsque le maintien est stoppé à une déformation de fluage donnée, la durée du maintien mesurée à $N_{50}/2$ est indiquée entre parenthèses. Lorsque le maintien est stoppé au bout d'une durée donnée, la déformation de fluage mesurée à $N_{50}/2$ est indiquée entre parenthèses. Le symbole $^{NR}$ indique que l'essai a été arrêté avant rupture. . . . .	142
2.6	Nombre d'essais RF menés à 550°C avec un maintien en traction. . . . .	143
2.7	Tableau récapitulatif des essais de fatigue avec temps de maintien menés à 550°C. NA : non atteint. . . . .	145
2.8	Nombre d'essais PF menés à 20, 400 et 550°C au sein du SRMA. . . . .	146
2.10	Liste des essais de fluage cyclique menés au SRMA. La dernière colonne ( $t_R$ ref) donne l'intervalle de temps à rupture pour des essais de fluage pur menés dans le cadre du programme ECCC. . . . .	156
2.13	Densités de dislocations mesurées lors du stage d'Hélène Brillet [Brillet, 2003]. . . . .	161
2.14	Analyse quantitative des tailles et formes de sous-grains des microstructures observées sur quatre échantillons. . . . .	171
2.15	Descriptif des mesures EBSD menées sur différents échantillons de P91. . . . .	173
2.16	Désorientations théoriques entre variants de martensite prédites par la relation de Kurdjumov-Sachs. Les probabilités associées sont obtenues en faisant l'hypothèse de l'équiprobabilité de chaque variant [Barcelo, 2003]. . . . .	184
2.17	Valeurs moyennes des caractéristiques des blocs détectés en EBSD. $\bar{\theta}$ désigne la valeur moyenne de la moyenne des désorientations intrabloc. . . . .	186
2.18	Densités de dislocations d'accommodation géométrique obtenues à partir des mesures d'orientation cristallographique. . . . .	211
2.20	Liste des paramètres du modèle. Les paramètres connus sont soit des grandeurs physiques usuelles, soit des paramètres matériau mesurables. Parmi les paramètres ajustables du modèle, les seuls laissés effectivement libres lors de la phase d'identification apparaissent en bleu. . . . .	231
2.21	Valeurs des coefficients identifiés et utilisés dans les figures 2.96 à 2.98 . . . . .	239
2.22	Valeurs des coefficients identifiés et utilisés dans les figures 2.99 à 2.101 . . . . .	243
2.23	Valeurs des coefficients identifiés et utilisés dans les figures 2.103 à 2.105 . . . . .	247
3.1	Références présentant des durées de vie en fluage pour les aciers à 9-12%Cr. NC : non communiqué. . . . .	270
3.2	Ensemble des références présentant des résultats d'essais de fatigue (PF), fatigue-relaxation (RF) ou fatigue-fluage (CF) sur des aciers à 9-12%Cr. NC : Non communiqué, T : traction, C : compression, $\emptyset$ : absence. . . . .	280
3.3	Statistiques descriptives des distributions de durées de vie obtenues pour 5 niveaux de déformation à 550°C, sous air pour un acier P91. . . . .	282

3.4	Récapitulatif de l'ensemble des lois empiriques utilisées dans la littérature pour approcher les durées de vie en fatigue pure. . . . .	301
3.5	Références proposant des données de vitesse de propagation pour les aciers à 9-12%Cr. . . . .	306
3.6	Valeur des paramètres de la relation de Langer ainsi que de leurs intervalles de confiance estimés sur les données de la figure 3.33. Dans ce tableau les valeurs des percentiles 2.5 et 97.5 sont données sans prise en compte de la corrélation entre ces deux paramètres. . . . .	310
3.7	Comparaison entre un essai de CF et un essai de RF menés à la même déformation totale et avec des déformations viscoplastiques par cycle comparables. Les maintiens sont en traction (T=550°C). . . . .	314
3.8	Nombre d'essais en CF et RF menés à 550°C avec temps de maintien en compression. La durée de la période de maintien (mesurée à $N_{50}/2$ ) est indiquée entre parenthèses en secondes, lorsque ceux-ci sont pilotés en déformation. . . . .	316
3.9	Compositions des oxydes formés sur des aciers à 9%Cr rapportées dans la littérature. . . . .	334
3.10	Épaisseurs d'oxyde mesurées ( $\mu m$ ) au sein de la présente étude (823K) et comparées à celles de la littérature [Khanna et al., 1986] à 773K et 873K. . . . .	335
3.11	Récapitulatif des principales caractéristiques de chaque domaine d'endommagement. . . . .	341
3.12	Récapitulatif des modes de rupture des couches minces en traction et en compression . . . . .	352
3.13	Intervalles des valeurs des propriétés mécaniques pour des oxydes $Fe_2O_3$ , $Fe_3O_4$ et $FeCr_2O_4$ . . . . .	353
3.14	Paramètres des essais de fatigue et fatigue-relaxation menés afin de mesurer la vitesse d'avancée des fissures. . . . .	370
3.15	Valeurs de $\bar{T}$ calculées à partir des données mesurées au premier cycle et à mi-durée de vie. . . . .	370
3.16	Durées de vie en fatigue et fatigue-relaxation obtenues sous trois atmosphères différentes à 550°C. . . . .	385
A.1	Chemical composition of the P91 steel under study. . . . .	433
A.2	Quasistatically determined mechanical properties of the P91 steel under study for various temperatures. . . . .	434
A.3	Number of LCF tests carried out for each testing condition. . . . .	434
A.4	Value of viscoplastic strain range $\Delta\epsilon_{vp}$ at the first cycle and at $\frac{N_{50}}{2}$ for the various total strain range applied. . . . .	435
B.1	Number of CF tests carried at 823K for each testing condition . . . . .	456
B.2	Stress relaxation (in MPa) measured at $\frac{N_f}{2}$ of RF tests carried at 823K for each testing condition . . . . .	457

---

B.3	Comparison of the stresses obtained for the sequential RF tests either with a tensile reloading (noted $r$ ) or without (noted $u$ ). . . . .	467
B.4	Some values of activation energy and activation volumes for viscous glide in 9%Cr steels and associated materials at various temperatures. . . . .	473
C.1	Compositions en pourcentage de masse de diverses nuances d'aciers à 9-12%Cr. Les valeurs données proviennent des coulées ou spécifications rapportées dans les références de la dernière colonne. . . . .	490
D.1	Valeur de la constante $K_p$ en $\text{g}^2\text{cm}^{-4}\text{s}^{-1}$ d'après [Khanna et al., 1986]. . . . .	506

# Remerciements

Le présent mémoire, sans être un aboutissement en soi, n'en reste pas moins la synthèse de trois années de travaux de recherche. Trois années au cours desquelles j'ai eu à cœur mener cette thèse comme on mène un projet. C'est donc avec toute la rigueur, tout le souci de la ponctualité et des échéances, toute la réactivité et toute l'ambition dûs à la bonne conduite d'un projet que j'ai tenté de me lancer dans cette aventure qu'est la thèse. Les prémisses de ce cheminement personnel remontent probablement fort loin, mais c'est bien à une série de rencontres qu'il est possible d'attribuer l'évènement déclencheur. L'origine de ma contamination par le virus de la recherche est à mettre au crédit de trois passionnés qui furent tour à tour mes professeurs, collègues et amis. Maxence Bigerelle, Denis Najjar et Alain Iost m'ont initié aux ineffables joies de la recherche scientifique. Je leur dois bien plus qu'ils ne l'imaginent et les remercie pour leur indéfectible confiance, leurs conseils et leur précieuse amitié. Cette contagion initiale, aussi fébrile et intense fût-elle, aurait probablement pu rester passagère si une seconde collision intellectuelle n'était venue la transformer en affection permanente. C'est en effet à l'occasion d'un Projet Pratique en Laboratoire effectué lors de mon DEA que mes pas ont croisé le sillage d'un dénommé André Pineau. S'il est inutile de présenter le scientifique ou ses accomplissements, je ne peux m'abstenir de souligner que sa rigueur, son exigence, son dynamisme, sa fougue et tout simplement l'homme entier et passionné qu'il est, sont tout aussi exceptionnels. Peu sujet à l'idolâtrie, je me dois cependant de confesser que la rencontre avec ce personnage hors norme fut pour moi décisive. En débutant cette thèse, qu'il a élégamment dirigée, j'avais l'impression que de bien belles choses hantaient son esprit. Au crépuscule de cette aventure, cette impression est devenue conviction. Au risque de tomber dans le dithyrambe, j'insisterai sur sa présence, sa disponibilité, sa culture et ses multiples idées qui sont pour beaucoup dans les résultats qui suivent. J'ai envers lui une dette que l'on ne peut contracter qu'auprès des grands hommes.

J'adresse mes chaleureux remerciements à Maxime Sauzay, qui m'a offert l'opportunité de mener cette thèse. Sa curiosité, son enthousiasme mais aussi l'absolue liberté qu'il m'a accordée au cours de ces trois années sont de magnifiques présents pour lesquels mon entière gratitude lui est acquise. Il a su m'initier à d'autres méthodes de travail et m'encadrer tout en ne cessant d'encourager mes initiatives. Ses multiples centres d'intérêt et sa tolérance font de lui quelqu'un de rare.

Je profite par ailleurs de ces pages pour saluer le courage de Suzanne Degallaix et Jaroslav Polak qui ont tous deux accepté la lourde charge d'être rapporteurs de ce manuscrit, je leur en suis très reconnaissant. Mes remerciements vont aussi aux autres membres qui composent mon jury de thèse, à savoir Edgar Rauch, Claude Escaravage et Jean Gabrel. Ils m'ont apporté de précieux commentaires ainsi qu'une mise en perspective de mon travail à travers le prisme de leur expérience, nos rencontres m'ont beaucoup appris.

Si ces trois dernières années se sont idéalement déroulées, le mérite en revient pour beaucoup à Lucien Allais et Jean-Luc Béchade qui m'ont apporté un soutien matériel, en m'ouvrant les portes de leurs laboratoires respectifs, mais surtout intellectuel et moral, en me faisant partager leur expérience et leur savoir. Je tiens aussi à remercier les hommes, Frédéric Ravel, Gilles Vériot et Luc Paradis, qui ont successivement dirigé le SRMA au sein duquel je viens de passer une période riche et passionnante.

Ma thèse s'inscrit par ailleurs dans deux projets de recherche nommés RCGMA et TEMAS et menés par le CEA. Plusieurs de leur acteurs, dont Jean-Louis Séran, Marie-Thérèse Cabrillat, Philippe Dubuisson et Philippe Billot ont témoigné un vif intérêt pour mes travaux et je les remercie pour leur implication.

Comme tout projet, une thèse est avant tout une aventure humaine. L'ensemble des résultats obtenus sont le fruit du travail de très nombreuses personnes. Les trois dernières années et les multiples expériences qui ont jalonné cette thèse m'ont, en effet, offert l'opportunité de collaborer avec de nombreux hommes et femmes. Il n'est de meilleure formation que celle qui vous permet de découvrir les savoir-faire, les buts, les attentes et les univers des gens qui vous entourent. Parmi eux, certains ont eu la gentillesse de me compter au nombre de leurs amis. Tous m'ont enrichi de leur expérience et de leur connaissance, ils m'ont apporté des idées, des réflexions qui ne peuvent surgir que de la diversité, de la confrontation de modes de pensée et de travail différents, mais non antinomiques. Plus qu'une formation scientifique, la thèse, grâce à toutes ces personnes, m'a fait grandir.

Parmi les noms qui suivent, j'ai très probablement oublié des gens qui ont largement mérité d'y voir figurer le leur, je leur présente par avance mes plus plates excuses.

Je tiens tout d'abord à remercier Christel Caës, dont le sourire et la gentillesse n'ont d'égales que la compétence et la rigueur, ainsi que Michel Noblecourt, qui, par son habilité et sa disponibilité, m'a rendu de fiers services. Ils sont les deux âmes du laboratoire de fatigue oligocyclique du SRMA et m'ont appris énormément au cours des dernières années. J'ai, par ailleurs, eu la chance de bénéficier des nombreux résultats obtenus dans ce même laboratoire par Michel Mottot. Ma gratitude lui est, en cela, toute acquise.

Comme vous pourrez le constater au fil des pages, l'observation et l'expérimentation sont au coeur de mes travaux de thèse. A ce titre, il me faut souligner l'aide et le concours inestimable de Véronique Rabeau et Théodore Cozzika dans la phase de préparation des échantillons. Annick Bougault, Alexandra Renault, Didier Hamon et Françoise Barcelo m'ont, quant à eux, initié aux arcanes de l'observation MEB, MET, microsonde et EBSD. Je leur exprime ma profonde gratitude. Je remercie par ailleurs Sylvie Poissonnet et Patrick Bonnaille du SRMP pour m'avoir permis d'accéder à leur MEB FEG. Au même titre je suis reconnaissant envers Cyril Cayron du CEA de Grenoble. J'ai par ailleurs une énorme dette envers Ivan Tournié que j'ai longuement accaparé pour mes essais de fluage et que je remercie pour sa présence et ses conseils. Je tiens à noter qu'outre sa disponibilité, son expérience et ses compétences, Ivan possède des vrais talents de pâtissier !

Non content d'user de l'ensemble des moyens expérimentaux disponibles au sein du SRMA, mes pas m'ont conduit dans d'autres laboratoires. En premier lieu je tiens à remercier chaleureusement Anne-Françoise Gourgues, Bertrand Briot et Raphaël Salapète au Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines qui m'ont abondamment aidé à mener diverses expériences. Parmi les gens qui m'ont accueilli, je souhaite aussi remercier Hélène Burlet, Olivier Gillia et Patrick Lemoine du CEA de Grenoble qui m'ont permis de mener des essais de fatigue sous vide. Pour le même type d'essais, mais cette fois sous une atmosphère d'hélium, toute ma gratitude va à Pierre Lamagnère, dont je ne peux que louer l'hospitalité. Par ailleurs, même si notre collaboration a été avortée pour cause de problèmes matériels, je souhaite remercier Gérard Moulin et Jérôme Favergeon de l'UTC. J'adresse en outre toute ma reconnaissance à Pavel Hutar, Lubos Nahlik, Thomas Kruml, Martin Petrevec, Karel Obrtlick, aux professeurs Zdenek Knésl et Jaroslav Polak, ainsi qu'à Jiri Man et Petr Klapetek qui m'ont chaleureusement accueilli à Brno en République Tchèque et grâce à qui j'ai pu observer en AFM mes éprouvettes ainsi qu'avoir de passionnantes discussions. Enfin, je souhaite remercier Edgar Rauch pour m'avoir donné la chance d'observer mes échantillons à l'aide de la technique d'indexation cristallographique qu'il a développée.

De manière générale, j'ai eu la chance et l'honneur de profiter de l'expérience de nombreux experts par le biais de multiples discussions, parfois passionnées, toujours informelles et enrichissantes. A ce titre je remercie sincèrement Jean-Christophe Brachet, Yann de Carlan, Fabien Onimus, Laurent Dupuy (qui a accessoirement eu la gentillesse de m'aider à évacuer quelques tensions en étant mon partenaire<sup>2</sup> de squash !), Ludovic Vincent, Christian Robertson, Bernard Marini au SRMA, mais aussi Philippe Pilvin, Samuel Forest et Georges Cailletaud.

Pour leur apport concernant l'oxydation des aciers 9-12%Cr, je souhaite remercier Céline Cabet et Laure Martinelli qui ont eu la patience d'expliquer, au mécanicien mal

---

<sup>2</sup>Tu noteras, Laurent, que j'ai utilisé le terme de partenaire, et non celui de victime... ;)

dégrossi que je suis, les subtilités et les mystères de la corrosion.

Je suis en outre lourdement redevable envers Michel Truong, grâce à qui j'ai pu traverser, sans trop de dommages, les aléas de l'informatique.

Dans le même ordre d'idées, je tiens à souligner le rôle majeur qu'ont joué les secrétaires de choc du SRMA, à savoir Mireille Jouan, Nathalie Palayan et Sylvie Coignard. Grâce à elles, j'ai pu passer au travers des méandres administratifs propres aux multiples procédures du CEA. Elles méritent toute ma gratitude.

Pour m'avoir fait partager son expérience et pour m'avoir prodigué de précieux conseils je remercie chaleureusement Farhad Tavassoli. Sa culture, son expertise ainsi que son sens de l'humour en font assurément quelqu'un d'exceptionnel.

Il en va d'une thèse comme de tout projet, la qualité des résultats est en corrélation directe avec la qualité de l'ambiance de travail. Pour avoir contribué à créer une ambiance de travail joviale et agréable je remercie tous les thésards du SRMA avec qui j'ai passé ces trois dernières années. Une mention spéciale est attribuée à Stéphane Osterstock, Nicolas Malésys et Daniel Garcia-Rodriguez.

Pour avoir contribué à m'ouvrir l'esprit, pour m'avoir accueilli au sein de la communauté des caféinophiles du SRMA, et surtout pour leur réconfortante amitié je remercie du fond du coeur Valérie Maillot, Véronique Lezaud, Pierre Forget, Laurence Portier et France Dalle. Je suis en outre tout spécialement reconnaissant à Valérie pour avoir tenté d'éduquer mes oreilles impies aux divines harmonies de la flutte traversière, et pour bien d'autres choses.

Quoiqu'elles puissent en dire, les personnes les plus importantes au cours d'une thèse sont de loin celles qui n'y participent pas. J'entends par là que l'apport indirect des gens qui vous soutiennent au quotidien, qui vous offrent leur amitié et leur présence en toutes circonstances est, de loin, le facteur principal qui détermine la qualité des résultats finaux. C'est là le rôle des amis, des proches et des parents.

A ce titre, mes pensées les plus reconnaissantes vont à Nicolas Rupin. Je considère l'amitié dont il m'honore comme un bien précieux et rare, serti sur des qualités scientifiques qui font de lui un repère fiable aussi bien dans ma vie professionnelle que personnelle. J'en profite aussi pour remercier son épouse, Fabienne Rupin, pour sa capacité unique à me faire oublier tout problème professionnel, et ce, du simple fait de ses constantes menaces culinaires.

Si j'ai attribué ma contagion par le virus de la recherche à diverses rencontres "scientifiques", le germe initial, l'élément fondateur qui a fait de moi la personne que je suis aujourd'hui remonte bien plus loin. C'est à mes parents que j'adresse toute ma



gratitude pour les valeurs et la soif de connaissances qu'ils m'ont transmises. La dette que j'ai contracté auprès d'eux ne peut se quantifier. Je tiens par ailleurs à souligner le soutien indéfectible que ma mère ma toujours apporté, quelles que soient mes entreprises ou mes objectifs, j'ai pu compter sur ses encouragements.

Enfin, c'est Claire qu'il me faut remercier le plus intensément. Son amour et sa présence au quotidien sont mon unique point fixe, la constante à laquelle mon âme étiolée se ressource. Sa tendresse et sa joie de vivre me guériraient presque de ma misanthropie innée. Elle a eu, depuis de longues années, la patience nécessaire pour supporter les nombreuses nuits et week-end studieux. Non contente d'avoir, bien malgré elle, été initiée aux joies des piqûres de corrosion et autres lattes de martensite, elle a eu le courage de lire le présent manuscrit... Merci.



# Notations

**PSB** : bande de glissement persistante (Persistant Slip Band).

**MET** : Microscope Electronique en Transmission.

**MEB** : Microscope Electronique à Balayage.

**EBSD** : Electron Backscatter Diffraction.

**GBS** : Glissement aux joints de grains (Grain Boundary Sliding).

**CF** : essai de fatigue-fluage (Creep-Fatigue) (voir figure 2.35).

**RF** : essai de fatigue-relaxation (Relaxation-Fatigue) (voir figure 2.35).

**PF** : essai de fatigue pure (Pure-Fatigue) (voir figure 2.35).

$\sigma$  : contrainte.

$\epsilon$  : déformation.

$\Delta\epsilon_t$  : déformation totale appliquée lors d'un essai cyclique (voir figure 2.35).

$\Delta\epsilon_p$  : déformation (visco)plastique appliquée lors d'un essai cyclique (voir figure 2.35).

$t_m$  : durée de la phase de maintien.

$\epsilon_{creep}$  : déformation de fluage appliquée lors du maintien.

$N_{50}$  : durée de vie en fatigue définie comme une chute de 50% de la contrainte maximale.

**R** : contrainte isotrope (sauf mention du contraire).

**X** : contrainte cinématique (sauf mention du contraire).

$\sigma_v$  : contrainte visqueuse.

$\dot{\epsilon}_s$  : vitesse de fluage stationnaire.

**w** : largeur des lattes de martensite.

**b** : norme du vecteur de Burgers.

**f(x)** : notation générique pour désigner une fonction de la variable  $x$ .

**E** : le module d'Young.

**K<sub>Ic</sub>** : la ténacité.

$\gamma_0$  : énergie de surface.

**h** : l'épaisseur de la couche d'oxyde.

**c** : la rayon des défauts présents au sein de la couche d'oxyde.

# Introduction

Alors que les premiers réacteurs nucléaires de troisième génération (EPR) commencent à voir le jour, et à l'heure où l'arrêt des plus anciens réacteurs de seconde génération (REP) se rapproche, l'avenir de l'énergie nucléaire française, mais aussi mondiale, s'esquisse autour des réacteurs de quatrième génération et des réacteurs à fusion. Si la fusion nucléaire est à l'honneur avec le lancement de la construction d'ITER, son utilisation pour la production d'énergie à une échelle industrielle n'est pas encore à l'ordre du jour. A l'inverse, les objectifs ambitieux affichés, concernant la quatrième génération de réacteurs nucléaires à fission, prévoient un déploiement industriel de ces derniers à l'horizon 2040. Ceci implique la construction d'un réacteur de démonstration dès 2020, réacteur pour lequel la plus grande partie des orientations technologiques devront être entérinées à partir de 2012. La mise en place de ce calendrier coïncide avec le lancement de grands projets internationaux (comme le forum GenIV) centrés autour de la génération IV, faisant de celle-ci, bien plus encore que de ses aînées, un enjeu économique, scientifique et industriel majeur.

Outre l'amélioration de la sécurité d'exploitation, ce sont aussi la réduction des risques de prolifération et l'amélioration des rendements qui représentent les principaux objectifs de cette nouvelle génération de réacteurs. L'une des voies explorées, afin d'accroître les rendements des centrales nucléaires, est d'augmenter la température de fonctionnement. Ceci passe par le choix d'un autre fluide caloporteur, permettant d'opérer à des pressions beaucoup plus faibles que celles utilisées au sein des réacteurs à eau sous pression actuels. Pour ce faire, plusieurs concepts sont aujourd'hui à l'étude, se basant sur des caloporteurs à base de sodium ou encore d'hélium. Cet accroissement des températures de fonctionnement (entre 500 et 600°C principalement) a évidemment des répercussions sur le choix des matériaux de structure. En effet, une augmentation de 50 à 100°C des températures de fonctionnement n'a rien d'anodin en termes de propriétés mécaniques.

C'est dans ce contexte que les aciers martensitiques de la famille des 9-12%Cr sont intensément étudiés, notamment au sein des projets TEMAS et RCGMA lancés par le CEA. Ces aciers présentent, entre autres avantages, une meilleure conductivité thermique et un coefficient de dilatation thermique plus faible que les aciers austénitiques actuellement utilisés (type 316LN). Ils sont, par ailleurs, moins sensibles au phénomène de gonflement sous irradiation (surtout leurs versions ODS) et offrent une bonne résistance à

la corrosion sous contrainte. L'ensemble de ces qualités, ajoutées à un coût moindre que celui des aciers austénitiques usuels, en font des matériaux de choix pour les conduites de fluide caloporteur, mais aussi comme matériau de cuve.

La plupart de ces structures seront essentiellement sollicitées en fluage. Néanmoins, des sollicitations cycliques, liées notamment aux arrêts et redémarrages de tranches, aux phases de maintenance et, dans une moindre mesure, au suivi de réseau, peuvent, elles aussi, exister. De ce fait, les codes de dimensionnement, utilisés par l'industrie de l'énergie nucléaire, imposent des règles liées à la fatigue et aux interactions fatigue-fluage. Le problème majeur de ce type de règles réside dans la nécessaire extrapolation sur laquelle elles sont basées. En effet, les sollicitations en service que j'évoquais consistent généralement en des phases de maintien de longue durée (de l'ordre du mois) entrecoupées par des phases de cyclage à faible amplitude de déformation, et ce sur plusieurs décennies (l'objectif affiché de durée de vie des centrales est de 60 ans). Il est évident que reproduire de telles sollicitations en laboratoire est impossible. Il faut donc dimensionner les structures réelles sur la base d'essais de fatigue, de fluage et de fatigue-fluage de courte durée. De telles extrapolations sont fréquemment délicates, car généralement fondées sur la seule connaissance des résultats mécaniques macroscopiques. Le seul moyen de les rendre plus fiables est de les baser sur la compréhension et la modélisation des mécanismes physiques qui gouvernent les résultats macroscopiques.

Ainsi, l'ensemble de ce travail de thèse est basé sur la méthodologie suivante :

- Dans un premier temps, l'étude des résultats macroscopiques obtenus à l'aide d'essais mécaniques de fatigue, fluage et fatigue-fluage, permet de souligner les principales tendances, de mettre en évidence certaines propriétés particulières et de formuler les premières hypothèses quant aux mécanismes sous-jacents.
- Dans un second temps, c'est par le couplage de diverses techniques d'observations (microscopie optique, MEB, EBSD, MET, microsonde,...) que les phénomènes physiques, responsables des propriétés macroscopiques mesurées, sont identifiés.
- C'est sur la base de ces informations, tant macroscopiques que microscopiques, qu'une modélisation, basée sur les mécanismes physiques identifiés, est proposée. Cette dernière est ensuite comparée aux résultats disponibles et la pertinence des extrapolations que l'on peut ainsi obtenir est discutée.

Une telle démarche a été appliquée, d'une part à l'étude du comportement cyclique des aciers à 9-12%Cr (et plus particulièrement d'une nuance, le P91), et d'autre part à celle de l'endommagement et de la durée de vie de ces derniers. Ces deux faces d'une même pièce sont intrinsèquement liées, la connaissance du comportement cyclique étant indispensable à la prédiction des durées de vie. De ce fait, le présent mémoire de thèse se compose des parties suivantes :

- J'ai tout d'abord choisi de débiter ce rapport par une bibliographie générale. Cette

dernière, après avoir présenté les principales caractéristiques des matériaux étudiés, propose un bref panorama des phénomènes liés au comportement et à l'endommagement en fatigue et en fluage.

- Le second chapitre est, quant à lui, consacré au comportement cyclique des aciers à 9-12%Cr. Il débute sur une revue bibliographique des données disponibles dans la littérature, concernant le comportement macroscopique, mais aussi les évolutions microstructurales qui lui sont liées. Par la suite, les résultats des essais mécaniques de fatigue et de fatigue-fluage menés au sein du SRMA sont détaillés. Conformément à la méthodologie évoquée, le chapitre se poursuit par l'observation des évolutions microstructurales à l'origine du comportement macroscopique rapporté. Ces observations permettent d'identifier l'origine physique du comportement cyclique des aciers à 9-12%Cr, et amènent à formuler un modèle micromécanique de ce dernier. Les prédictions de ce modèle sont ensuite comparées aux données expérimentales et discutées.
- Le troisième et dernier chapitre est, pour sa part, dédié à l'endommagement et à la durée de vie en fatigue et fatigue-fluage des aciers à 9-12%Cr. A l'instar du précédent, il s'ouvre sur une revue bibliographique des données de durée de vie et des observations disponibles dans la littérature. Les durées de vie obtenues expérimentalement sont ensuite rapportées et étudiées. Des observations détaillées permettent, par la suite, d'identifier les principaux mécanismes d'endommagement mis en jeu en fonction des sollicitations appliquées. C'est sur cette base qu'un modèle de prédiction de durée de vie, fondé sur les interactions entre fatigue, fluage et oxydation, est proposé et identifié à l'aide d'essais complémentaires. Les estimations issues de ce modèle sont ensuite confrontées aux durées de vie mesurées expérimentalement et la validité des extrapolations résultantes est discutée.





# Chapitre 1

## Bibliographie générale

*Ce premier chapitre présente, après un court préambule soulignant ses objectifs, une revue bibliographique générale. La première partie s'attache à introduire la famille des aciers à 9-12%Cr par le biais de leur composition, de leur élaboration, de leurs propriétés mécaniques standard et de leurs principales caractéristiques microstructurales. La seconde partie sera, quant à elle, un diptyque présentant un panorama des phénomènes liés, d'une part à l'endommagement et d'autre part au comportement des matériaux métalliques sous sollicitations cycliques.*

## 1.1 Préambule.

Du fait de leur large utilisation dans le domaine de l'énergie (centrales électriques conventionnelles et bientôt nucléaires [Bloom et al., 2004, Swindeman et al., 2004, Ennis and Quadakkers, 2000, Holdsworth, 2001]) les aciers de la famille des 9-12%Cr sont étudiés depuis de nombreuses années. L'aventure des 9-12%Cr commence en 1912, en Allemagne, avec le développement de nuances à 12%Cr et 2 à 5%Mo par Krupp et Mannesmann afin d'obtenir une bonne résistance à la corrosion. Néanmoins les vrais débuts de ces aciers dans l'industrie énergétique [Briggs and Parker, 1965] devront attendre 1936, avec l'élaboration du T9 de composition 9%Cr1%Mo [Newell, 1936]. C'est à partir des années 50 que ces nuances connaissent un essor rapide, répondant ainsi aux besoins accrus en énergie d'une Europe convalescente. Etant essentiellement dédiées aux composants de l'industrie énergétique fonctionnant à haute température et sous une charge peu ou prou constante, ces nuances ont principalement été optimisées dans l'optique d'améliorer leurs propriétés en fluage (figure 1.1).

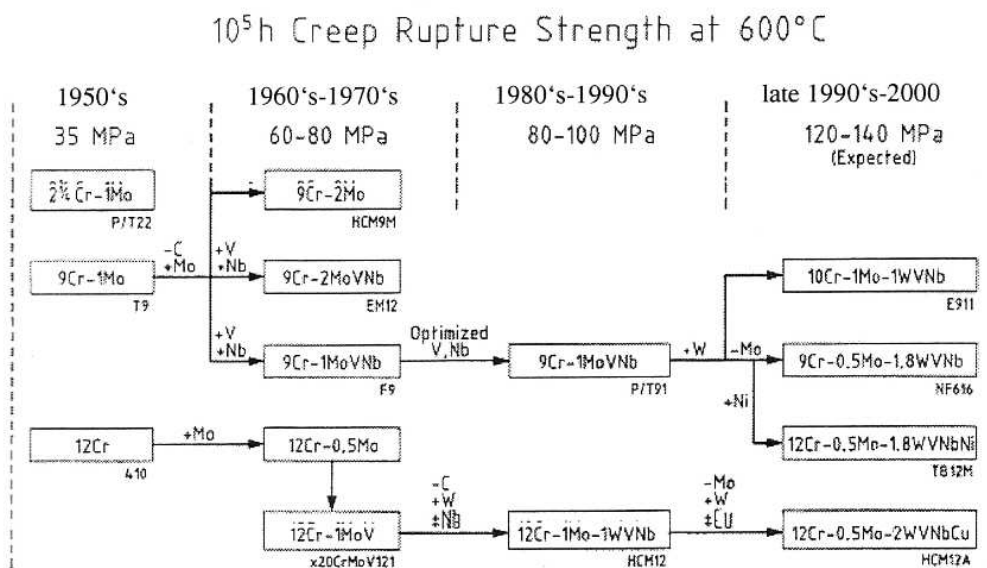


FIG. 1.1 : Evolution des compositions et de la résistance au fluage des aciers à 9-12%Cr [Masuyama and Yokoyama, 1995, Korcakova, 2002]

L'étude de la fatigue, quant à elle, remonte encore bien plus loin, puisque le terme "fatigue des métaux" apparaît dès 1853 [Morin, 1853, Braithwaite, 1854]. C'est à partir de cette date que l'étude "scientifique" et rationnelle des phénomènes de fatigue remplace les notions par trop anthropomorphiques des *maladies du fer* qu'évoquait Stendhal dans les *Mémoires d'un touriste* [Stendhal, 1838]. Les travaux de Whöler marquent en 1870 l'avènement de la fatigue au rang de discipline à part entière, essentielle pour le dimensionnement des pièces industrielles.

Ainsi, qu'il s'agisse des aciers à 9-12%Cr en particulier ou des sollicitations cycliques en général, leur longue histoire explique aisément la profusion et la richesse de la littérature qui leur est dédiée. Si à cela s'ajoutent l'étude des phénomènes liés aux hautes températures, aux propriétés en fluage ou encore à la multiplicité des environnements (air, vide, hélium, plomb/bismuth, vapeur d'eau,...) rencontrés en service, qui sont autant de thématiques abordées lors du présent travail de thèse, toute prétention d'exhaustivité bibliographique apparaît bien illusoire. De ce fait, j'ai pris le parti de présenter dans un premier temps, au sein de cette bibliographie générale, une vue globale des aciers de la famille des aciers à 9-12%Cr, introduisant ainsi leur composition, les méthodes d'élaboration, leurs principales caractéristiques microstructurales ainsi que quelques propriétés mécaniques usuelles. Dans un second temps je passerai en revue les principales notions liées aux sollicitations de fatigue et de fluage, tant en termes de comportement que d'endommagement. L'objectif de ce premier chapitre est donc de présenter, de manière évidemment modeste et parcellaire, les principales notions et les phénomènes usuels relatifs d'une part au matériau étudié et d'autre part aux sollicitations auxquelles il sera soumis. Une étude bibliographique détaillée, faisant le lien entre ces deux aspects en présentant les particularités liées au comportement et à l'endommagement des aciers de la famille des aciers à 9-12%Cr en fatigue et fatigue-fluage, sera proposée au début des chapitres 2 et 3.

## 1.2 Matériau.

### 1.2.1 Composition et traitements thermiques.

#### 1.2.1.1 Eléments d'alliage.

Comme nous l'avons vu en préambule, l'histoire des aciers à 9-12%Cr remonte au début du siècle dernier. Au fil du temps, la composition de ces aciers a beaucoup évolué afin de répondre aux exigences toujours accrues en termes de performances (figure 1.1). A l'heure actuelle, de nombreuses nuances sont étudiées de par le monde (P91, E911, P92, X20, Eurofer, Optifer, T122, HCM12, VM12, Save 12, ...) et diverses organisations (ECCC [Shibli, 2005], EPRI, COST, NIRM) rassemblent les principaux acteurs du domaine. Au sein de la présente étude, deux coulées d'un même matériau, répondant aux divers noms de P91, 9%Cr1%Mo modifié ou encore Z10CDVNb 9-1, ont été principalement étudiées. Leurs compositions ainsi que les spécifications RM2432 du code de design RCCMR [RCC-MR, 1993] sont reportées dans le tableau 1.1.

Même si cela reste très schématique, on peut souligner les principales raisons présidant à la sélection de ces teneurs en éléments [Korcakova, 2002, Gaffard, 2005] :

**Chrome** : entre 9 et 12% le chrome offre un bon compromis entre tenue au fluage et résistance à l'oxydation, tout en diminuant les risques de former de la ferrite  $\delta$  et en abaissant la température de formation de la martensite  $M_s$ . Cependant, plus sa teneur est élevée, plus le soudage de l'alliage devient problématique.

Element	Spécifications RCCMR	Tôle MARREL	Tôle USINOR
C	0.08/0.12	0.095	0.088
Mn	0.30/0.50	0.37	0.363
P	≤ 0.02	0.009	0.017
S	0.010	0.0019	0.001
Si	0.20/0.50	0.42	0.324
Cu	≤ 0.10	0.075	0.068
Ni	≤ 0.20	0.13	0.149
Cr	8.00/9.00	8.42	8.910
Mo	0.85-1.05	0.94	0.917
Al	≤ 0.40	0.024	0.18
Nb	0.06/0.10	0.072	0.080
V	0.18/0.25	0.195	0.198
N	0.03/0.07	0.057	0.041
Sn	-	0.007	0.005
Zr	-	≤ 0.003	0.001
Ti	-	≤ 0.003	0.002
As	-	0.015	0.0122
W	-	≤ 0.020	0.010
B	-	≤ 0.0005	0.0010
Sb	-	≤ 0.005	0.0006
O	-	0.0015	0.0018

**TAB. 1.1** : Composition en pourcentage massique des deux coulées de P91 étudiées [Framatome, 2002, Creusot-Marrel, 1986]

**Carbone** : maintenue à des niveaux compris entre 0.1 et 0.2%, la teneur en carbone reste suffisante pour former les carbures nécessaires à la tenue au fluage, tout en préservant la soudabilité de l'acier.

**Nickel** : abaisse  $M_s$  et la limite inférieure du domaine monophasé de l'austénite.

**Molybdène et tungstène** : contribuent tous deux au durcissement par solution solide de l'acier.

**Niobium** : permet la formation de carbures et de nitrures tous deux stables aux températures d'austénitisation, limitant ainsi le grossissement des grains  $\gamma$  et améliorant les propriétés en fluage.

**Vanadium** : permet de former des carbures et nitrures stables aux températures en service, contribuant ainsi à la tenue mécanique.

Les autres éléments sont présents soit au sein des précipités, soit en solution solide.

### 1.2.1.2 Elaboration et traitements thermiques.

Les nuances étudiées ont été élaborées au four électrique à l'arc, puis affinées en poche (vacuum arc degassing), et enfin coulées en coulée continue. La tôle MARREL étant finalement fournie en produit épais (300mm), alors que la tôle USINOR a été laminée jusqu'à une épaisseur de 30mm (taux de corroyage : 8). Les traitements thermiques classiquement appliqués aux aciers à 9-12%Cr consistent en une austénitisation, suivie d'une trempe à l'air puis d'un revenu. L'historique des traitements vus par les deux coulées est présenté dans le tableau 1.2.

Traitement	Tôle MARREL	Tôle USINOR
Austénitisation	1070°C/7h	1050°C/30min
Trempe	eau	air calme
Revenu	760°C/8h	780°C/1h

**TAB. 1.2** : Traitements thermiques des deux coulées de P91 étudiées [Tavassoli et al., 1992, Framatome, 2002]

**Austénitisation** : Brachet [Brachet, 1991] a montré que les limites du domaine austénitique monophasé pour cette nuance étaient approximativement de 900 et 1275°C, et que la croissance des grains d'austénite ne se produisait qu'au delà de 1100°C, les joints de grains étant stabilisés par la présence de carbonitrures de Nb.

**Trempe** : les aciers de la famille des aciers à 9-12%Cr sont dits auto-trempants, ce qui signifie que même lors d'une trempe à faible vitesse, l'ensemble de l'austénite se transforme en martensite [Brachet, 1991, Gaffard, 2005]. La microstructure après trempe est une martensite en lattes avec une forte densité de dislocations. Eggeler [Eggeler et al., 1987] montre qu'à ce stade, les carbures n'ont pas encore précipité et le matériau présente une dureté élevée ( $HV \approx 520$ ).

**Revenu** : un adoucissement rapide du matériau se produit lors du revenu (figure 1.2  $HV \approx 320$  après 10 minutes à  $750^\circ\text{C}$  [Eggeler et al., 1987] et les carbures sont déjà observables aux anciens joints de grains  $\gamma$ ). Par ailleurs, la densité de dislocations chute fortement et les contraintes internes se relâchent. Ceci se traduit par un élargissement des lattes [Guttmann, 1974] et la formation de sous-grains. Au cours du revenu, la martensite se transforme progressivement en ferrite. Le terme de "martensite revenue" désignant davantage l'histoire thermique du matériau que sa microstructure réelle [Eggeler and Dlouhy, 2005]. Pour certaines martensites très faiblement alliées [Guttmann, 1974], des observations in-situ ont mis en évidence des phénomènes de migration de joints de lattes, ainsi qu'une polygonisation des réseaux de dislocations.

Il est à noter que de faibles variations de la composition comme des traitements thermiques peuvent avoir de fortes conséquences sur la nature des précipités formés, la taille des grains, lattes et sous-grains ou encore sur les propriétés mécaniques. A titre d'exemple certaines études ont montré que l'on pouvait, par le biais de traitements thermiques adaptés, optimiser la microstructure obtenue vis à vis du phénomène de perméation par l'hydrogène [Parvathavarthini et al., 1999], et ainsi améliorer les propriétés en traction et en fatigue [Maday and Pilloni, 2005].

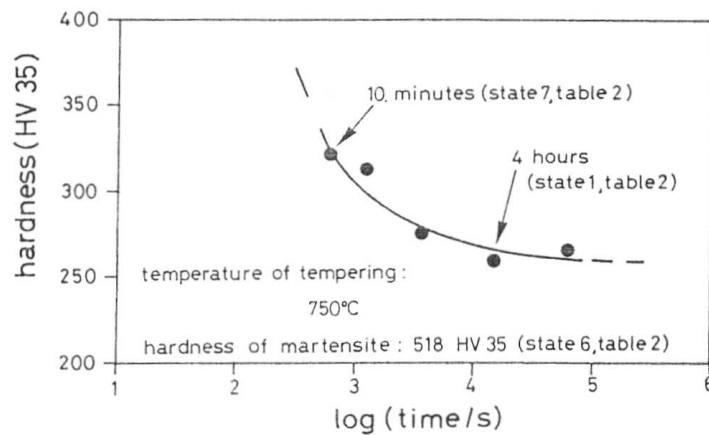


FIG. 1.2 : Evolution de la dureté d'un acier à 12%Cr en fonction de la durée du revenu [Eggeler et al., 1987].

## 1.2.2 Microstructure.

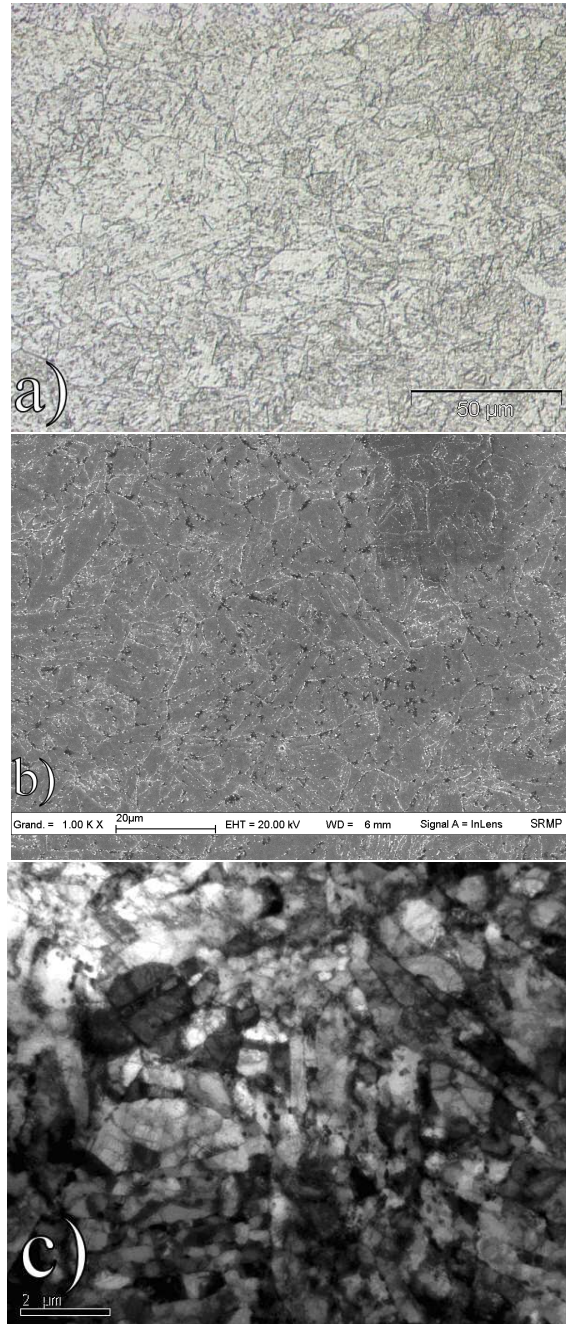
### 1.2.2.1 Dimensions caractéristiques.

Après revenu, le P91 possède une microstructure comportant plusieurs échelles imbriquées [Marder and Marder, 1969]. La figure 1.3 présente des observations menées

en microscopie optique, en microscopie électronique à balayage (MEB) et à transmission (MET) de la microstructure à l'état de réception. Cette microstructure pour le moins complexe est usuellement schématisée par la figure 1.4.

- L'échelle la plus large est celle des anciens grains austénitiques, formés lors du traitement de normalisation. Ces anciens grains  $\gamma$  ont des tailles typiquement comprises entre 10 et  $60\mu\text{m}$  [Eggeler and Dlouhy, 2005, Shankar et al., 2006, Abe et al., 1992, Bonade et al., 2004]. Comme le montre la figure 1.3, qu'il s'agisse d'observations optiques ou MEB, il reste très difficile d'observer, par simple attaque chimique, uniquement les anciens grains  $\gamma$ . L'utilisation de traitements thermiques spécifiques (austénitisation suivie d'une trempe interrompue et d'un maintien isotherme au dessus de  $M_s$  [Barcelo and Brachet, 1994, de Carlan and Guetaz, 2000]) permet d'empêcher la transformation martensitique et ainsi de révéler uniquement les anciens grains  $\gamma$  (figure 1.5). Cette technique a été appliquée afin de quantifier l'influence de la température d'austénitisation sur le diamètre moyen des grains  $\gamma$ . Comme on peut le constater sur la figure 1.6, la taille des grains austénitiques ne croît significativement en 30 minutes que pour des températures supérieures à  $1050^\circ\text{C}$ . Par ailleurs, des résultats sur un acier à 12%Cr [Dronhofer et al., 2003] montrent qu'à  $1050^\circ\text{C}$  il faut atteindre des durées d'austénitisation supérieures à 4h avant d'entraîner un grossissement significatif des anciens grains  $\gamma$ . Pour des temps d'austénitisation plus réduits, la distribution des tailles de grains est approximativement lognormale avec une valeur médiane de  $40\mu\text{m}$  (figure 1.7).
- Au sein de chaque ancien grain austénitique, se situent un ou plusieurs paquets de lattes. Un paquet étant composé d'un ensemble de blocs de lattes ayant le même plan  $\{111\}_\gamma$ .
- L'échelle inférieure est celle du bloc de lattes qui, avant revenu, est composé de lattes de martensite appartenant au même variant (i.e. ayant la même orientation cristallographique). Nous détaillerons plus loin cette notion de variants cristallographiques et la question de leur sélection. Plusieurs auteurs [Brachet, 1991, Guttman, 1974, de Carlan and Guetaz, 2000] indiquent que dans les aciers à 9-12%Cr, un bloc est généralement constitué de 5 à 10 lattes alignées et faiblement désorientées.
- Enfin, l'échelle la plus fine est, avant revenu, celle de la latte ou de l'aiguille de martensite [Kitahara et al., 2006, Dronhofer et al., 2003]. Guttman décrit de façon schématique, les lattes de martensite comme des parallélépipèdes rectangles aplatis ( $a \ll b < c$ ). Cependant, après revenu, comme il ne s'agit plus à proprement parler de martensite, mais bien de ferrite, il est plus approprié de parler de sous-grains ou encore de micro-grains [Pesicka et al., 2004], terme général désignant des zones microstructurales sub-microniques pouvant être fortement ou faiblement désorientées les unes par rapport aux autres. Les lattes après revenu peuvent alors être définies comme un alignement de micro-grains.

Comme nous le verrons par la suite, cette dernière échelle, celle des micro-grains, est primordiale à haute température, qu'il s'agisse de fluage ou de fatigue. De ce fait, le



**FIG. 1.3 :** Observations a) en microscopie optique, b) au MEB (après polissage et attaque Villela) et c) au MET de la microstructure à l'état de réception du P91.



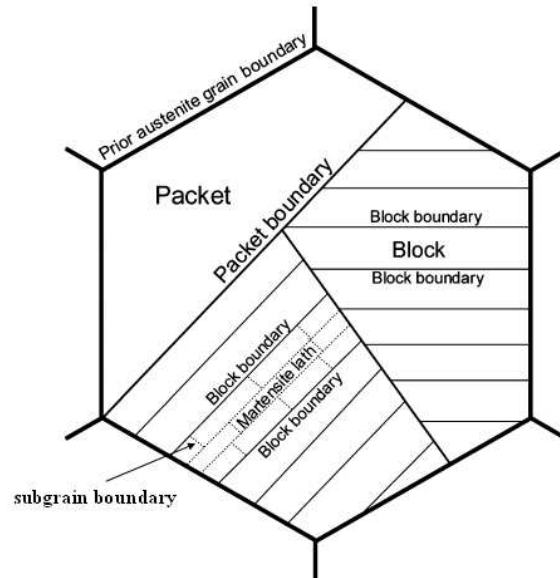


FIG. 1.4 : Schéma mettant en évidence les différentes échelles imbriquées au sein de la microstructure à l'état de réception du P91 [Kitahara et al., 2006].

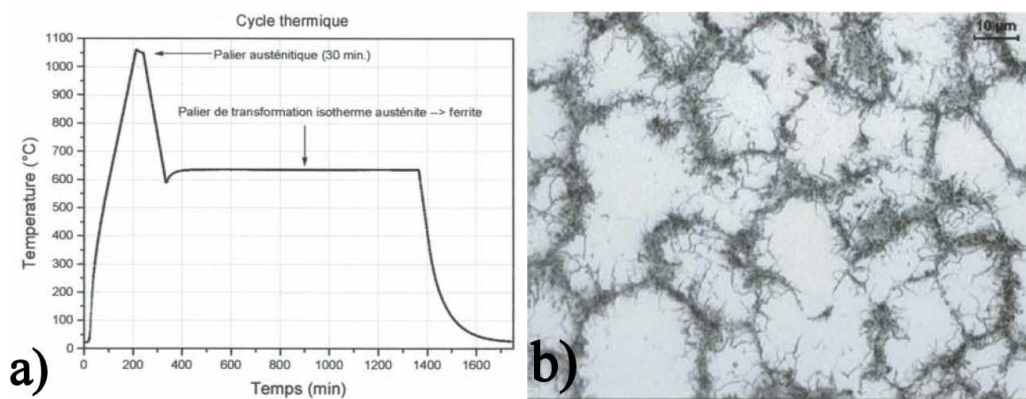


FIG. 1.5 : Exemple a) d'un cycle thermique utilisé pour visualiser les anciens joints de grains austénitiques et b) d'une métallographie montrant les joints ainsi révélés [de Carlan and Guetaz, 2000].

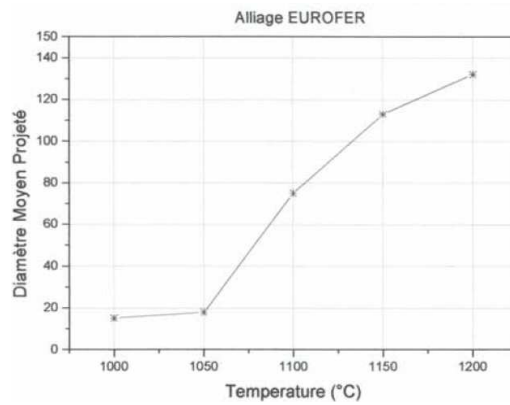


FIG. 1.6 : Influence de la température d'austénitisation (pendant 30min) sur la taille moyenne de l'ancien grain  $\gamma$  [de Carlan and Guetaz, 2000].

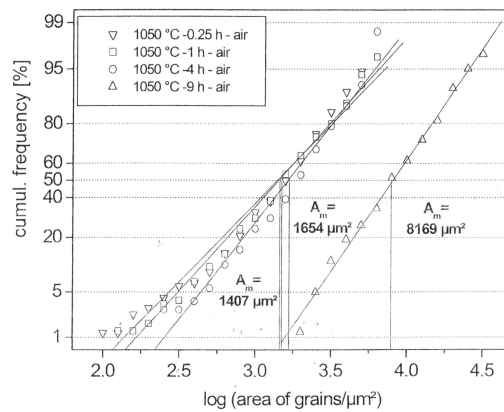
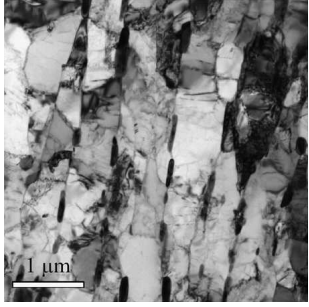

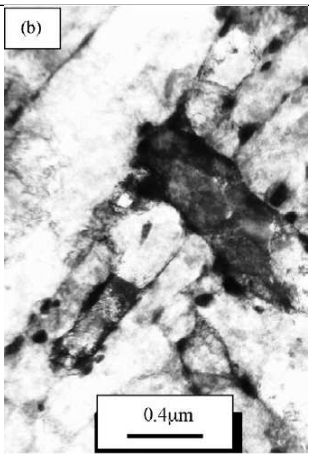
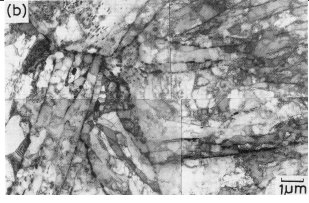
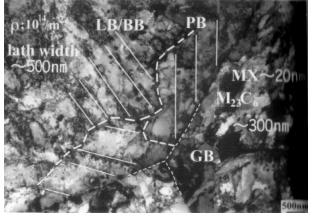
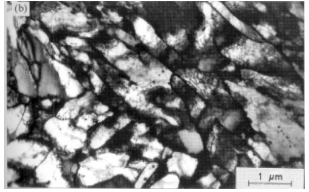


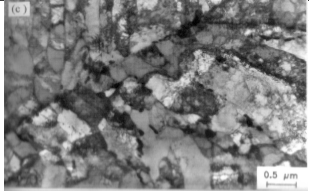
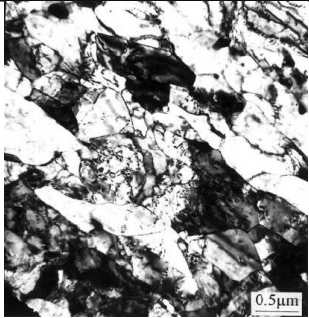
FIG. 1.7 : Influence de la durée d'austénitisation ( $T = 1050^\circ\text{C}$ ) sur la distribution des tailles d'anciens grains  $\gamma$  [Dronhofer et al., 2003].

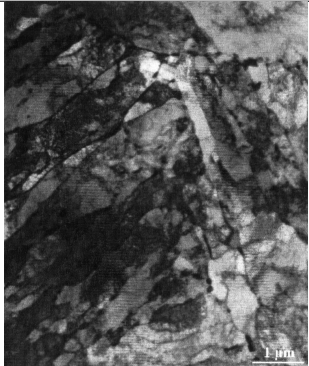
tableau 1.3 récapitule les valeurs des diamètres de micro-grains mesurés et disponibles dans la littérature.

Plusieurs études ont rapporté la nature lognormale de la distribution des tailles de micrograins [Dronhofer et al., 2003], sur laquelle la durée d'austénitisation ne semble pas avoir d'effet mesurable (figure 1.8). En ce qui concerne le traitement de revenu, aucune influence sur la distribution des tailles de micrograins n'est observée pour des températures inférieures à 650°C (figure 1.9). A l'inverse, pour des températures supérieures à 750°C, la durée du traitement de revenu modifie fortement le diamètre de ces micrograins comme le souligne la figure 1.10. Sur cette figure l'effet du fluage (à 650°C) est aussi rapporté ; ce dernier entraîne, par l'action combinée de la température et d'une sollicitation mécanique, un grossissement microstructural encore plus prononcé comme nous le détaillerons dans le second chapitre.

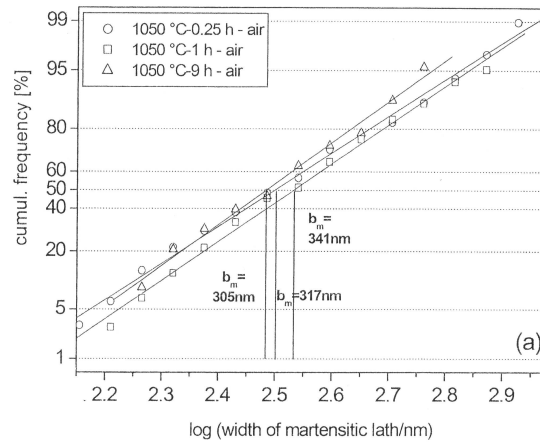
Références	Nuance	Traitements thermiques	taille ( $\mu\text{m}$ )	Observation
[Eggeler et al., 1987, Dronhofer et al., 2003, Pesicka et al., 2004, Eggeler and Dlouhy, 2005, Kostka et al., 2007]	X20CrMoV-12-1	1050°C (1h) 760°C (90min)	0.37	
[de Carlan and Guetaz, 2000]	Eurofer	980°C (30min) 760°C (90min)	0.2-0.5	
[Shankar et al., 2006]	P91	1040°C (1h) 760°C (1h)	0.3	(b) 
<i>A suivre...</i>				

Références	Nuance	Traitements thermiques	taille ( $\mu\text{m}$ )	Observation
(suite)	(suite)	(suite)	(suite)	(suite)
[Abe et al., 1992]	9Cr-2W	950°C (1h) 750°C (1h)	0.5	
[Igarashi et al., 2000]	P91	NC	0.5	
[Ennis et al., 2000, Ennis and Quadackers, 2000, Ennis and Czyska-Filemonowicz, 2002]	P92	970°C (2h) 775°C (2h)	0.38	
		1070°C (2h) 715°C (2h)	0.37	
		1070°C (2h) 775°C (2h)	0.42	
		1070°C (2h) 835°C (2h)	0.50	
		1145°C (2h) 775°C (2h)	0.58	
A suivre...				

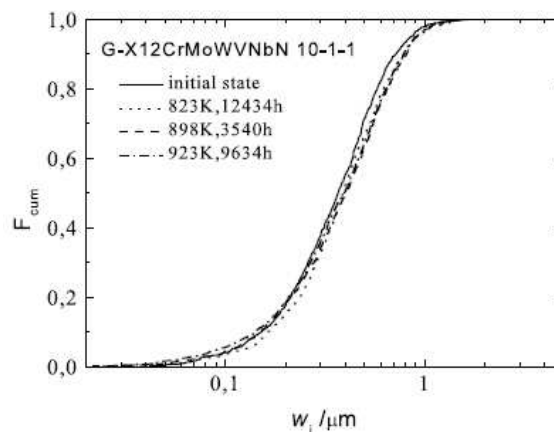
Références	Nuance	Traitements thermiques	taille ( $\mu\text{m}$ )	Observation
<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>
[Ennis et al., 2000, Ennis and Quadackers, 2000, Ennis and Czyska-Filemonowicz, 2002]	E911	1050°C (1h) 750°C (1h)	0.5	
[Cerri et al., 1998]	T91	1040°C (15min) 750°C (1h)	0.41	
[Dubey et al., 2005]	X12CrMoWVNb N-10-1-1	1050°C (7h) 570°C (10h) 690°C (10h)	0.25	NC
		1070°C (12h) 730°C (10h) 730°C (10h)	0.41	NC
<i>A suivre...</i>				

Références	Nuance	Traitements thermiques	taille ( $\mu\text{m}$ )	Observation
<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>
[Korcakova, 2002]	P92	1065°C (2h) 770°C (2h)	0.32	

TAB. 1.3: Comparaison des tailles de sous-grains sur différentes nuances d'aciers à 9-12%Cr. NC : non communiqué.



**FIG. 1.8 :** Influence de la durée d'austénitisation ( $T = 1050^{\circ}\text{C}$ ) sur la distribution des tailles des micrograins [Dronhofer et al., 2003].



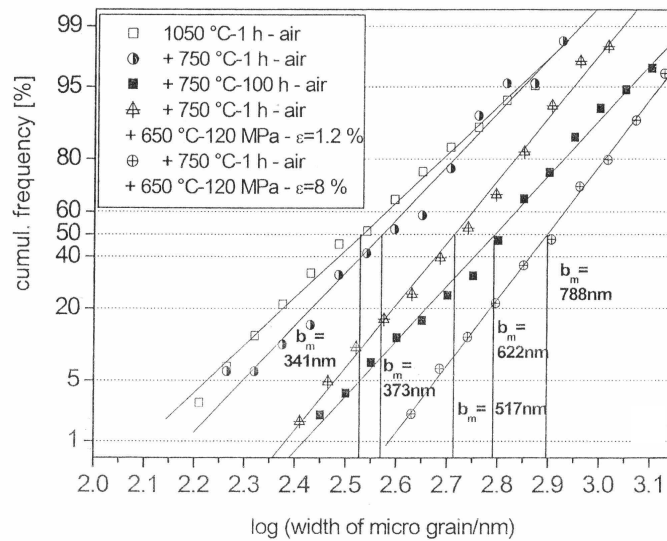
**FIG. 1.9 :** Influence d'un traitement de revenu à basse température ( $T \leq 650^{\circ}\text{C}$ ) sur la distribution des tailles des micrograins [Qin et al., 2003].

Par ailleurs, l'influence des précipités de niobium (stables aux températures d'austénitisation) sur la finesse du grain  $\gamma$ , ainsi que celle de l'épaisseur du produit sur la vitesse de refroidissement sont illustrées dans [Choudhary et al., 1999]. En effet, dans le cas d'épais tubes forgés (diamètre : 1m et épaisseur : 300mm), sur une nuance de 9%Cr-1%Mo sans ajout de niobium ou vanadium, la taille d'ex-grain austénitique tourne autour de  $120\mu\text{m}$  et on observe la présence de près de 2% de ferrite proeutectoïde liée à la très faible vitesse de refroidissement résultant de la forte épaisseur du produit.

### 1.2.2.2 Nature des interfaces et relations d'orientations.

Pour de faibles teneurs en carbone, typiquement en dessous de 0.2% en masse (figure 1.11), la martensite peut être considérée comme cubique centrée et non tétragonale. En





**FIG. 1.10 :** Influence de la durée de revenu ( $T = 750^\circ\text{C}$ ) sur la distribution des tailles des micrograins [Dronhofer et al., 2003]. Cette figure présente aussi l'effet du fluage qui sera discuté au chapitre suivant.

outre, il existe des relations simples entre la maille austénitique (la phase "mère") et la maille martensitique (la phase "fille"). Deux principaux types de relations, basées à la fois sur des mesures expérimentales et sur des considérations thermodynamiques ont été avancées. Il s'agit des relations de Kurdjumov-Sachs (KS) [Kurdjumov and Sachs, 1930] (relations 1.1) et de Nishiyama-Wasserman (NW) [Nishiyama, 1971] (relations 1.2). Ainsi, à partir d'une orientation du grain austénitique, la relation KS prédit la croissance possible de 24 variants martensitiques lors du refroidissement, alors que la relation NW n'en prévoit que 12. La figure 1.12 illustre ces relations entre le réseau austénitique et martensitique. Néanmoins, plusieurs études [Barcelo, 2003, Gourgues et al., 2000, Morito et al., 2003] par EBSD et MET évoquent le fait que ni NW ni KS ne sont capables de décrire la totalité des désorientations mesurées. Très récemment une distribution d'orientations basée à la fois sur NW et KS a été proposée [Sonderregger et al., 2006] de façon pragmatique, mais sans justification théorique évidente (figure 1.13). Nous avons vu qu'il n'était pas aisé, en métallographie classique, de mettre en évidence les joints entre anciens grains austénitiques. Toutefois, l'utilisation de ces relations d'orientations entre variants a récemment permis, à l'aide d'algorithmes élégants, de reconstruire ces anciens grains austénitiques à partir de mesures EBSD [Cayron et al., 2006].

$$\begin{aligned} (111)_\gamma // (011)_\alpha \\ [0\bar{1}1]_\gamma // [1\bar{1}1]_\alpha \end{aligned} \quad (1.1)$$

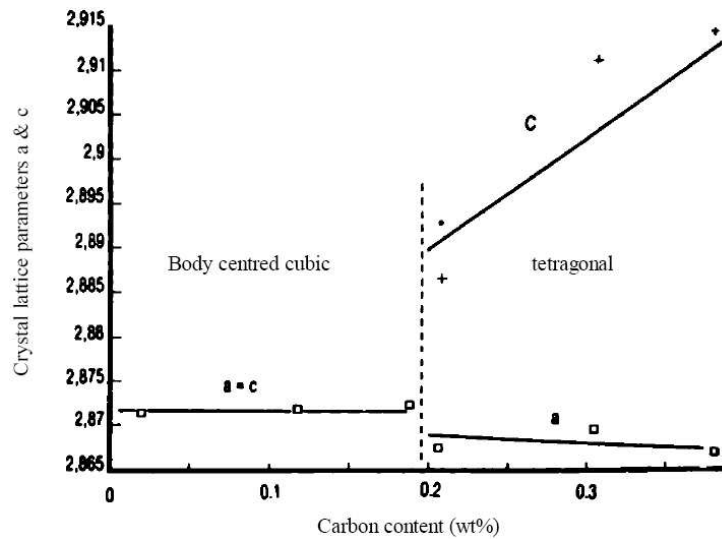


FIG. 1.11 : Evolution des paramètres de maille de la martensite en fonction de la teneur en carbone [Gaffard, 2005].

$$\begin{aligned} (111)_\gamma // (011)_\alpha \\ [\bar{1}\bar{1}2]_\gamma // [0\bar{1}1]_\alpha \end{aligned} \quad (1.2)$$

Les différentes échelles présentent donc des relations d'orientation différentes.

- Les aciers à 9-12%Cr ne sont, de manière générale, pas texturés, ce qui signifie que la désorientation entre deux points pris aléatoirement au sein du matériau est parfaitement aléatoire et suit donc la distribution établie par Mac Kenzie [Randle and Engler, 2000] pour le réseau cubique centré. Ceci provient du fait que les anciens grains  $\gamma$  sont le résultat de la migration puis de la stabilisation d'interfaces incohérentes pendant le traitement de mise en solution. Quand l'acier est trempé, des lattes de martensite germent de part et d'autre de ces joints, mais ne les traversent jamais [Guttmann, 1974].
- Ainsi, les désorientations entre paquets de lattes sont, elles aussi, aléatoires. En effet, elles sont constituées d'une part des anciens joints austénitiques et d'autre part de la rencontre de lattes de martensite croissant dans les différents plans  $\{111\}_\gamma$ . La croissance des lattes étant rapide, leur rencontre est assez violente et le joint formé doit absorber une quantité de déformation non négligeable, expliquant son caractère aléatoire et généralement sinueux (figure 1.14).
- Un paquet de lattes est composé de lattes parallèles, accolées le long du même plan  $(111)_\gamma$ . Dans ce paquet, les lattes pourront avoir 6 orientations cristallographiques différentes correspondant aux 6 possibilités d'associer chacune des 2 directions  $[1\bar{1}1]_\alpha$  et  $[\bar{1}1\bar{1}]_\alpha$  du plan d'accrolement  $(011)_\alpha$  à chacune des 3 directions  $[0\bar{1}1]_\gamma$ ,  $[1\bar{1}0]_\gamma$  et  $[10\bar{1}]_\gamma$  du plan  $(111)_\gamma$ . Ces 6 variants se déduisent les uns des autres par une rotation autour de la normale  $[011]_\alpha$ . Deux lattes d'un même paquet

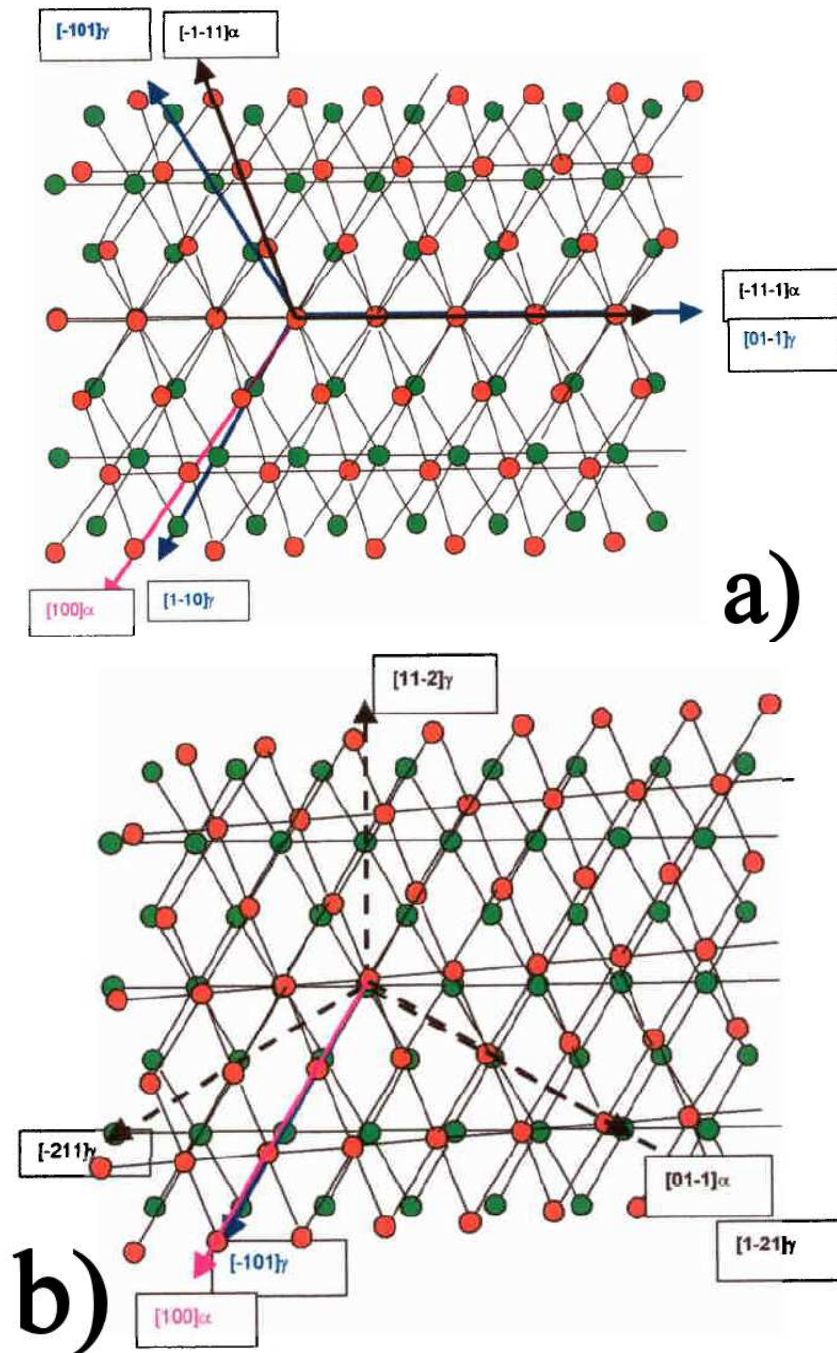
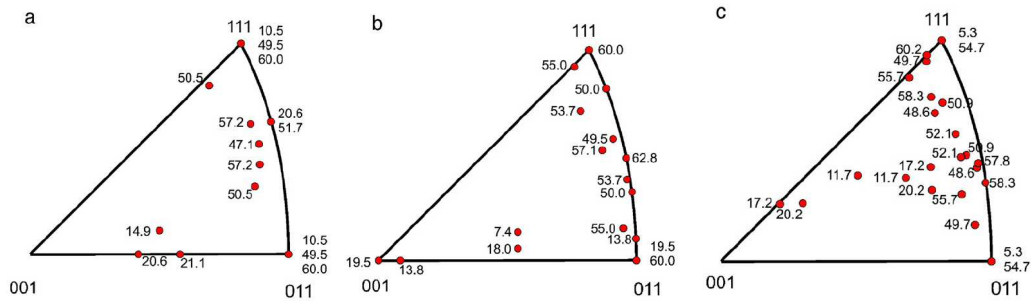


FIG. 1.12 : Superposition des réseaux austénitiques et martensitiques prédite par la relation a) de Kurdjumov-Sachs et b) de Nishiyama-Wassermann [Barcelo, 2003].

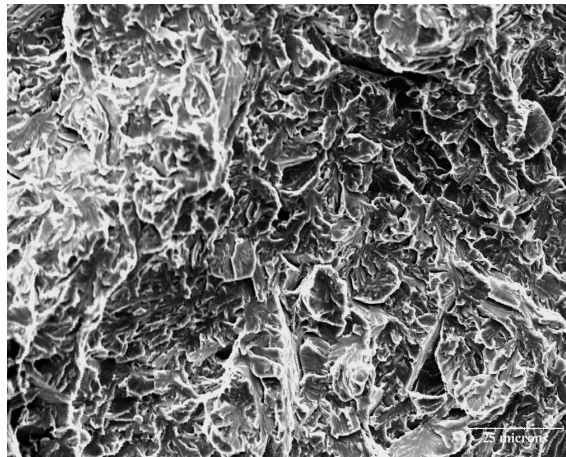


**FIG. 1.13 :** Projection stéréographique des distributions d'orientations a) de Kurdjumov-Sachs, b) de Nishiyama-Wassermann et c) mixte [Sonderegger et al., 2006].

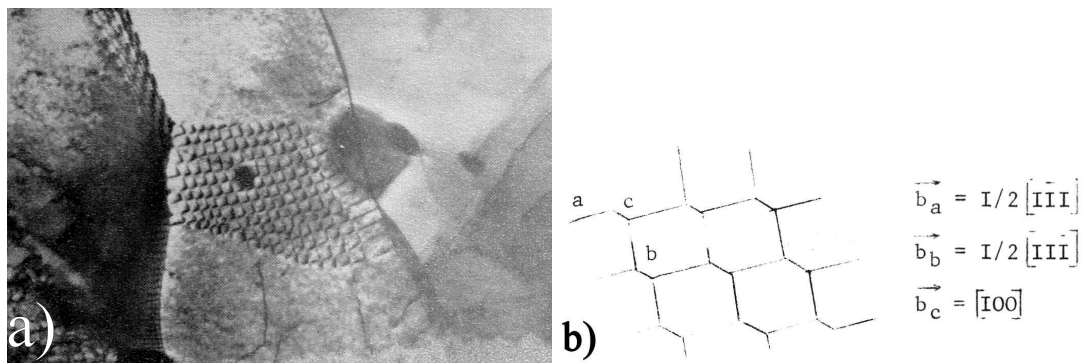
peuvent donc, soit avoir la même orientation, soit former l'un des 15 couples possibles entre les 6 variants existants. Chaque bloc de lattes est donc désorienté par rapport aux autres, soit de manière aléatoire (deux blocs appartenant à des paquets différents), soit de l'un des dix angles prévus par la relation de Kurdjumov-Sachs, ou d'un des 5 prévus par celle de Nishiyama-Wassermann (figure 1.13.a et .b)). Si l'on peut raisonnablement supposer que la germination de l'ensemble des variants est équiprobable, il a été observé que, pour des tailles réduites d'anciens grains austénitiques, une sélection s'opérait parmi ces variants et que seuls certains d'entre eux étaient présents dans chaque ex-grain  $\gamma$  [Barcelo, 2003, Morito et al., 2003].

- Au sein d'un bloc, les lattes, ou plutôt les micro-grains (la structure n'étant, après revenu, plus martensitique, il convient de ne plus évoquer des lattes [Eggeler and Dlouhy, 2005]), sont donc très faiblement désorientés (moins de  $10.5^\circ$  qui est l'angle le plus faible prédit pour des désorientations interblocs). Les sous-joints qui les délimitent peuvent aisément être considérés comme des parois de dislocations [de Carlan and Guetaz, 2000, Guttman, 1974]. Ces parois de faible désorientation peuvent être composées d'une ou de plusieurs familles de dislocations, on parle alors de structure en nid d'abeille [Gieseke et al., 1993, Guttman, 1974] (figure 1.15). De très faibles désorientations ont été mesurées entre ces sous-grains, certains auteurs [Pesicka et al., 2004] distinguant même, à la limite des résolutions angulaires disponibles sur les dispositifs expérimentaux, les joints désorientés de  $2^\circ$  à  $5^\circ$  de ceux désorientés de moins de  $1^\circ$ . Seul le couplage entre des mesures d'orientation cristallographique et des observations morphologiques permettent d'assurer l'existence de ces parois.

Au final, une étude récente [Dronhofer et al., 2003] estime que sur l'ensemble des joints de la microstructure, 60% correspondent à des joints entre sous-grains (trempe+revenu), 35% correspondent à des joints entre blocs de lattes (formés durant la transformation martensitique) et les 5% restant sont des joints aléatoires délimitant les anciens grains austénitiques et les paquets de lattes. Par ailleurs il a été observé que la durée de revenu modifiait peu les joints désorientés de plus de  $2^\circ$  [Sonderegger et al., 2006].



**FIG. 1.14 :** Faciès de rupture fragile donnant un aperçu de la complexité de la microstructure du P91 et de la sinuosité des joints entre paquets de lattes.



**FIG. 1.15 :** a) Observation au MET d'une paroi en nid d'abeille séparant deux sous-grains composée de deux familles de dislocations et b) schéma correspondant [Guttman, 1974].

### 1.2.2.3 Précipités et inclusions.

La fraction volumique des inclusions au sein des aciers à 9-12%Cr est généralement considérée comme très faible (inférieure à  $5.10^{-4}$  d'après [Zhang et al., 2000]) ce qui explique pourquoi si peu d'études leur sont dédiées dans la littérature. Nous avons cependant pu en observer lors de la présente étude. La figure 1.16 présente une observation au MEB d'une telle inclusion ainsi que deux spectres EDS mesurés sur différentes inclusions. Les principaux éléments composant ces inclusions sont Mn, Al, Si, Cu, O, Nb, Mg.

L'une des caractéristiques les plus importantes pour leur tenue mécanique est aussi une de celle qui a le plus évolué au fil des ans avec les modifications de nuances. Il s'agit de l'état de précipitation des aciers à 9%Cr-1%Mo (cf figure 1.1). Nous avons déjà évoqué le rôle primordial des précipités de Nb dans le contrôle de la taille de l'ancien grain austénitique. Cependant les aciers qui nous intéressent contiennent d'autres types de précipités, dont nous détaillerons le rôle ci-dessous. Commençons par caractériser la nature de ces précipités, leur position dans la microstructure, leur taille, ainsi que les réactions thermochimiques menant à leur apparition.

**1.2.2.3.1 Nature des précipités.** La composition chimique des précipités dépend fortement des éléments d'addition présents dans l'alliage et des traitements thermiques appliqués [Götz and Blum, 2003, Brachet, 1991]. De manière générale, on peut dire que le P91 présente trois principales populations de précipités à l'état revenu. Tout d'abord des précipités riches en chrome et de type  $M_{23}C_6$ . En outre, il existe des précipités de type  $MX$  riches, soit en vanadium, soit en niobium [Gieseke et al., 1993, Kimura et al., 2000]. Des analyses EDS [Gieseke et al., 1993] ont permis de déterminer que 85 à 90% des précipités étaient de type  $M_{23}C_6$ , 10 à 13% de type  $VC$  ou  $VN$ , et seulement 1 à 2 % de type  $NbC$  ou  $NbN$ . Les principales caractéristiques cristallographiques de ces précipités sont données dans le tableau 1.4. Des spectres EDS obtenus sur d'autres nuances d'aciers à 9%Cr sont présentés dans les références suivantes : [Furtado et al., 2007, Kaneko et al., 2004, Parvathavarthini et al., 1999]. Par ailleurs l'influence des traitements thermiques sur l'état de précipitation d'un P91 peut être illustrée par le tableau 1.5. La figure 1.17 illustre, quant à elle, pour un acier à 12%Cr contenant divers précipités ( $M_3C$  et  $M_7C_3$ ) l'influence du vieillissement sur la composition des carbures situés aux différents joints de la microstructure.

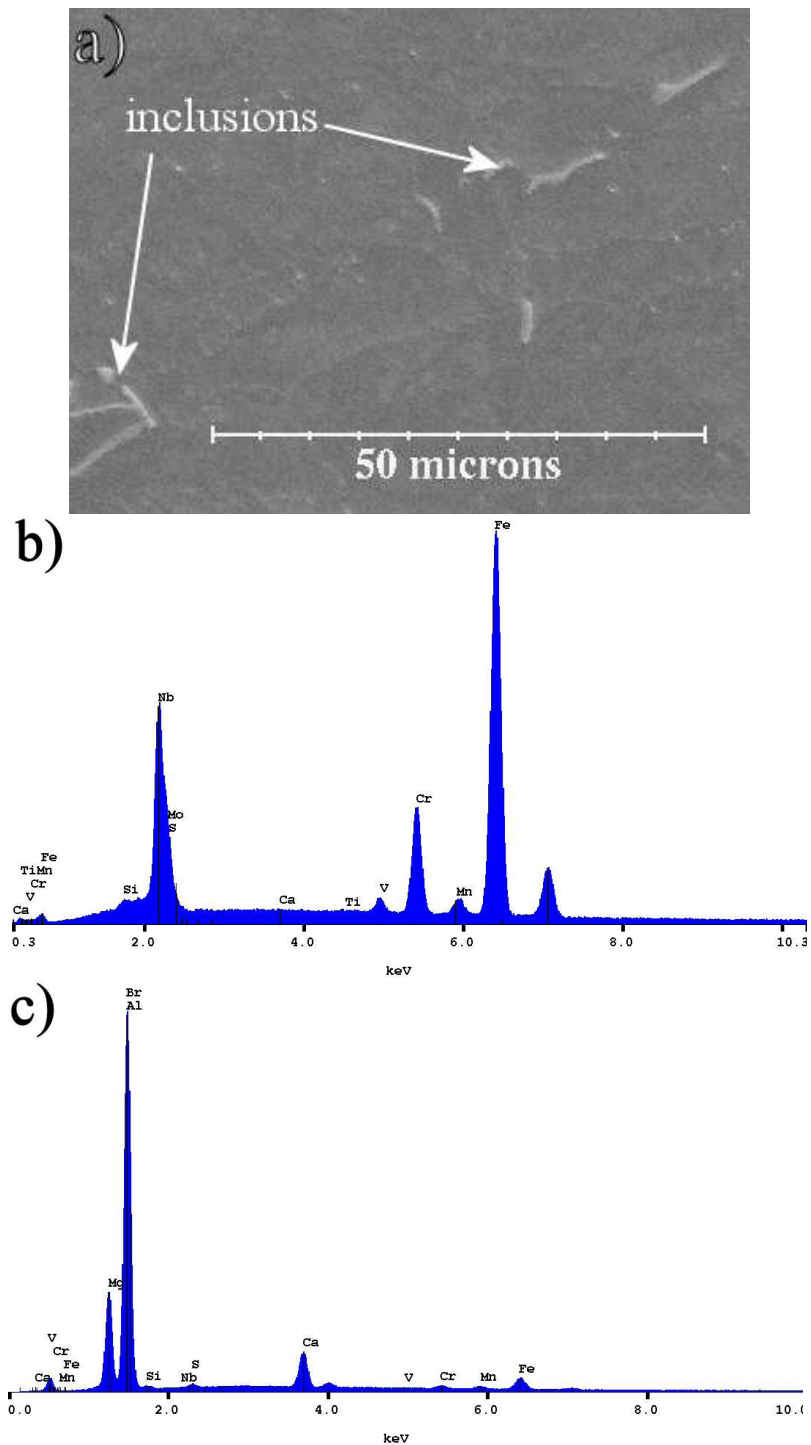
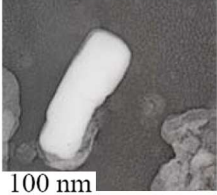
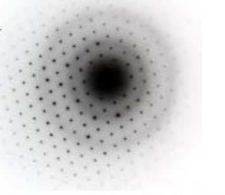
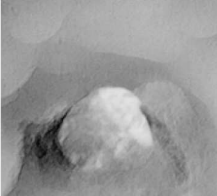
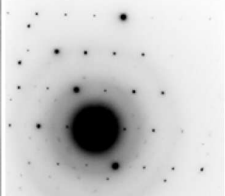

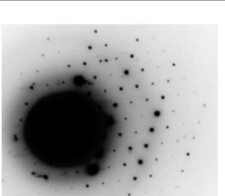
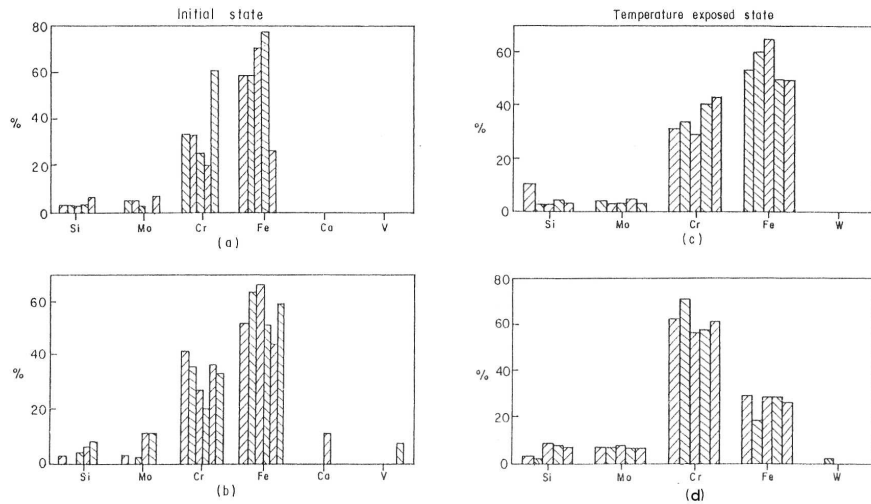


FIG. 1.16 : a) Observation au MEB d'inclusions présentes dans le P91, b) et c) deux spectres EDS illustrant les compositions de telles inclusions.

Type	Observations	maille	paramètre de maille (nm)	Cr (wt%)	Fe (wt%)	Mo (wt%)	Nb (wt%)	V (wt%)	Si (wt%)
$M_{23}C_6$	  (Zone axis [110])	cfc	1.05-1.15	54-65	28-32	7-10	0-2	0-2	2-4
$V(C,N)$	  (Zone axis [111])	cfc	0.4-0.5	8-10	0-1	0-1	10-15	70-80	0-1
$Nb(C,N)$	  (Zone axis [110])	cfc	0.4-0.5	5-10	2-5	10-15	55-65	10-15	0-1

**TAB. 1.4 :** Composition et cristallographie des précipités observables après revenu sur le P91 [Gaffard, 2005]. Pour un P92 (voir traitements thermiques dans le tableau 1.3) la composition des  $M_{23}C_6$  est légèrement différente [Ennis et al., 2000] : Fe(25.1), Cr(56.7), Mo(1.7), W(10.4), V(2.0).





**FIG. 1.17 :** Composition des précipités observés sur un acier à 12%Cr (voir composition et traitements thermiques dans le tableau 1.6) à l'état de réception (a : le long des joints entre ex grains  $\gamma$  et b : le long des autres joints de la microstructure) et après vieillissement (109000h à 600°C, c : le long des joints entre ex grains  $\gamma$  et d : le long des autres joints de la microstructure) [Eggeler, 1989].

**1.2.2.3.2 Dimension des précipités.** De manière générale les précipités de type  $M_{23}C_6$  sont des précipités de grande taille (diamètre  $\approx 100\text{nm}$ ), alors que les précipités de type  $MX$  sont de taille plus modeste (diamètre  $\approx 30 - 40\text{nm}$ ). Plusieurs études proposent des distributions de tailles de précipités à l'état revenu et après sollicitation à haute température (tableau 1.6). En effet, l'évolution de ces diamètres conditionne directement le comportement mécanique, puisque les particules jouent le rôle d'obstacle au mouvement des dislocations (mobiles ou au sein des sous-joints : figure 1.18). Il est ainsi possible d'estimer l'effet des précipités sur la résistance au fluage [Korcakova, 2002] en calculant la contrainte nécessaire à leur franchissement par contournement (selon le mécanisme d'Orowan) :

$$\sigma_{\text{Orowan}} = M \frac{\mu b}{l} \quad (1.3)$$

où  $M$  est le facteur de Taylor,  $\mu$  le module de cisaillement,  $b$  la norme du vecteur de Burgers et  $l$  la distance interparticules. Cette dernière s'exprime en fonction du diamètre moyen de ces particules  $d$  et de leur densité  $N_v$  (nombre de particules par unité de volume) :

$$l = \frac{1}{2} (N_v \times d)^{-\frac{1}{2}} - d \sqrt{\frac{2}{3}} \quad (1.4)$$

L'effet des précipités de type  $MX$  et  $M_{23}C_6$  sur la tenue au fluage de longue durée à 600°C a notamment été estimé pour du P92 [Hald, 1998, Hald, 2001, Dimmler et al.,

Table II. Carbide Phases Formed in Modified 9Cr-1Mo Steel

1. <i>Water-Quenched Condition:</i> Nb(C, N)	equiaxed particles, probably residual from incomplete solution during austenitization; size: 0.1 to 0.5 $\mu\text{m}$ ; small V content.	
2. <i>Air-Cooled- (Normalized) Condition:</i> Nb(C, N)	equiaxed particles, similar to those observed in water-quenched condition	
3. <i>Air-Cooled and Tempered at 760 °C:</i> $t = 16 \text{ min}$	Cr-rich, $(\text{Cr, Fe})_2\text{C}$ VC (or $\text{V}_4\text{C}_3$ ) Cr-rich, $(\text{Cr, Fe, Mo})_{23}\text{C}_6$	size: $<0.01 \mu\text{m}$ size: $\sim 0.01 \mu\text{m}$ size: $\sim 0.1 \times 0.2 \mu\text{m}$ Cr/Fe ratio $\sim 1.5$
$t = 31 \text{ min}$	VC Cr-rich, $(\text{Cr-Fe-Mo})_{23}\text{C}_6$	size: $\sim 0.01 \times 0.04 \mu\text{m}$ size: $\sim 0.25 \times 0.5 \mu\text{m}$ Cr/Fe ratio $\sim 1.9$
$t = 61 \text{ min}$	VC (slight growth compared to 31 min) Cr-rich, $(\text{Cr-Fe-Mo})_{23}\text{C}_6$	size: $\sim 0.05 \times 0.3 \mu\text{m}$ size: $>0.25 \times 0.5 \mu\text{m}$ Cr/Fe ratio $\sim 1.9$
4. <i>Air-Cooled and Tempered at 700 °C:</i> $t = 61 \text{ min}$	Cr-rich, $\text{Cr}_2\text{C}$ Cr-rich, $(\text{Cr-Fe-Mo})_{23}\text{C}_6$	size: $\sim 0.04 \text{ to } 0.1 \mu\text{m}$ (Tr. Fe detected in some particles) Size: $\sim 0.1 \mu\text{m}$ Cr/Fe ratio $\sim 1.8$
5. <i>Air-Cooled and Tempered at 650 °C:</i> $t = 61 \text{ min}$	Cr-rich, $\text{Cr}_2\text{C}$ (same as 700 °C, but no Fe detected) Cr-rich, $(\text{Cr-Fe-Mo})_{23}\text{C}_6$	size: $\sim 0.04 \text{ to } 0.1 \mu\text{m}$ size: $\sim 0.03 \text{ to } 0.1 \mu\text{m}$ Cr/Fe ratio $\sim 2.1$

TAB. 1.5 : Influence des traitements thermiques sur l'état de précipitation du P91 [Jones et al., 1991].

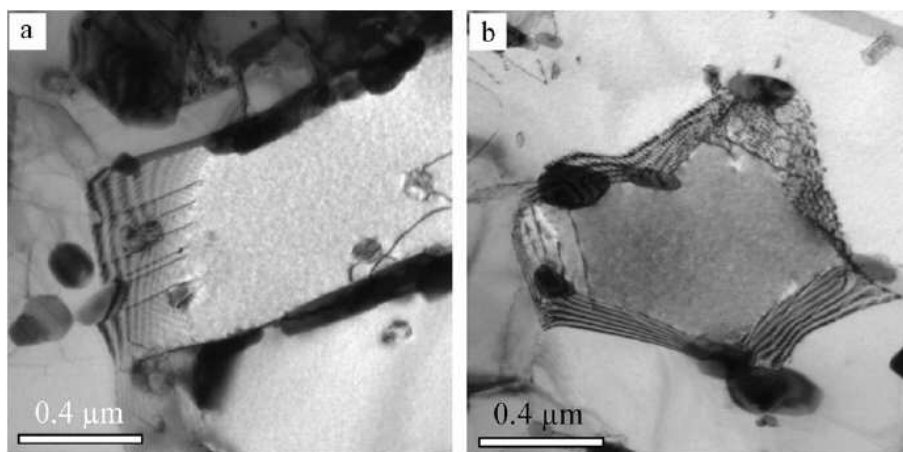


FIG. 1.18 : Illustration de l'effet durcissant des précipités sur les dislocations mobiles et les sous-joints ("piégeage") [Kostka et al., 2007].

2005] à l'aide des formules 1.3 et 1.4.

Références	Nuance	Traitements thermiques	diamètre (nm)
[Eggeler et al., 1987]	X20CrMoV-12-1	1050°C (1h) 750°C (90min)	$\bar{d} = 137$
[Eggeler, 1989]	X22CrMoV-12-1	1050°C (30min) 730°C (2h)	80 < $d$ < 150 : SJG 130 < $d$ < 310 : JG $\gamma$
[Jemian et al., 1991]	P91	1037°C (1h) 760°C (1h)	$\bar{d} = 134$
[Abe et al., 1992]	9Cr-2W	950°C (1h) 750°C (1h)	$d \leq 100$
[Kaneko et al., 2004]	9Cr 1Mo 0.4Si 0.4Mn 0.25V	1200°C / 750°C (15min)	$M_{23}C_6$ : 50 < $d$ < 200 : JG $\gamma$ $M_{23}C_6$ : 50 < $d$ < 100 : SJG $MX$ : 5 < $d$ < 10
[Gieseke et al., 1993]	P91	1040°C (1h) 760°C	$M_{23}C_6$ : $\bar{d} > 350$ : JG $\gamma$ $M_{23}C_6$ : $\bar{d} < 150$ : SJG $MX$ : 17 < $d$ < 60
[Götz and Blum, 2003]	X12CrMoWVNbN-10-1-1	1070°C (12h) 730°C (12h) 730°C (10h)	$VN$ : $\bar{d} = 54$
		1050°C (7h) 570°C (10.25h) 690°C (10h)	$VN$ : $\bar{d} = 39$
[Jones et al., 1991]	P91	voir tableau 1.5	
[Igarashi et al., 2000]	P92	1070°C (2h) 775°C (2h)	$MX$ : $\bar{d} = 20$ $M_{23}C_6$ : $\bar{d} = 90$
[Cerri et al., 1998]	T91	1050°C (1h) 750°C (1h)	$M_{23}C_6$ : $\bar{d} = 79$
<i>A suivre...</i>			

Références	Nuance	Traitements thermiques	diamètre (nm)
<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>
[Ennis et al., 2000, Ennis and Quadakkers, 2000, Ennis and Czyska-Filemonowicz, 2002]	P92	1070°C (2h) 715°C (2h)	$M_{23}C_6 : 56 \leq \bar{d} \leq 88$ $MX : \bar{d} = 14$
		1070°C (2h) 775°C (2h)	$M_{23}C_6 : 76 \leq \bar{d} \leq 102$ $MX : \bar{d} = 16$
		1070°C (2h) 835°C (2h)	$M_{23}C_6 : 70 \leq \bar{d} \leq 94$ $MX : \bar{d} = 16$
		1145°C (2h) 775°C (2h)	$M_{23}C_6 : 50 \leq \bar{d} \leq 86$ $MX : \bar{d} = 16$

TAB. 1.6: Diamètres moyens des précipités sur différentes nuances d'aciers à 9-12%Cr. SJG et JG $\gamma$  désignent respectivement les précipités situés le long des sous-joints et des joints entre ex grains  $\gamma$ .

On remarque dans le tableau 1.6 que les dimensions des précipités varient fortement en fonction de la nuance et des traitements thermiques. Par ailleurs, les études distinguant les précipités situés aux joints entre ex-grains  $\gamma$  de ceux situés le long des autres joints de la microstructure mettent en évidence une taille des  $M_{23}C_6$  nettement supérieure le long du premier type de joints. Ces derniers étant généralement plus désorientés que les joints entre lattes et sous-grains, ils sont aussi plus "désordonnés", la diffusion des éléments d'alliage y est donc plus rapide, ce qui peut expliquer cette différence de diamètre. La croissance des précipités y est certainement plus facile ainsi que probablement leur germination. La distribution des tailles de précipités est rapportée par plusieurs auteurs [Cerri et al., 1998, Götz and Blum, 2003] (figure 1.19) comme étant "d'allure" lognormale. Eggele [Eggeler, 1989] distingue la distribution des particules situées le long des joints entre ex-grains  $\gamma$  de celles situées le long des autres joints de la microstructure (figure 1.20). Mais la nature bimodale (une population de "petits" ( $MX$ ) et de "gros" ( $M_{23}C_6$ ) précipités) de la population totale des précipités est mise en évidence par la distribution des fractions volumiques [Jemian et al., 1991] (figure 1.21).

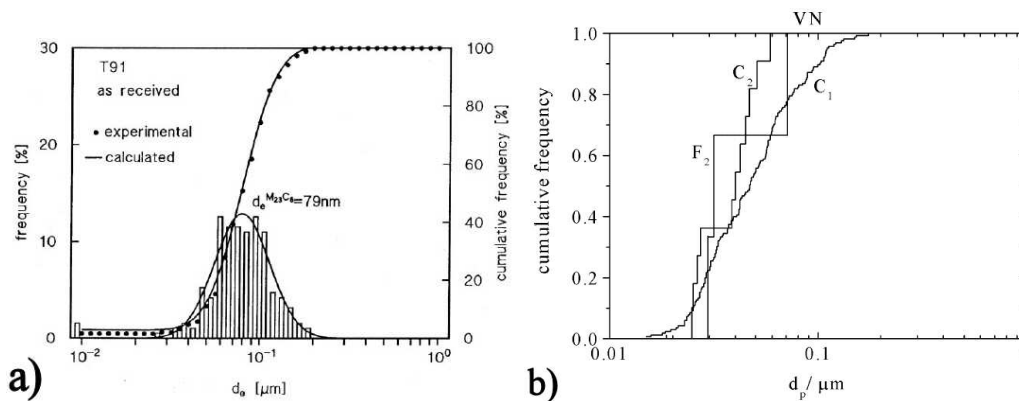


FIG. 1.19 : Allure lognormale de la distribution des tailles de précipités après traitement de revenu a)  $M_{23}C_6$  et b)  $MX$  [Cerri et al., 1998, Götz and Blum, 2003].

**1.2.2.3.3 Position des précipités.** De nombreuses observations permettent de situer les  $M_{23}C_6$  sur ou très près de l'ensemble des joints (d'anciens grains  $\gamma$ , de paquets, de blocs, de lattes,...). A l'inverse des  $MX$  qui, eux, se répartissent de manière homogène et uniforme dans l'ensemble de la microstructure (matrice et joints) [Eggeler and Dlouhy, 2005, Spigarelli et al., 1999]. Dans l'ensemble, plus de 85% des précipités sont situés sur les joints et sous-joints de la microstructure [Qin et al., 2003]. La position et la taille de ces précipités influent fortement sur leur rôle dans la tenue mécanique des aciers à 9-12%Cr. Afin de mieux comprendre les évolutions microstructurales se déroulant lors de sollicitations à haute température, plusieurs études se sont donc attachées à quantifier les distributions de distances entre les précipités et les joints de la microstructure [Eggeler et al., 1987] ainsi que la densité de précipités par joints [Dronhofer et al., 2003].

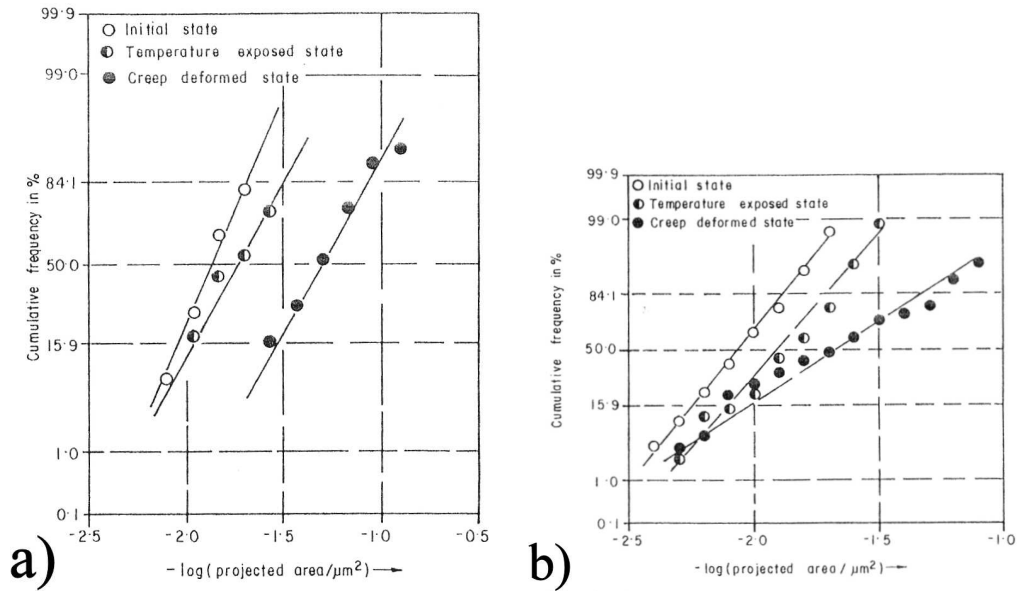


FIG. 1.20 : Distribution des diamètres de précipités le long a) des joints entre anciens grains  $\gamma$  et b) des autres joints de la microstructure [Eggeler, 1989].

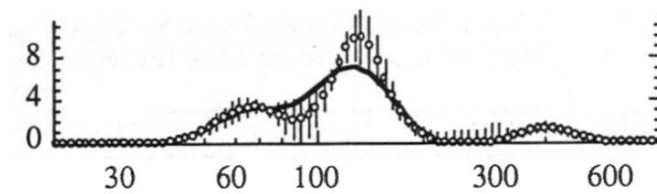
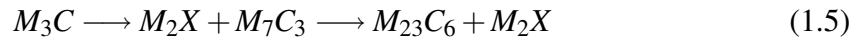
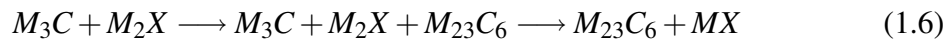


FIG. 1.21 : Allure bimodale des tailles de précipités mise en évidence par la distribution des fractions volumiques [Jemian et al., 1991].

**1.2.2.3.4 Réaction de précipitation.** Plusieurs propositions ont été formulées dans la littérature sur la succession exacte des réactions thermochimiques menant à l'état de précipitation final décrit ci-dessus. Je me contenterai donc de présenter quelques scénarios envisageables, une bibliographie plus détaillée peut être trouvée dans [Gaffard, 2005, Brachet, 1991]. Alors que pour un acier doux (0.1 à 0.2%C, sans Nb, V, Mo...), la séquence de précipitation communément admise [Korcakova, 2002] lors du revenu est :



La présence de vanadium a tendance à supprimer la précipitation de phase  $M_7C_3$ . De ce fait d'autres réactions sont proposées pour les aciers de type P91 [Vitek and Klueh, 1983, Robson and Bhadhesia, 1997b, Robson and Bhadhesia, 1997a] :



#### 1.2.2.4 Densités de dislocations.

La transformation martensitique, de par son caractère non diffusif, crée de fortes contraintes internes qui doivent être accommodées. Cette accommodation est généralement obtenue par la production d'une forte densité de dislocations. De ce fait, après trempe, les aciers à 9-12%Cr présentent une grande dureté liée à cette densité de dislocations très élevée. Le traitement de revenu permet d'adoucir l'acier (figure 1.2) et ainsi de réduire la densité de dislocations. Le tableau 1.7 récapitule les densités de dislocations rapportées dans la littérature pour différentes nuances et différents traitements thermiques.

Néanmoins ces fortes densités de dislocations ne correspondent pas à une répartition spatiale uniforme. En effet, comme on peut le constater sur la figure 1.22, il existe des zones contenant de très nombreuses dislocations et d'autres où ces dernières sont beaucoup plus rares. Par ailleurs, des études détaillées [Guetaz et al., 2003] ont montré que ces dislocations sont, à l'état de réception, fréquemment ancrées par les précipités de la microstructure. Par ailleurs les dislocations mobiles à 20°C, comme à 550°C, présentent un fort caractère vis et sont principalement de type  $\frac{1}{2} < 111 >$ . Ce sont ces mêmes dislocations vis qui dévient facilement lors d'une déformation à 550°C et qui semblent contrôler la vitesse de déformation.

### 1.2.3 Propriétés mécaniques standard.

Les aciers martensitiques à 9-12%Cr ayant, comme nous l'avons vu, une longue histoire, leurs propriétés mécaniques et physiques standard sont bien connues et abondamment documentées. On pourra notamment trouver pour les nuances à 9%Cr (Eurofer, P91,...) l'évolution en fonction de la température des propriétés suivantes (coefficients de dilatation, module d'Young, coefficient de Poisson, masse volumique, conductivité thermique,...) dans les références [RCC-MR, 1993, Tavassoli, 2004, Orr, 1992]. Ces documents fournissent, par ailleurs, bon nombre de données utilisées pour le dimensionnement en fatigue, fluage et fatigue-fluage. La figure 1.23 présente la dépendance en température



Références	Nuance	Traitements thermiques	densité de dislocations ( $m^{-2}$ )
[Dubey et al., 2005]	X12CrMoWVNbN-10-1-1	1050°C (7h) 570°C (10h) 690°C (10h)	$\approx 10^{16}$
[Ennis et al., 2000, Ennis and Quadakkers, 2000, Ennis and Czyska-Filemonowicz, 2002]	P92	970°C (2h) 775°C (2h)	$8.7 \times 10^{14}$
		1070°C (2h) 715°C (2h)	$9.0 \times 10^{14}$
		1070°C (2h) 775°C (2h)	$7.5 \times 10^{14}$
		1070°C (2h) 835°C (2h)	$2.3 \times 10^{14}$
[Eggeler et al., 1987]	X20CrMoV-12-1	1050°C (1h) 750°C (90min)	mobiles : $6 \times 10^{13}$
[Gieseke et al., 1993]	P91	1040°C (1h) 760°C	$7 \times 10^{13}$
[Ennis et al., 2000, Ennis and Quadakkers, 2000, Ennis and Czyska-Filemonowicz, 2002]	P91	1050°C (1h) 750°C (1h)	$7.5 \times 10^{14}$
[Ennis et al., 2000, Ennis and Quadakkers, 2000, Ennis and Czyska-Filemonowicz, 2002]	E911	1050°C (1h) 750°C (1h)	$6.5 \times 10^{14}$
[Pesicka et al., 2004]	X20CrMoV-12-1	1050°C (1h)	mobiles : $9.4 \times 10^{14}$ SJG : $5.3 \times 10^{14}$
		1050°C (1h) 750°C (1h)	mobiles : $1.0 \times 10^{14}$ SJG : $4.1 \times 10^{14}$
		1050°C (1h) 750°C (4h)	SJG : $3.4 \times 10^{14}$
		1050°C (1h) 750°C (100h)	mobiles : $1.0 \times 10^{13}$ SJG : $2.6 \times 10^{14}$
[Brillet, 2003]	P91	1070°C (7h) 760°C (8h)	$1.6 \times 10^{14}$

**TAB. 1.7 :** Densités de dislocations mesurées sur différentes nuances d'aciers à 9-12%Cr. SJG désigne les dislocations composant les sous-joints de la microstructure.



**FIG. 1.22 :** Observation au MET du P91 illustrant l'hétérogénéité spatiale des densités de dislocations.

du module d'Young, de la limite d'élasticité ( $R_{p0,2}$ ) et de la résistance à la traction ( $R_m$ ). Comme on peut le constater, le P91 s'écroute peu à haute température, la valeur de  $R_m$  étant seulement supérieure d'une cinquantaine de MPa à la valeur de  $R_{p0,2}$  à 550°C.

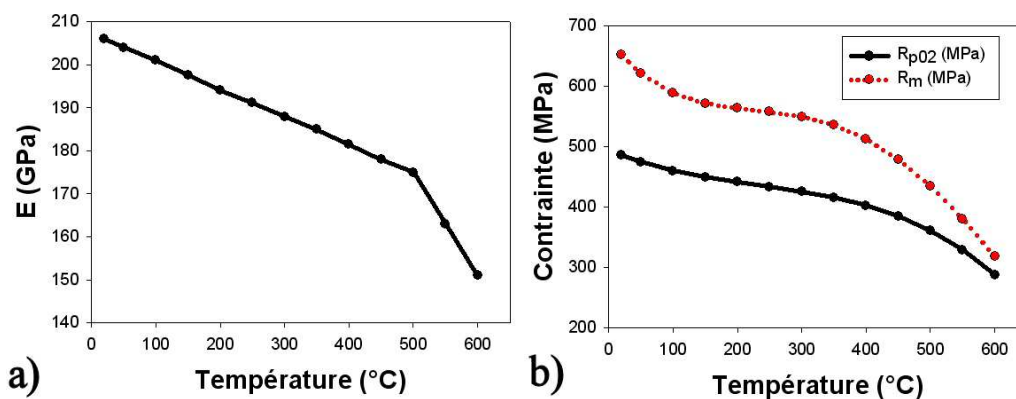


FIG. 1.23 : Evolution avec la température a) du module d'Young, b) de  $R_{p0,2}$  et  $R_m$  pour le P91.

Ces propriétés mécaniques usuelles sont évidemment fortement liées à la microstructure martensitique des aciers à 9-12%Cr et à leurs traitements thermiques. Ainsi, la comparaison de différents aciers et de différentes méthodes de mesure a permis de relier l'évolution du module d'Young à la microstructure. La décroissance abrupte du module d'Young au dessus de 500°C est attribuée à la déformation anélastique provenant de la flexion élastique des joints entre sous-grains [Sawada et al., 2005].

Si, précédemment, nous avons évoqué l'influence de la durée du revenu sur la dureté de ces aciers (figure 1.2), le rôle de la température de revenu a lui aussi été étudié. Ainsi Brachet a mené, sur différentes nuances et à différentes températures d'austénitisation, des revenus d'une heure pour des températures variant de 100 à 800°C [Brachet, 1991]. L'influence de ces traitements sur la dureté est rapportée figure 1.24. De manière plus générale, il est possible de relier la dureté à la taille de la microstructure. Cette dépendance classique liée au phénomène de Hall-Petch a été mise en évidence par une équipe japonaise [Abe et al., 1992] et est illustrée figure 1.25.

Par ailleurs, les propriétés de traction [Alamo et al., 1996], la ténacité [Sakasegawa et al., 2002] ou encore la perméabilité à l'hydrogène [Parvathavarthini et al., 1999] des aciers à 9%Cr sont elles aussi dépendantes des traitements thermiques et des microstructures résultantes. Nous aborderons plus en détail les propriétés en fluage et en fatigue de ces aciers dans les chapitres 2 et 3.

#### 1.2.4 Nuances avancées.

Comme nous venons de le voir, la microstructure très fine des aciers à 9-12%Cr obtenue après revenu leur confère des propriétés mécaniques intéressantes (ténacité, dureté, résistance au fluage,...) qui viennent s'ajouter aux propriétés physiques (faible

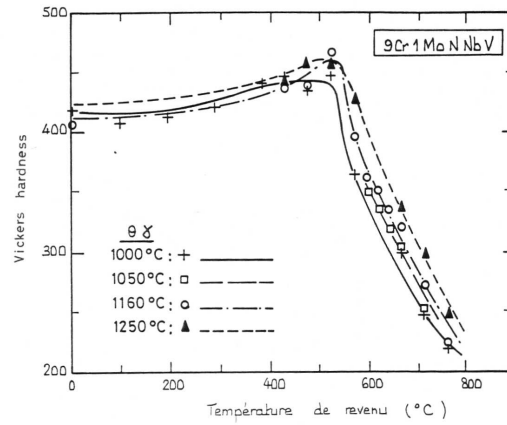


FIG. 1.24 : Influence des températures de revenu et d'austénitisation pour une heure de traitement sur la dureté du P91 [Brachet, 1991].

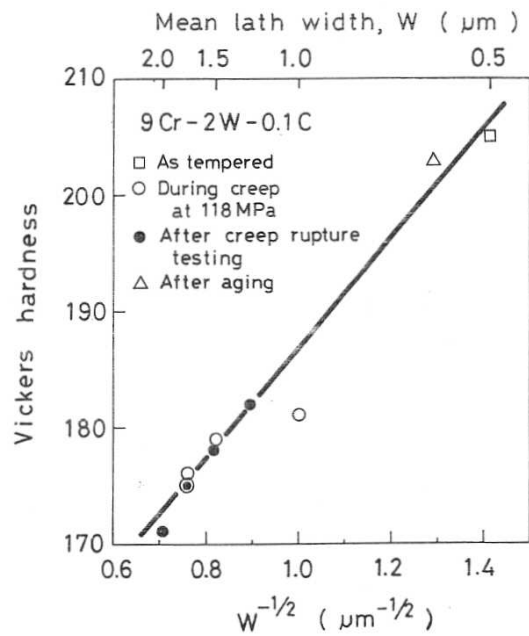


FIG. 1.25 : Lien entre la dureté d'un acier 9Cr-2W et la taille des sous-grains [Abe et al., 1992].

coefficient de dilatation thermique, bonne résistance à la corrosion sous contrainte, faible décarburation au sein d'une ambiance de sodium,...) et économiques qui ont, en premier lieu, présidé à leur sélection comme matériau de structure dans l'industrie énergétique, et ce, en comparaison notamment aux aciers inoxydables austénitiques. Néanmoins, dans le cadre des applications nucléaires, les échelles de temps mises en jeu (plusieurs décennies) imposent une bonne tenue de ces propriétés mécaniques, dans le temps, à haute température, et sous des sollicitations mécaniques de type fluage ou fatigue-fluage. Cette tenue passe donc par une stabilité de la microstructure dans de telles conditions.

Or, comme nous le verrons dans le chapitre 2, la microstructure du P91, et plus généralement de l'ensemble des aciers à 9-12%Cr utilisés actuellement, évolue fortement (grossissement des sous-grains, chute de la densité de dislocations, grossissement des précipités, apparition de nouvelles phases,...) lors de sollicitations mécaniques à haute température [Abe et al., 1992]. C'est pourquoi, depuis plusieurs années déjà, on tente, par le biais de compositions chimiques [Vaillant et al., 2005] et de traitements thermiques avancés [Yescas and Morris, 2005] d'améliorer la stabilité de la microstructure de ces aciers. A l'heure actuelle, les compositions les plus prometteuses sont basées sur une addition de bore [Abe et al., 2001, Abe, 2004], ce dernier, ajouté en faibles quantités (de l'ordre de 100ppm) permet d'améliorer la tenue au fluage, même s'il réduit la ductilité à basse température. Le bore est principalement incorporé dans les précipités de type  $M_{23}C_6$  et ségrège le long des joints entre sous-grains [Eggeler and Dlouhy, 2005]. Le tungstène est aussi fréquemment utilisé en remplacement du molybdène, car il confère une meilleure stabilité aux précipités [Abe et al., 2001, Sawada et al., 2001, Sawada et al., 1997, Abe et al., 2004], tout en limitant l'apparition des phases de Laves ( $Fe_2Mo$  ou  $Fe_2W$ ). Enfin, d'autres compositions moins fréquentes sont aussi évoquées dans la littérature, faisant notamment intervenir du palladium [Igarashi et al., 2000] ou encore du tantale [Sawada et al., 1997].

Si ces compositions évoluées affichent des gains significatifs en termes de résistance au fluage, notamment pour des températures de l'ordre de 550 à 650°C, elles restent toutefois insuffisantes pour relever le défi des très hautes températures. En effet, dans le cadre des réacteurs nucléaires de génération IV, les températures de fonctionnement seront bien plus élevées. Si les scénarios sont encore assez largement ouverts, les températures visées sont de l'ordre de 800 à 850°C pour les gaines de combustible, les alliages de zirconium ne peuvent donc plus servir de matériau de gainage et les aciers ferritiques et martensitiques sont à l'étude. Néanmoins, pour assurer des tenues en fluage à de telles températures, les aciers à 9-12%Cr classiques sont insuffisants et les études se portent actuellement sur les aciers dits ODS : durcis par dispersion de nano-particules d'oxyde [Klueh et al., 2005]. Même s'ils posent de réelles difficultés d'élaboration (compression isostatique à chaud, tréfilage,...), ils semblent offrir une stabilité microstructurale intéressante aux températures extrêmes envisagées [Sakasegawa et al., 2006].

## 1.3 Fatigue, Fluage et Fatigue-Fluage.

La fatigue, le fluage et leurs interactions sont un vaste sujet aux retentissements industriels et économiques majeurs. Les phénomènes qui régissent le comportement et la durée de vie des composants sous de telles sollicitations sont intrinsèquement liés au matériau étudié ainsi qu'à son environnement. Ainsi, chaque combinaison sollicitation/matériau/environnement, ou presque, induit des interactions différentes entre les mécanismes et phénomènes physiques de déformation et d'endommagement. Devant cette profusion, toute étude doit se baser sur un socle de mécanismes élémentaires et généraux, fruit d'un travail de synthèse préalable. C'est à partir d'un tel socle généraliste que, par le biais d'observations et d'essais, il est possible d'identifier les phénomènes réellement mis en jeu pour le système sollicitation/matériau/environnement<sup>1</sup> étudié. On peut alors mieux comprendre les synergies entre tous les mécanismes et le poids respectif de chacun d'entre eux.

Ces précieux travaux de synthèse, basés sur de nombreux exemples et soulignant les principaux phénomènes mis en jeu, ont fait l'objet de plusieurs ouvrages, dédiés au fluage [Nabarro and de Villiers, 1995, Evans, 1984], à la fatigue [Bathias and Bâillon, 1997, Suresh, 1998] ou aux phénomènes de viscoplasticité et d'endommagement en général [François et al., 1998]. Afin d'introduire les principales notions mises en oeuvre dans la présente étude, en termes d'endommagement et de comportement, cette partie propose un tour d'horizon des phénomènes physiques mis en jeu en fatigue, en fluage et lors de sollicitations combinées, ainsi que de quelques modèles qui leur sont associés.

Le panorama qui suit se limite au domaine de la fatigue oligocyclique puisqu'il s'agit du domaine de sollicitations cycliques pertinent dans les applications de l'industrie de l'énergie pour les aciers à 9-12%Cr.

### 1.3.1 Endommagement et durée de vie.

#### 1.3.1.1 Amorçage en fatigue.

L'endommagement des matériaux soumis à de la fatigue procède le plus souvent par l'apparition et la propagation de fissures s'amorçant en surface des matériaux (ceci est, pour l'instant, moins clair dans le domaine des très grands nombres de cycles : fatigue gigacyclique). Bien conscient des controverses, parfois houleuses, visant à définir de manière la plus "physique" possible cette phase d'amorçage et son échelle, je me garderai d'y contribuer en me contentant d'une définition tout-à-fait arbitraire. Ainsi, dans tout ce qui suit, la phase d'amorçage sera définie comme le nombre de cycles (ou plus généralement la durée de sollicitation) nécessaire à créer une fissure "longue". Par longue j'entends suffisamment grande pour n'être plus influencée par la microstructure.

---

<sup>1</sup>Par matériau, on entend évidemment sa composition, ses traitements thermiques, mais aussi son état de surface, élément majeur de la tenue en fatigue.

De ce fait, en considérant la taille caractéristique de la microstructure des matériaux étudiés, la phase d'amorçage est définie comme le nombre de cycles nécessaire à la création d'une fissure de  $50\mu\text{m}$  de profondeur. Cette première phase d'endommagement, l'amorçage des fissures, peut représenter une fraction plus ou moins élevée de la durée de vie totale, comme l'illustre la figure 1.26. Si, pour la fatigue à grand nombre de cycles, la phase d'amorçage est prépondérante, on constate que ce n'est plus le cas pour les fortes sollicitations et donc la fatigue oligocyclique. Ce ratio dépend aussi de la température d'essai et de l'environnement [Weiss, 1992].

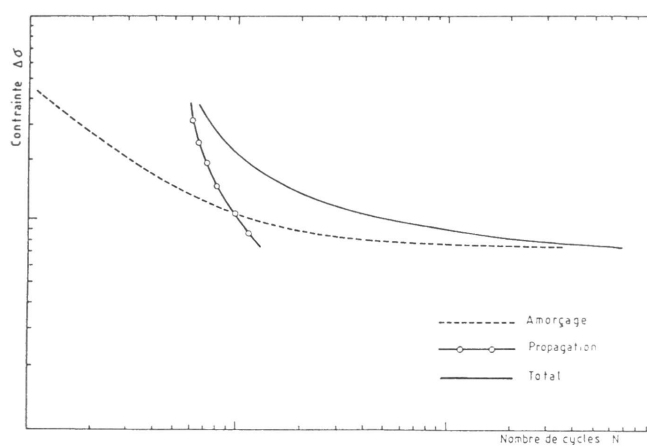


FIG. 1.26 : Comparaison entre le nombre de cycles nécessaire à l'amorçage des fissures de fatigue et la durée de vie totale [Bathias and Bailon, 1997].

Les raisons généralement invoquées pour justifier la nature surfacique de cet amorçage sont les suivantes :

- Les dislocations sont plus mobiles en surface qu'à coeur.
- La surface est un site préférentiel pour la production de dislocations.
- La surface est soumise aux effets d'environnement.

De manière générale, l'amorçage des fissures de fatigue est un phénomène aléatoire à l'échelle macroscopique : pour deux éprouvettes identiques soumises au même niveau de contrainte ou de déformation, les fissures peuvent s'amorcer tout le long de la surface utile. Néanmoins, à l'échelle microstructurale, on constate un déterminisme lié à la présence de déformations localisées intenses, ces dernières dépendant de l'orientation cristallographique locale, de la présence de défaut,...

Ainsi, les sites préférentiels d'amorçage sont le plus souvent : des défauts ou reliefs de surface venant du procédé de mise en forme (usinage, laminage,...), des reliefs créés par l'apparition de bandes de glissement intense, ou encore des inclusions présentes dans l'alliage. Par ailleurs, aux fortes amplitudes de déformation, l'amorçage peut se produire aux joints de la microstructure, et ce, pour des raisons purement géométriques (concen-

tration de contraintes due à un point triple ou à la forme du joint,...) ou en lien avec l'environnement. Ces mécanismes changent évidemment d'un matériau à l'autre et, pour un même matériau, dépendent de la sollicitation, de l'environnement, de la température,...

Comme nous l'avons évoqué précédemment, les aciers à 9-12%Cr contiennent très peu d'inclusions. Je me contenterai donc de détailler les modes d'amorçage liés à la création de relief en surface du matériau. Si ce relief est inexistant initialement (très faible rugosité, absence d'entaille ou de défaut), les sollicitations cycliques, du fait du caractère irréversible de la déformation plastique, créent en surface du matériau des extrusions associées à des intrusions, comme illustré figure 1.27. Cette formation d'extrusions est favorisée par les glissements déviés et plusieurs mécanismes simples ont été proposés [Cottrell and Hull, 1957, Wood, 1958] (figure 1.28). Cependant, alors que les extrusions et intrusions apparaissent dès les premiers cycles, des études en microscopie à force atomique (AFM) et au MEB FEG, ont montré que les fissures, amorçant sur ces reliefs, peuvent n'apparaître que bien plus tard [Man et al., 2004, Polak et al., 2005, Yang and Saxena, 2000].

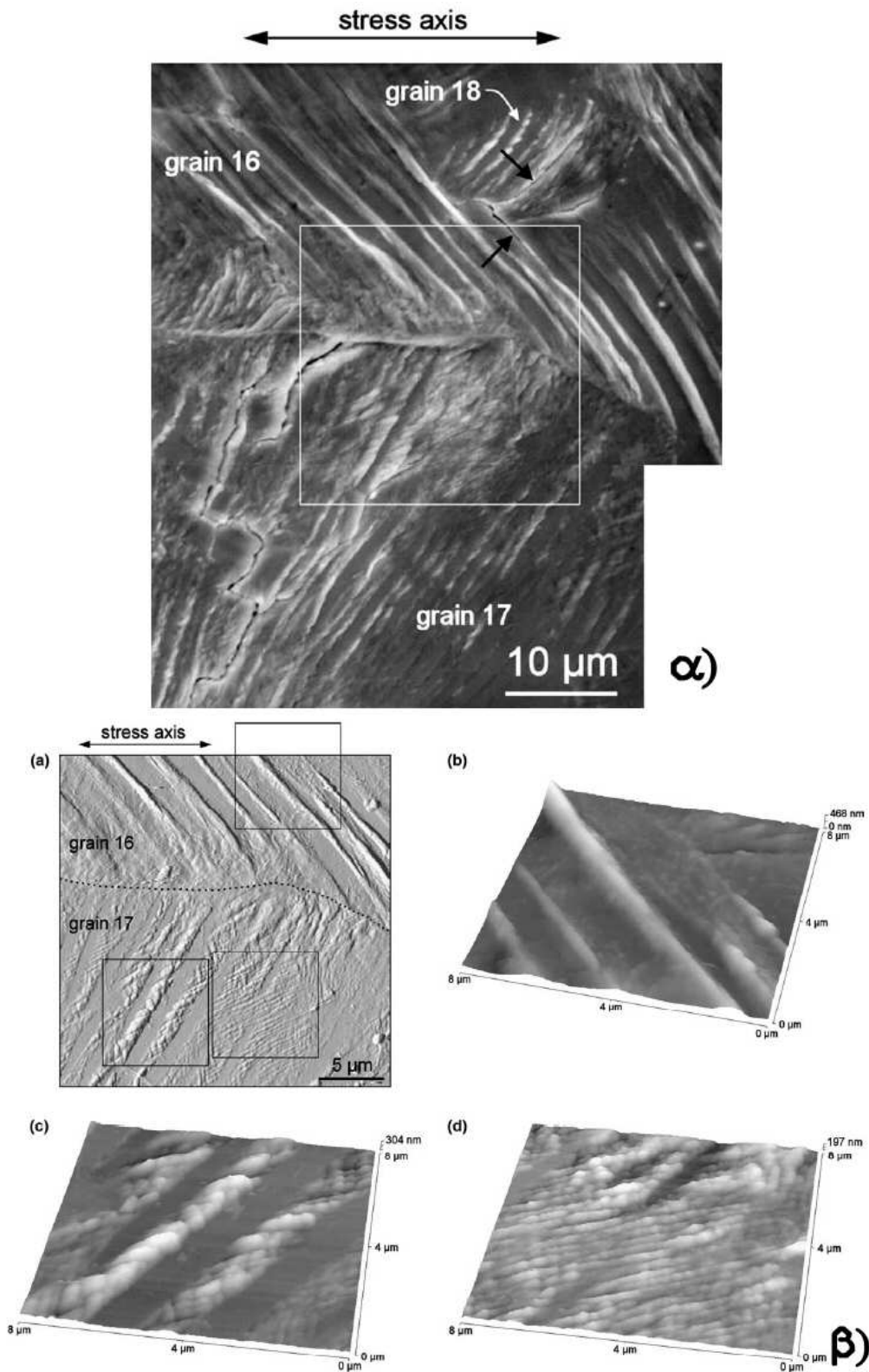
C'est en schématisant la formation de ces extrusions, en relation directe avec la structure de dislocations sous-jacente provenant d'une déformation localisée intense, que Tanaka et Mura [Tanaka and Mura, 1981] proposent une formulation explicite du nombre de cycles à l'amorçage. Celle-ci est par la suite [Alexandre et al., 2004] réécrite afin de faire apparaître explicitement la taille de grain :

$$N_{\text{amorçage}} = \frac{\alpha}{d \times \Delta \epsilon_{vp}^2} \quad (1.7)$$

où  $\alpha$  est une constante dépendant de la température,  $d$  la taille de grain et  $\Delta \epsilon_{vp}$  la déformation viscoplastique par cycle.

Cette formule a été raffinée par la suite afin notamment de prendre en compte la présence d'une mince couche d'oxyde en surface [Mura, 1994, Lin et al., 1986] et appliquée avec succès afin de prédire les durées de vie observées expérimentalement [Alexandre et al., 2004, Hoshide and Socie, 1988]. D'autres approches se contentent de considérer l'amorçage comme un phénomène aléatoire et expriment alors la probabilité d'existence d'une fissure de longueur donnée à un instant donné [Kim et al., 2004]. Aussi efficace et pragmatique soit-elle, cette approche s'abstient de considérer les mécanismes physiques régissant l'amorçage et fait donc appel à des hypothèses difficilement extrapolables. Si des formules analytiques sont disponibles dans des cas simples, le recours à des analyses par éléments finis est inévitable dans des cas plus complexes (réseaux de fissures, étude de l'influence de la microstructure,...) [Sauzay and Gilormini, 2002, Sauzay et al., 2003, Brückner-Foit and Huang, 2006]. Très récemment, des études menées en dynamique des dislocations (code tridimensionnel) ont permis de simuler l'émergence de telles extrusions en fatigue [Déprés et al., 2004, Déprés, 2004], et fournissent ainsi une base de réflexion pour une meilleure compréhension des mécanismes régissant ces phénomènes d'amorçage.





**FIG. 1.27 :** Zone présentant des intrusions et extrusions sur un acier ferritique observées après fatigue  $\alpha$ ) au MEB à effet de champ et  $\beta$ ) en AFM, les sous-figures b, c et d sont les détails des trois zones repérées par un carré blanc sur la sous-figure a. [Man et al., 2004].

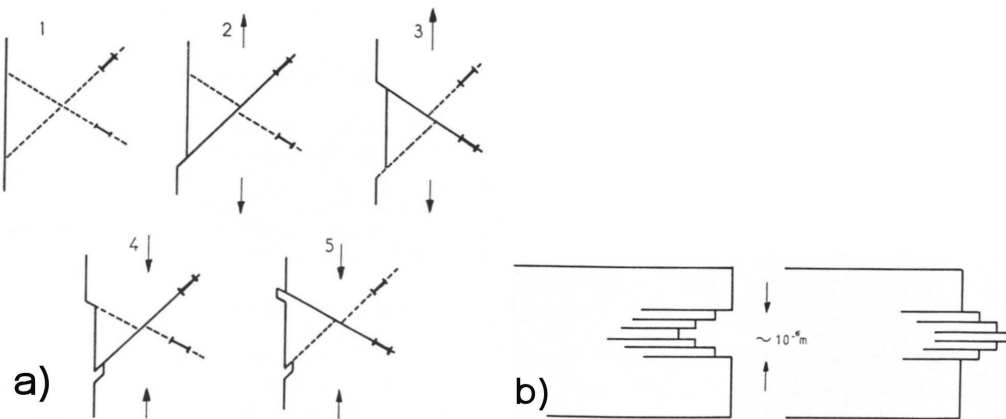


FIG. 1.28 : Schémas illustrant les mécanismes de formation d'extrusions et d'intrusions en fatigue [Bathias and Bâillon, 1997].

### 1.3.1.2 Propagation en fatigue.

Une fois amorcées, les fissures se propagent au sein du matériau à une vitesse dépendant du niveau de sollicitation, de la température, de la fréquence, de l'environnement et, évidemment, du matériau. On distingue généralement deux stades de propagation (figure 1.29). Le stade I correspond aux fissures microstructurellement courtes, i.e. lorsque leur longueur  $a$  est de l'ordre de la taille de grain. Lors de ces premiers microns d'avancée, la morphologie et la vitesse de propagation sont très fortement influencées par les obstacles de la microstructure (joints de grains, précipités,...) [Gourgues et al., 2000, Gourgues, 2002, Bertolino et al., 2005]. Le stade II, quant à lui, correspond à la propagation de fissures grandes devant la taille de la microstructure. L'influence des hétérogénéités locales s'amointrit et il est possible d'obtenir des courbes de vitesse de propagation beaucoup moins dispersées. Au final, en fonction de la densité de fissures amorcées, les fissures peuvent ou non coalescer et hâter ainsi la rupture finale.

En fatigue à grand nombre de cycles, comme le matériau est le plus souvent encore dans le domaine élastique, sauf de façon très locale, il est possible de tracer la vitesse de propagation des fissures  $\frac{da}{dN}$  en fonction du facteur d'intensité des contraintes  $\Delta K$  qui est généralement proportionnel à  $\sigma\sqrt{a}$ . Néanmoins, en fatigue oligocyclique, l'ensemble de l'éprouvette est généralement entré dans le domaine plastique, et l'utilisation de ce paramètre en devient d'autant moins pertinente. Même s'il existe des expressions empiriques d'un  $\Delta K$  en plasticité [Skelton, 2005], d'autres approches sont, le plus souvent, employées. Sadananda [Sadananda, 1984] propose une revue assez large des phénomènes régissant la propagation des fissures de fatigue et le chapitre 6 de [Bathias and Bâillon, 1997] offre un panel, sinon exhaustif du moins très vaste, de modèles aussi bien empiriques que fondés sur la théorie de l'élasticité ou la dynamique des dislocations.

Dans le cas d'une plasticité généralisée, l'un des modèles les plus couramment employé avec succès [Alexandre et al., 2004, Härkegard et al., 2005, Kim et al., 2004] est le

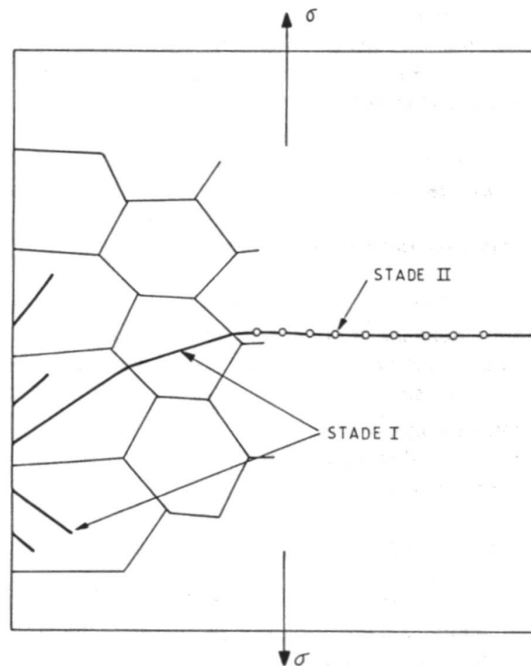


FIG. 1.29 : Schémas illustrant les deux stades de propagation en fatigue [Bathias and Baïlon, 1997].

modèle de Tomkins [Tomkins, 1968], que l'on peut exprimer comme suit :

$$\frac{da}{dN} = \frac{\pi^2 \Delta \varepsilon_p \Delta \sigma^2}{8 (2\bar{T})^2} \times a \left( 1 + \frac{\pi^2}{8} \left( \frac{\Delta \sigma}{2\bar{T}} \right)^2 \right) \quad (1.8)$$

avec  $\Delta \sigma$  l'amplitude de contrainte et  $\bar{T}$  représente la *résistance à la traction* d'un matériau après fatigue. Ce dernier paramètre qui, par sa définition se rapproche du  $R_m$ , est, par essence, très difficile à évaluer précisément. On peut remarquer que dans cette formulation, la vitesse de propagation est directement proportionnelle à la longueur de la fissure, dépendance fréquemment constatée en pratique.

Outre la longueur d'une fissure, l'un des paramètres déterminant pour sa vitesse de propagation est bien évidemment sa forme. En effet, si la plupart des fissures de fatigue présentent des formes globalement elliptiques, des études récentes ont montré que la géométrie tridimensionnelle réelle des fissures microstructurellement courtes (mesurée par tomographie) peut être beaucoup plus complexe et tortueuse en pointe de fissure [Ferrié et al., 2005]. Sans aller jusqu'à ce niveau de détail, la morphologie d'une fissure observée en coupe peut revêtir de nombreuses apparences. En effet, certaines fissures se propagent de façon parfaitement perpendiculaire à l'axe de sollicitations, alors que d'autres présentent une morphologie faite de multiples embranchements et bifurcations (figure 1.30). De nombreuses hypothèses sont avancées pour expliquer ces différents modes de propagation (influence de l'environnement, des bandes de

glissement, des joints,...). Dans le cas d'aciers à grains ultra-fins, une étude récente a montré que si les contraintes moyennes n'avaient que peu d'influence sur la morphologie, le facteur d'intensité des contraintes  $\Delta K$  se révélait prédominant : pour les valeurs de  $\Delta K$  élevées, une morphologie faite de multiples embranchements est observée, alors que la propagation est beaucoup plus rectiligne pour de plus faibles valeurs [Chapetti et al., 2005]. Dans le cas de propagations aussi tortueuses, la forme de la fissure doit être prise en compte pour calculer un  $\Delta K$  effectif [Meggiolaro et al., 2005].

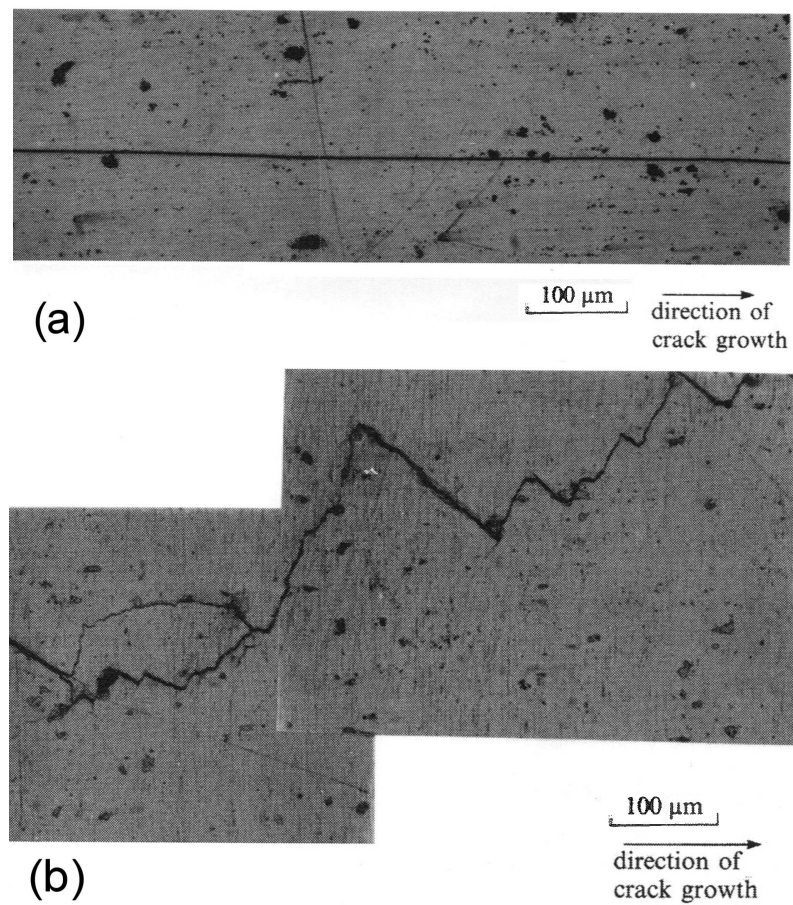
Récemment, des modèles basés sur le croisement de bandes de glissement en pointe de fissure, ont permis de reproduire différentes morphologies lors des premiers stades de propagation, mettant ainsi en évidence que l'orientation cristalline, le nombre de systèmes de glissement activés, la charge et l'orientation initiale de la fissure influent significativement sur sa morphologie [Hansson and Melin, 2005]. De nombreux auteurs utilisent les éléments finis [Pommier, 2002] et des méthodes dites de "relachement de noeud" pour simuler la propagation des fissures longues. Cependant, Tvergaard [Tvergaard, 2006] a démontré qu'on pouvait simuler la propagation de fissures sans critère arbitraire de "rupture" de noeud, mais en utilisant simplement l'émoussement viscoplastique (blunting) en pointe de fissure, illustrant par la même occasion le mécanisme de formation des stries de fatigue.

Enfin, lorsque la densité de fissures est élevée, ces dernières peuvent interagir et coalescer comme illustré figure 1.31. Des formules analytiques [Kachanov, 1994, Kachanov, 2003, Li and Yang, 2006] permettent de rendre compte de ces derniers stades de propagation.

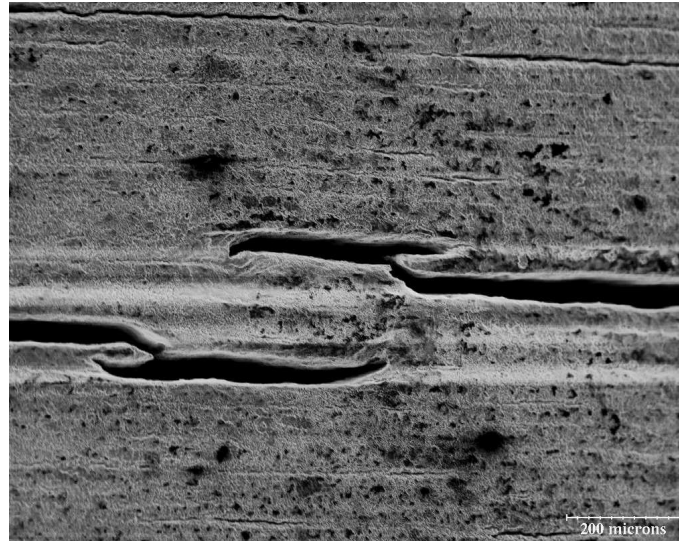
### 1.3.1.3 Endommagement de fluage.

Contrairement au cas de la fatigue où l'endommagement s'amorce invariablement en surface, l'endommagement de fluage est, quant à lui, beaucoup plus homogène spatialement. En effet, alors qu'en fatigue on peut, parfois, n'observer qu'une seule fissure macroscopique, en fluage l'ensemble de l'éprouvette est généralement endommagé (figure 1.32). De manière très schématique, on peut distinguer deux grands modes de rupture en fluage. Tout d'abord, dans le domaine des faibles contraintes et des fortes températures, les phénomènes de diffusion de lacunes favorisent la croissance de cavités intergranulaires. Pour des contraintes plus élevées et des températures plus faibles, l'endommagement par viscoplasticité prend le pas sur ces mécanismes diffusionnels et mène généralement à une rupture de l'éprouvette par striction pouvant notamment provenir de la coalescence de cavités intragranulaires.

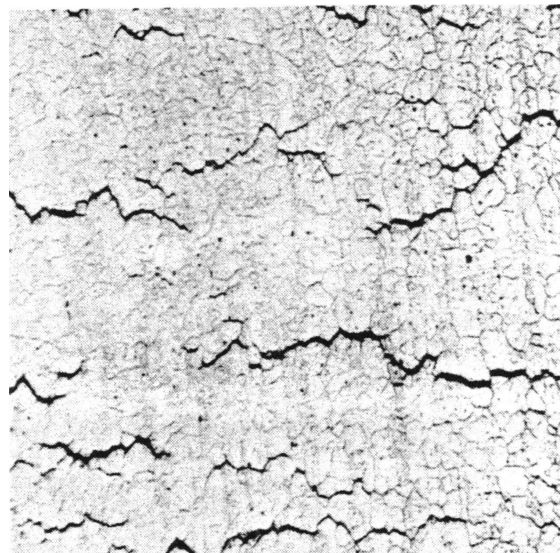
La première phase de l'endommagement est, cette fois encore, l'amorçage, soit de fissures (dites, *wedge crack*), soit de cavités le plus souvent intergranulaires (figure 1.35). Les mécanismes pouvant mener à de tels amorçages sont multiples : concentration de contraintes aux points triples, décohésion de précipités ou d'inclusions, interaction entre bandes de glissement et joint de grain, empilement de dislocations aux joints, glissement



**FIG. 1.30 :** Observations en microscopie optique de propagation d'une fissure a) droite et b) sinueuse au sein d'un alliage Al-Cu-Li a) sous-vieilli et b) sur-vieilli soumis à des sollicitations de fatigue à  $R$  élevé. [Suresh, 1998]



**FIG. 1.31** : Coalescence de fissures de fatigue observée lors de la présente étude.



**FIG. 1.32** : Exemple d'endommagement généralisé en fluage observé sur un acier 20%Cr-35%Ni à 973K [Evans, 1984].

des joints de grains,... On peut notamment trouver un panorama assez large de ces mécanismes dans [Evans, 1984, Raj, 1976].

L'endommagement se poursuit soit par une phase de coalescence entre les cavités ou fissures amorcées, soit directement par une phase de croissance. En effet, dans certains cas, les cavités qui se sont amorcées sont de dimension trop faible pour croître seules (notion de rayon critique) et doivent donc commencer par coalescer. La phase de croissance, quant à elle, peut résulter de la déformation globale subie par le matériau (on parle de croissance par déformation) ou provenir de mécanismes de diffusion de lacunes (on parle de croissance par diffusion), venant s'agglomérer sur les cavités et les faisant croître. Evans et Nabarro [Evans, 1984, Nabarro and de Villiers, 1995] donnent un aperçu de la pléthore de mécanismes élémentaires et d'équations associées pour décrire cette croissance de cavité. Par ailleurs, une revue plus ciblée de certains phénomènes permet de tracer, en fonction de la contrainte (ou de la vitesse de déformation) et de la température, des cartes de mécanismes (figure 1.33) illustrant le domaine d'application de chacun [Beere, 1981b, Beere, 1981a]. Le comportement et la durée de vie finale dépendent par ailleurs fortement des prédéformations imposées et plus généralement de l'histoire du matériau [Wilshire and Willis, 2001, Auzoux, 2004].

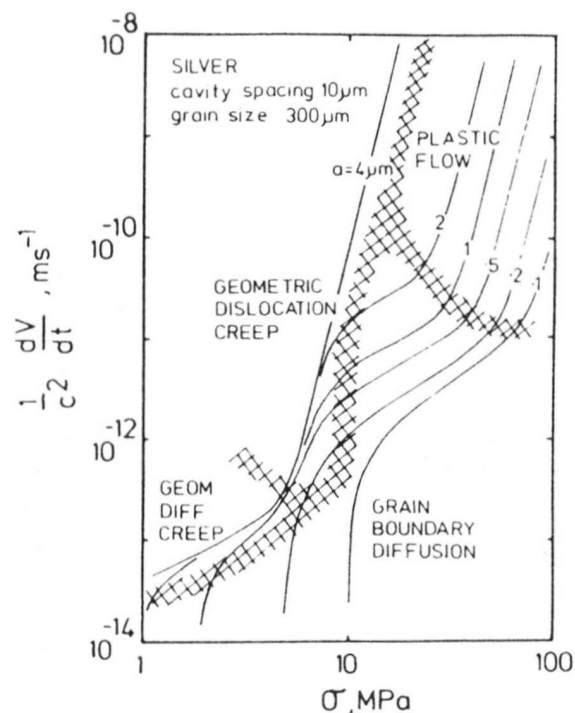


FIG. 1.33 : Situation des mécanismes d'endommagement en fluage dans un plan contrainte-vitesse de croissance des cavités dans le cas de l'argent [Evans, 1984].

De même, en se basant sur ces mécanismes élémentaires, il existe de nombreux modèles de prédiction de durée de vie en fluage. Le plus simple, et probablement celui ayant

le plus vaste domaine d'application, est encore la loi de Monkman-Grant [Monkman and Grant, 1956] qui relie de façon empirique la durée de vie en fluage  $t_f$  à la vitesse de déformation en régime stationnaire  $\dot{\epsilon}_s$  :

$$\dot{\epsilon}_s^b \times t_f = C \quad (1.9)$$

où  $b$  est une constante matériau souvent voisine de 1 et  $C$  une constante qui a l'immense avantage d'être valide sur une large gamme de températures comme l'illustre la figure 1.34

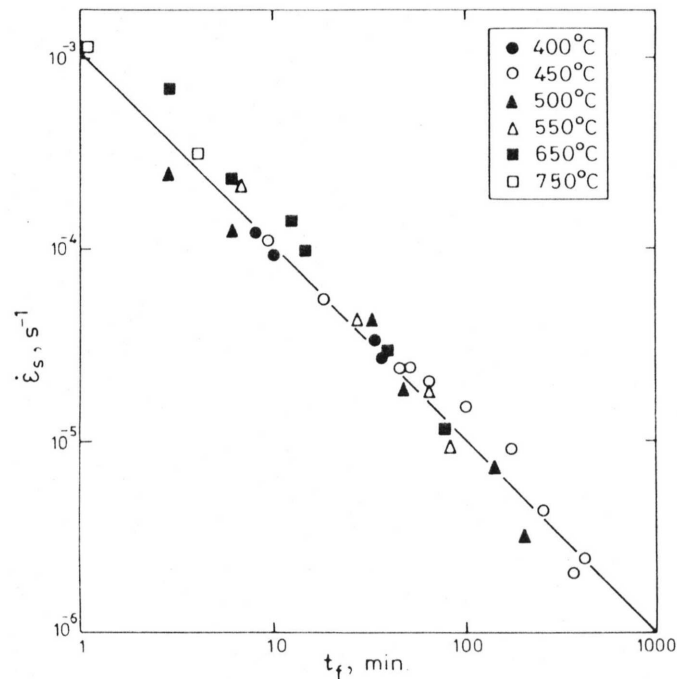


FIG. 1.34 : Relation de Monkman-Grant obtenue sur du cuivre [Evans, 1984].

On peut remarquer que l'équation 1.9 revêt la même forme que celle de Hoff [Hoff, 1953]. Cette dernière établit la durée de vie en fluage en intégrant le temps passé en fluage secondaire, où la vitesse de déformation minimale suit une loi puissance de la forme :

$$\dot{\epsilon}_s = A \times \sigma^n = \dot{\epsilon}_0 (1 + \epsilon)^n \quad (1.10)$$

avec  $A$ ,  $\dot{\epsilon}_0$  et  $n$  sont des constantes matériaux. La durée de vie s'obtient alors par intégration :

$$\int_0^{\epsilon_f} \frac{d\epsilon}{(1 + \epsilon)^n} = \dot{\epsilon}_0 \int_0^{t_f} dt \quad (1.11)$$

En simplifiant la relation ainsi obtenue pour les matériaux fortement ductiles ( $n$  élevé), on obtient finalement :



$$\dot{\epsilon}_0 \times t_f \approx \frac{1}{n} \quad (1.12)$$

Ainsi, la relation empirique de Monkman-Grant trouve une justification théorique dans l'équation 1.12, même si, expérimentalement, son domaine d'application est bien plus large que celui de la relation de Hoff.

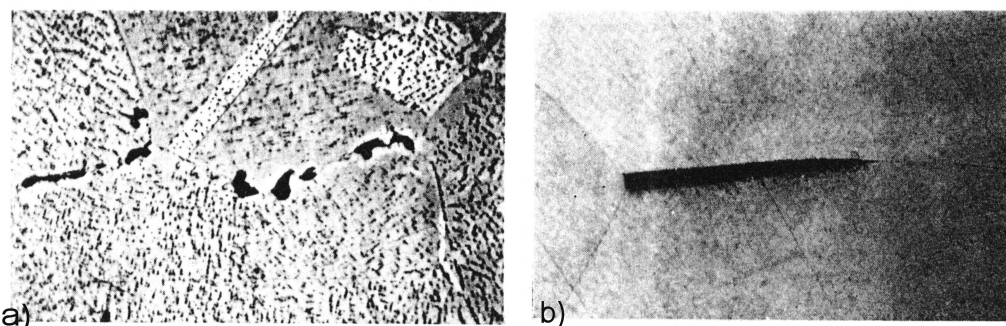


FIG. 1.35 : Exemple d'amorçage sous forme de a) cavités intergranulaires dans un Nimonic 90 et b) d'une fissure intergranulaire dans un alliage Al-20%Zn [Evans, 1984].

Afin de quantifier l'évolution de l'endommagement au cours du temps, divers paramètres microstructuraux ont été proposés [Levaillant, 1984, McLean, 1981] comme par exemple la densité de cavités par longueur de joint ou par unité de volume. C'est en se rapportant à ce type de paramètres expérimentaux que des simulations par éléments finis d'agrégats polycristallins essaient de prédire la croissance des cavités et ainsi la durée de vie [Van der Giessen and Tvergaard, 1994]. Néanmoins les essais de fluage sont connus pour être caractérisés par une très forte dispersion sur les durées de vie finales. Cette dispersion intrinsèque est, comme en fatigue, liée à la nature stochastique des phénomènes d'amorçage et de coalescence de l'endommagement. Des études récentes [Wasmer et al., 2003, Nikbin et al., 2003] ont montré que la prise en compte des incertitudes, liées à la détermination expérimentale des paramètres utilisés dans les lois de fluage, permettait de rendre compte, par le biais de considérations probabilistes, de la dispersion de  $t_f$ .

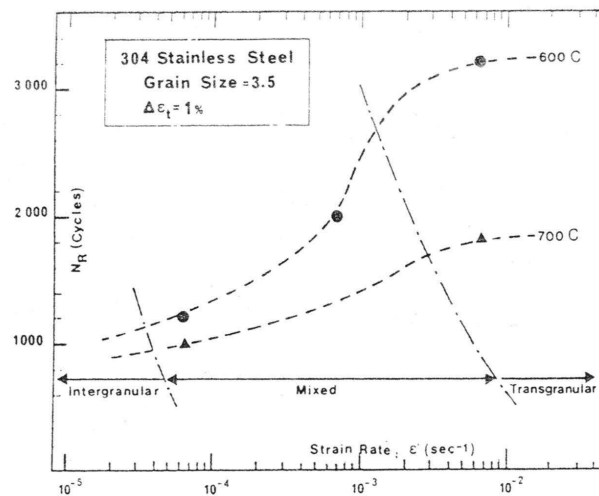
#### 1.3.1.4 Interactions entre fatigue, fluage et oxydation.

Quels que soient les domaines d'application, les cas industriels de matériaux sollicités en fatigue pure uniaxiale à amplitude constante, sont, sinon inexistantes, tout au moins rarissimes. Même si les sollicitations de fluage pur sont un peu plus fréquentes, dans l'immense majorité des applications industrielles, les pièces subissent des sollicitations mixtes, composées de phases de maintien (fluage ou relaxation) et de phases cycliques (fatigue). C'est pourquoi l'interaction entre ces deux types d'endommagement a si minutieusement été étudiée. Par ailleurs, dans le domaine de l'industrie énergétique, les composants fonctionnent fréquemment à haute température et dans des milieux plus ou moins

agressifs (gaz de turbines, milieu REP,...). De ce fait, la prise en compte des phénomènes liés à l'environnement est aussi primordiale afin de comprendre et prévoir l'endommagement des matériaux dans de telles conditions.

**1.3.1.4.1 Interactions fatigue-fluage.** Le terme de fatigue-fluage est employé pour les sollicitations alternant des phases de cyclage et de maintien, mais aussi pour des essais de fatigue pure à faible vitesse de déformation. Ainsi, lors d'essais de fatigue à très faible fréquence des changements de mode d'endommagement ont été mis en évidence (figure 1.36).

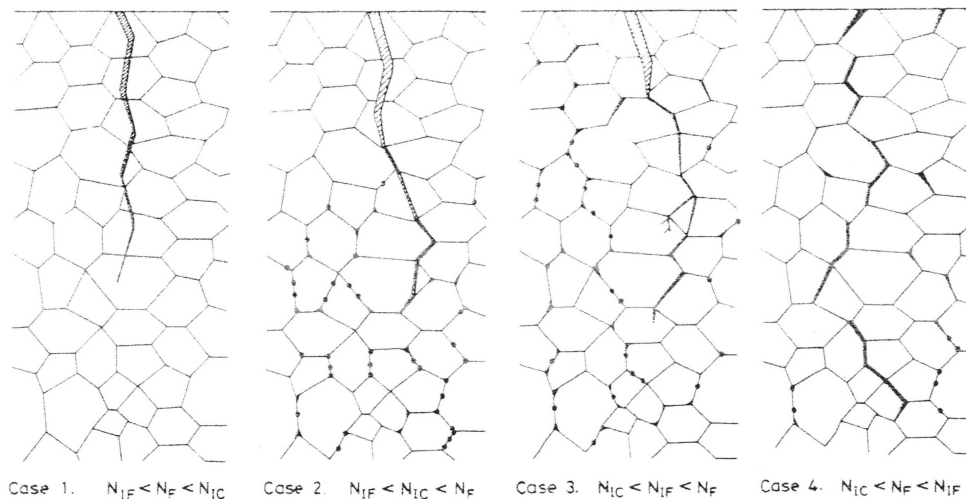
Les essais de fatigue avec temps de maintien (fatigue-relaxation le plus souvent) introduisent une contrainte moyenne de signe opposé au maintien (un maintien en traction entraîne une contrainte moyenne de compression et inversement). Certaines études [Chandler and Kwofie, 2005] relient ainsi de façon empirique la présence d'une contrainte moyenne à l'existence de déformations de fluage imposées lors d'essais cycliques.



**FIG. 1.36 :** Evolution des mécanismes d'endommagement en fonction de la fréquence de sollicitation en fatigue [Pineau, 1989].

De manière générale, l'ajout d'un temps de maintien réduit la durée de vie en fatigue. Ce constat expérimental est plutôt intuitif, en effet, ajouter un temps de maintien lors d'une boucle de fatigue entraîne une augmentation de la déformation viscoplastique imposée à chaque cycle. Ainsi, même si l'amplitude de déformation totale n'augmente pas (en fatigue-relaxation), l'amplitude de déformation viscoplastique, i.e. la déformation susceptible de mener à un endommagement, augmente. Par ailleurs, nous avons vu précédemment que les endommagements de fatigue et de fluage étaient nettement

distincts (l'un surfacique procédant par la propagation cyclique de fissures, l'autre volumique, résultant de la croissance et de la coalescence de cavités). Il est donc tout à fait légitime de supposer que la combinaison de ces deux types de sollicitation entrainera le développement des deux endommagements correspondant.



**FIG. 1.37 :** Schémas illustrant différents types d'interactions entre endommagement de fluage et endommagement de fatigue.  $N_{IF}$ ,  $N_{IC}$  et  $N_F$  désignent respectivement le nombre de cycles nécessaire à l'amorçage de fatigue, de cavités de fluage ou de fissures de fluage [Hales, 1980].

Ainsi, le mécanisme le plus souvent avancé pour expliquer la réduction de durée de vie en fatigue avec temps de maintien est illustré à la figure 1.37. Il s'agit de la propagation accélérée de fissures de fatigue dans un matériau endommagé par cavitation (cette dernière peut n'être parfois que localisée en pointe de fissure). La figure 1.37 propose différents cas de figure en fonction des vitesses d'amorçage de chaque type d'endommagement. Des revues larges et documentées proposent de nombreux exemples de mécanismes d'interaction entre fatigue et fluage [Pineau, 1989, Sadananda and Shahinian, 1981]. L'une des manifestations de ces interactions est l'accélération de la propagation des fissures en fatigue, pour des maintiens de durée croissante, mesurée par Skelton [Skelton, 2005]. Plusieurs études rapportent par ailleurs une augmentation de la part d'endommagement intergranulaire lorsqu'un maintien est appliqué en fatigue [Levaillant, 1984] : la figure 1.38 présente l'endommagement intergranulaire généralisé observé sur un échantillon de fatigue-relaxation.

Néanmoins, l'importance de ces interactions est très variable, certaines études [Sugiura et al., 1994] montrent notamment que l'endommagement de fluage classique n'apparaît pas pour tous les types de maintien (différence entre traction et compression). Des approches plus fines et quantitatives, en termes de mécanismes de déformation



**FIG. 1.38 :** Observation d'un endommagement intergranulaire généralisé sur une éprouvette de fatigue-relaxation sur un acier VIRGO à 600°C [Levaillant, 1984].

et d'endommagement sont donc nécessaires. C'est en ce sens que Priest et Ellison [Priest and Ellison, 1981] proposent l'utilisation de cartographies des mécanismes de déformation afin de séparer, en fonction de leur vitesse, les déformations menant à des endommagements de fatigue et ceux conduisant à des endommagements de fluage (figure 1.39). Ce type de décomposition des déformations permet une prédiction de l'endommagement plus fine car elle se base directement sur les mécanismes mis en jeu.

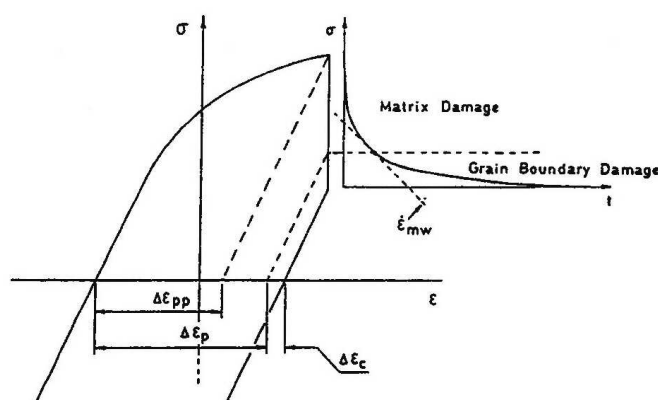


FIG. 1.39 : Exemple de décomposition des déformations en fonction du type d'endommagement créé lors d'un essai de fatigue-relaxation [Priest and Ellison, 1981].

Néanmoins dans certains cas, aucune synergie entre les endommagements de fatigue et les endommagements de fluage n'est observable, dans le sens où l'ajout d'un maintien ne modifie pas la durée de vie en fatigue [Lord and Coffin, 1973, Rao et al., 1988]. Hecht [Hecht, 1992] propose dans sa thèse un récapitulatif de l'impact observé des temps de maintien sur la durée de vie en fatigue, sur une large gamme de matériaux et dans de nombreuses conditions expérimentales (tableau 1.8).

Dans les paragraphes 1.3.1.1 et 1.3.1.3, la nature stochastique des endommagements de fatigue et de fluage, généralement liés à des événements extrêmes (plus grand défaut, contrainte normale maximale,...) a été soulignée. Cependant, à ce jour, seuls quelques travaux [Bina and Bielak, 2001] proposent un cadre d'étude probabiliste global des interactions fatigue-fluage. Des tentatives pratiques [Argence and Pineau, 1995] simulent, par le biais de tirages Monte Carlo des positions et des tailles de fissures amorcées, les phénomènes de propagation et de coalescence de fissures en fatigue et fatigue-fluage.

**1.3.1.4.2 Interaction fatigue-fluage-environnement.** A haute température, l'endommagement en fatigue-fluage est indissociable des phénomènes d'environnement (oxydation, corrosion,...). Ce constat, reconnu de longue date [Pineau, 1989], est même proche de l'euphémisme dans certains cas, puisque plusieurs auteurs n'hésitent pas à conclure que l'endommagement de fluage est négligeable devant l'endommagement

Material	Remarks	Temp. (°C)	$\Delta\epsilon$ (%) (total)	Hold Times (Minutes)			Results on Life	Source
				Tension	Compression	Symmetric		
AISI 304	Austenitic stainless steel	649	0.5 - 2.0	0 - 180	0 - 30	0 - 30	Lowest for T Highest for C,S	Ref. 12
		593	1	S - F	F - S	F-F, S-S	Lowest for S-F Highest for F-F	Ref. 13
AISI 316	Austenitic stainless steel	593	0.5 - 2.0	0.6 - 600	0.6 - 6		Lowest for T C same as CC	Ref. 14
Incoloy 800H	Austenitic stainless steel	535 - 850	0.3 - 2.7	0 - 60	0 - 10	0 - 10	Lowest for T Highest for C,S	Refs. 8, 15-17
A286	Iron based alloy	593	0.005 - 0.01 (plast.)	S - F	F - S	F = S	Lowest for S-F Highest for F-S	Refs. 13,18
1Cr-Mo-V	Low alloy steel	565	0.5 - 3.0	1 - 960	3.0 - 30		Lowest for T	Ref. 19
20Cr/25Ni/Nb	Steel	750	0.01 (plast.)	60	60		Lowest for T C exceeds CC	Ref. 20
NARloy Z	Copper alloy	538	0.2 - 3.0 (inelast.)	S - F	F - S		Lowest for S - F	Ref. 13
OFHC	Copper	400	1	S - F	F - S		Lowest for S-F	Ref. 13
Inconel 617*	Ni-based superalloy	950	0.6	0.083-120	1.0 - 10	0.5 - 5	Lowest for T Reduction for C	Ref. 10
MA 754	Ni-based ODS alloy	850	0.5 - 1.3	0.5 - 5	0.5 - 5	0.5	Lowest for T C,S exceed CC	Ref. 21
Rene 80	Ni-based superalloy	871	0.3 (inelast.)	5.0 - 30	5.0 - 30	2.3 - 15	Lowest for C Highest for T	Ref. 9
Hastelloy X	Superalloy	760	0.5 - 2.0	6.0 - 60	6.0 - 30	6.0 - 60	Lowest for C,S	Ref. 8
Udimet 700**	Superalloy	760	1.6	20 - 60	20 - 60		Lowest for C	Ref. 22
Rene 95	Superalloy	650	0.1 (plast.)	10	10		Lowest for C	Ref. 11
IMI 829	Titanium alloy	600	1	15	15		Lowest for C	Ref. 11
IN 738	Ni-based superalloy	871	0.3 - 0.8	0 - 10	0 - 10		Lowest for C Highest for T	Ref. 17
		850		S - F	F - S	S-S, F-F	Lowest for S-F,S-S	Ref. 23
T = Tension		CC = Continuous Cycling		*Tested in He				
C = Compression		S-F = Slow-Fast		**Dwell at fixed stress level.				
S = Symmetric		F-S = Fast-Slow						

**TAB. 1.8 :** Tableau récapitulatif des effets d'un temps de maintien (en traction ou en compression) sur la durée de vie de différents matériaux [Hecht, 1992]. Les numéros de références sont ceux utilisés au sein de la thèse de Hecht [Hecht, 1992].

résultant de l'interaction entre fatigue et oxydation [James, 1976, Kschinka and Stubbins, 1989]. Comme dans le cas du couplage entre endommagement de fatigue et endommagement de fluage, il existe des domaines de sollicitations (en fonction de la température, de la vitesse et de l'amplitude de déformation, du matériau...) où l'oxydation jouera un rôle prépondérant, en interaction avec la fissuration de fatigue, et d'autres où son rôle sera négligeable. Je me contenterai d'illustrer par quelques exemples l'influence que peut avoir l'environnement sur l'endommagement en fatigue-fluage, une synthèse complète de ces phénomènes étant bien au-delà du cadre de cette étude.

De manière assez intuitive, l'interaction avec un milieu agressif (oxydant, corrosif,...), peut être soit neutre, soit néfaste vis à vis de la durée de vie en fatigue-fluage. Les exemples d'effets bénéfiques de l'oxydation (fissures qui se "ressoudent" [Ikeda and Nii, 1978], émoussement,...) sont largement minoritaires face aux nombreuses études ayant constaté une nette chute de la durée de vie sous air par rapport au vide [Sugiura et al., 1994, Wu and Katada, 2004, Kschinka and Stubbins, 1989].

En ce qui concerne les mécanismes mis en jeu, l'amorçage des fissures de fatigue est, de manière générale, accéléré par la présence d'une couche d'oxyde [Levaillant, 1984, Challenger et al., 1981, Hecht and Weertman, 1998, Hecht and Weertman, 1993], de piqûres de corrosion [Murtaza and Akid, 2000], ou d'oxydation interne [Dyson, 1982, Woodford and Bricknell, 1981, Bricknell and Woodford, 1981b, Bricknell and Woodford, 1981a]. Weiss illustre superbement l'interaction entre mécanisme d'amorçage en fatigue et oxydation (figure 1.40) en mettant en évidence l'oxydation préférentielle le long des bandes de glissement formées en fatigue. L'oxydation interne, quant à elle, entraîne une fragilisation des joints de grains et la présence de fortes contraintes internes locales (oxydation préférentielle des carbures, formation éventuelle de bulles de gaz à l'intérieur du matériau,...) favorisant ainsi l'amorçage intergranulaire de l'endommagement [Woodford, 2004]. Par ailleurs, la rupture d'un film d'oxyde (figure 1.41) sous l'effet de sollicitations cycliques a été mise en avant comme étant le phénomène prépondérant pour expliquer la réduction de durée de vie en fatigue-relaxation sur des aciers à 2.25%Cr [Challenger et al., 1981, Hecht and Weertman, 1993, Hecht and Weertman, 1998], et notamment la différence de durée de vie entre temps de maintien en traction et temps de maintien en compression.

En ce qui concerne la propagation des fissures, l'oxydation joue aussi un rôle prépondérant. Néanmoins, la nature exacte de l'interaction peut, là encore, largement différer d'un cas à l'autre. King et Cotterill [King and Cotterill, 1990] énumèrent un certain nombre d'interactions possibles :

- (i) : la présence d'un film d'oxyde possédant une dureté et un module de Young élevés modifie le comportement en déformation en pointe de fissure.
- (ii) : la présence de gaz adsorbé réduit la réversibilité du glissement entraînant des

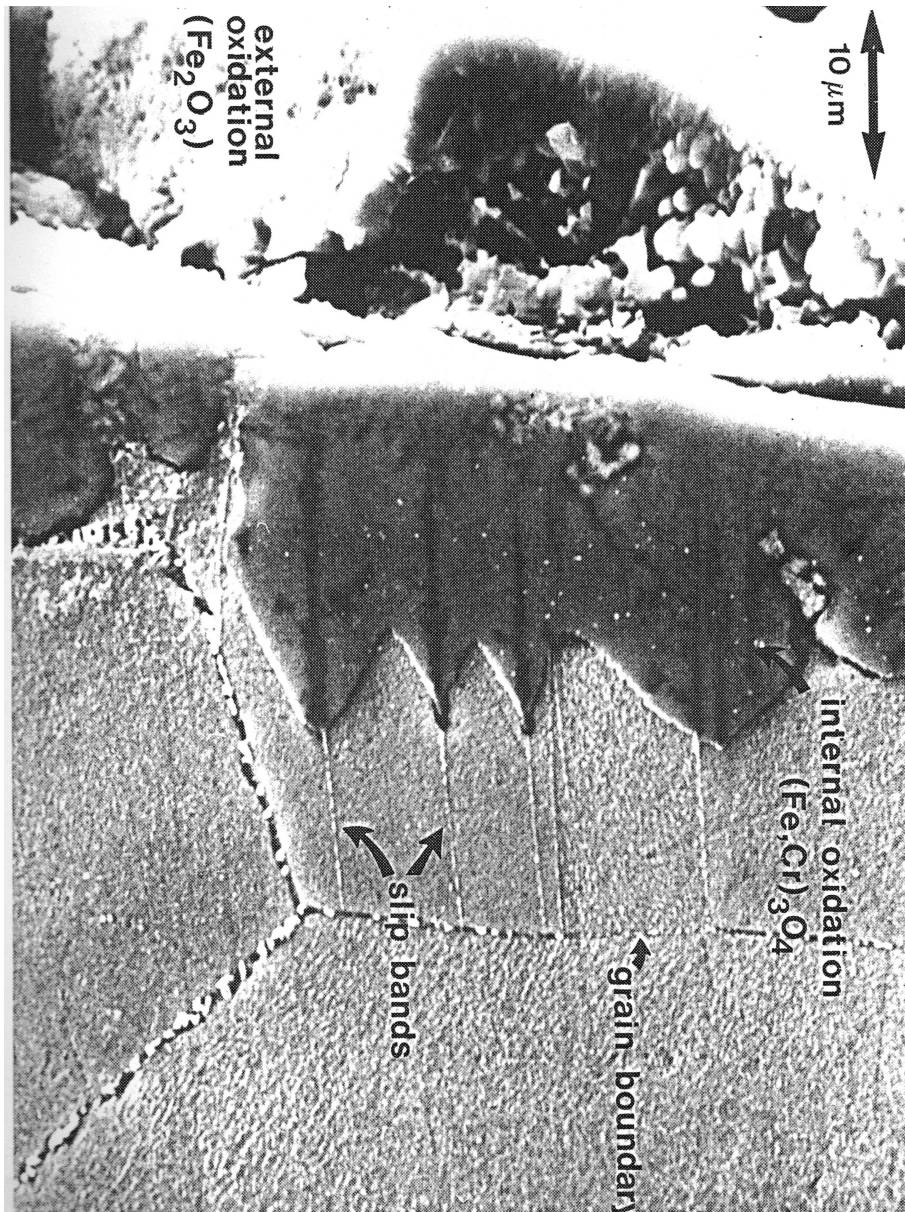
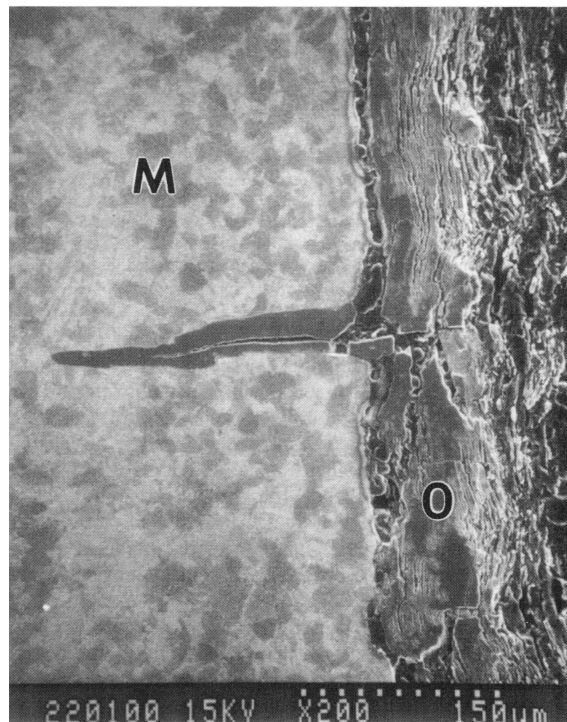


FIG. 1.40 : Oxydation préférentielle le long de bandes de glissement formées en fatigue accélérant l'amorçage des fissures [Weiss, 1992].





**FIG. 1.41** : Fissures de fatigue amorcées par la rupture de la couche d'oxyde sur un acier à 2.25%Cr [Hecht and Weertman, 1998].

vitesses de croissance de fissures plus élevées.

- (iii) : inhibition de la capacité de "ressoudage" des lèvres de la fissure dans la phase de compression.
- (iv) : réduction de l'intensité de la contrainte effective par amoncellement de blocs d'oxyde.
- (v) : la diffusion d'oxygène en avant de la pointe de fissure conduit à une fragilisation (par exemple par oxydation locale des carbures) et modifie le mécanisme de propagation.

La figure 1.42 illustre plusieurs cas possibles d'interaction entre une fissure et une couche d'oxyde. Le plus souvent, les études montrent une accélération de la propagation des fissures en présence d'un milieu oxydant [Challenger et al., 1987, Skelton and Bucklow, 1978, Kschinka and Stubbins, 1989, Woodford, 2004, Ward et al., 1974], et ce, même aux fréquences de sollicitation très élevées [King and Cotterill, 1990]. Outre l'accroissement de la vitesse de propagation, l'environnement joue un rôle sur la morphologie des fissures de fatigue. Dans le cas d'un acier à 2.25%Cr sous vide à haute

température, les fissures présentent de très nombreux embranchements et bifurcations, alors que leur morphologie sous air est bien plus rectiligne.

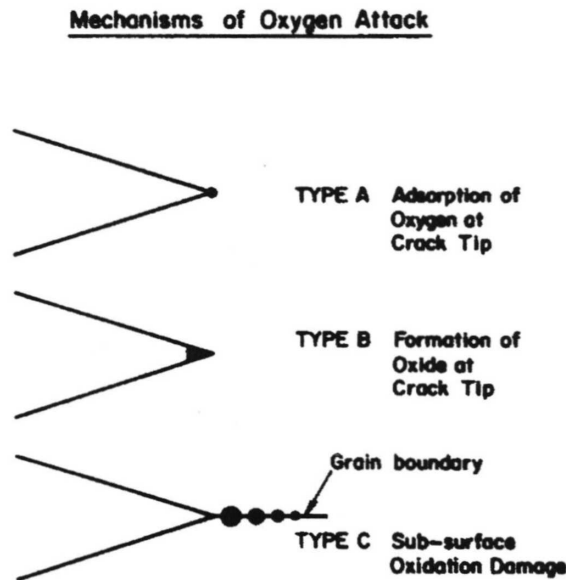


FIG. 1.42 : Possibles interactions en pointe de fissure entre propagation et oxydation [Woodford, 2004].

Enfin, si l'oxydation joue un rôle sur l'endommagement de fatigue-fluage, ce dernier influe sur la vitesse d'oxydation et la nature de la couche formée. L'influence la plus flagrante des sollicitations mécaniques est certainement l'accélération de la cinétique d'oxydation due à la fissuration locale de la couche (figure 1.43). De nombreux auteurs [Singh Raman and Tyagi, 1994, Lloyd et al., 1977, Ikeda and Nii, 1978, Reuchet and Remy, 1983, Barbehön et al., 1987, Skelton and Bucklow, 1978] soulignent ce phénomène et l'incriminent pour expliquer les brusques augmentations de la cinétique d'oxydation souvent observées. En effet, comme le rappelle Weiss [Weiss, 1992], des microfissurations successives de la couche d'oxyde, en détruisant le caractère protecteur de celle-ci, favorisent le transport d'oxygène vers le métal et accélèrent donc la cinétique d'oxydation. Ikeda et Nii [Ikeda and Nii, 1978] notent ainsi que l'épaisseur totale de la couche d'oxyde dépend essentiellement de l'endurance de la couche initiale, l'épaisseur finale étant d'autant plus importante que la fissuration est intervenue tôt. Skelton et Bucklow [Skelton and Bucklow, 1978], quant à eux, concluent que le comportement global à l'oxydation est gouverné par la déformation totale dans le métal et que divers paramètres qui influent directement sur cette contrainte totale, comme la déformation à froid, les traitements thermiques, le dommage de fatigue préalable, déterminent en partie la cinétique d'oxydation.

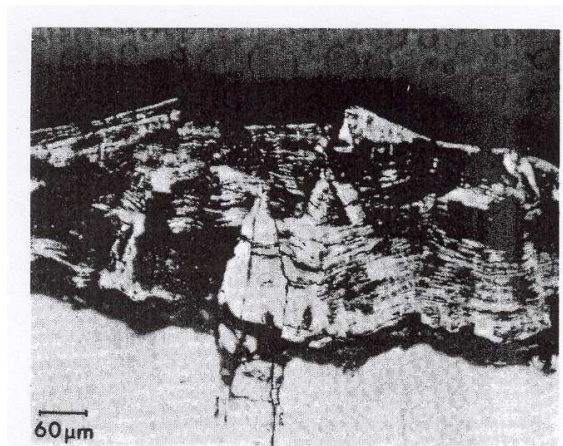


FIG. 1.43 : Observation d'une couche d'oxyde multifissurée présentant une morphologie en feuillets [Skelton and Bucklow, 1978].

#### 1.3.1.5 Modèles de prédiction de durée de vie et calculs de dimensionnement.

Dans le cas de la fatigue pure, des modèles comme ceux de Mura (phase d'amorçage) ou de Tomkins (phase de propagation) ont été utilisés afin de prédire les durées de vie [Salapete et al., 2006, Lee et al., 2005, Kim et al., 2004]. Cette méthodologie est séduisante, d'une part du fait de son caractère relativement économique (un faible nombre d'essais est nécessaire pour caler les paramètres de ces modèles), et d'autre part du fait des bases physiques et des mécanismes qui sous-tendent ces approches.

Néanmoins, dans le cas de la fatigue-fluage, la plupart des approches utilisées consistent à essayer d'évaluer l'endommagement créé, d'une part lors des phases de fluage et d'autre part lors des phases cycliques. L'intérêt principal d'une telle approche est que, pour de nombreux matériaux, les données de fluage pur et de fatigue pure nécessaires à sa mise en oeuvre sont déjà disponibles ou, dans tous les cas, moins coûteuses à obtenir que celles correspondant à des sollicitations combinées (les essais de fatigue-fluage ou fatigue-relaxation sont beaucoup plus complexes à mettre en oeuvre [Bathias and Bâillon, 1997]). De manière assez naturelle, ces premiers paramètres d'endommagement en fatigue-fluage suivent une règle de cumul linéaire, à rapprocher de la loi de Miner en fatigue (utilisée notamment pour définir l'endommagement sous des cycles d'amplitude variablee manière) une simple addition d'un endommagement de fluage et d'un endommagement de fatigue. Bien que séduisantes par leur simplicité, ces méthodes ont très vite été mises en défaut [Lemaitre and Chaboche, 1974, Lemaitre and Chaboche, 1987]. En effet, outre l'absence totale d'effet d'histoire, cette méthode de cumul suppose l'indépendance complète entre l'endommagement de fatigue et celui de fluage. S'il est certes indéniable que la nature de l'endommagement de fluage (cavitation volumique) est distincte de celle de l'endommagement de fatigue (fissuration surfacique), il n'en reste pas moins que des synergies peuvent exister entre eux (figure 1.37).

C'est pourquoi plusieurs autres modèles, basés par exemple sur les concepts de "ductility exhaustion", "time fraction" ou encore "strain range partition" [Spindler, 2005a, Spindler, 2005b, Janson, 1979], sont fréquemment utilisés pour prédire et interpréter les durées de vie en termes d'endommagement de fluage et d'endommagement de fatigue. Un tableau récapitulatif de plusieurs de ces méthodes tiré de [Goswami, 2004] est représenté sur le tableau 1.9. A ce tableau récapitulatif il faut ajouter l'approche préconisée notamment par le code anglais R5 [British-Energy, 2003] et développée par Levailant, Pineau [Levailant, 1984] et Skelton. Ces auteurs considèrent l'endommagement de fatigue-fluage comme étant de même nature que l'endommagement de fatigue (essentiellement de la fissuration), accéléré toutefois par la présence d'un endommagement de fluage. Ils réexpriment ainsi la vitesse de propagation des fissures en fatigue-fluage (CF) par l'équation :

$$\left(\frac{da}{dN}\right)_{CF} = \left(\frac{da}{dN}\right)_{PF} \times \left(\frac{1}{1-D}\right)^2 \quad (1.13)$$

où  $a$  est la longueur de fissure,  $\left(\frac{da}{dN}\right)_{PF}$  sa vitesse de propagation en fatigue pure et  $D$  une mesure de l'endommagement de fluage.

Les modèles prenant en compte de manière explicite les effets d'environnement sont beaucoup plus rares [Murtaza and Akid, 2000] et de ce fait les méthodes présentées dans le tableau 1.9 sont très difficilement extrapolables en température ou d'un environnement à l'autre. Par ailleurs, même si certains auteurs essaient de s'inscrire dans un cadre probabiliste pour leur analyse [Goswami, 2004, Provan, 1981], l'aspect aléatoire des endommagements de fatigue et de fluage est le plus souvent évacué par l'utilisation de simples coefficients de sécurité.

D'un point de vue industriel, les codes de dimensionnement utilisent ce même type de partition entre endommagement de fatigue et endommagement de fluage. Dans le domaine de l'industrie de l'énergie on peut citer les procédures RCCMR [RCC-MR, 1993], ASME [Cabrilat et al., 2006] et R5 [British-Energy, 2003]. Dans le cas du RCCMR et de l'ASME, l'endommagement de fatigue  $D_{fat}$  et de fluage  $D_{flu}$  sont calculés à l'aide des formules suivantes :

$$D_{fat} = \sum_j \left(\frac{n}{N_d}\right) \quad \text{and} \quad D_{flu} = \sum_k \left(\frac{\Delta t}{T_d}\right) \quad (1.14)$$

Avec  $n$  le nombre de cycles de fatigue appliqué,  $N_d$  le nombre de cycles de fatigue pure autorisé au niveau de déformation imposé,  $\Delta t$  la durée des phases de maintien et  $T_d$  le temps de fluage pur autorisé pour une contrainte équivalente. Les deux méthodes diffèrent essentiellement par les facteurs de sécurité et les procédures qu'elles considèrent dans le calcul des nombres de cycles et temps de fluage autorisés. Une enveloppe bilinéaire limite dans le plan  $(D_{fat}, D_{flu})$  est ensuite construite pour les calculs de conception. Ces enveloppes sont présentées sur la figure 1.44, dans le cas de l'acier P91 à 550°C.

Method of life prediction	Life prediction equation	Material parameters needed (n)	Test requirements
Linear life fraction [4]	$1 = \sum N/N_f + \sum t/t_r$	Strain-life data (4) creep-rupture (2-4)	0/0 tests ( $\epsilon_i - N_f$ ) creep rupture, stress relaxation
Strain range partitioning [5]	$N_{ij} = A_{ij} \Delta \epsilon_{ij}^{b_{ij}^k}$ , $ij$ represent PP, PC, CP and CC loops	Four inelastic strain vs. life relations (2 x 4)	Tests producing complex loops PP, PC, CP and CC
Ductility normalized SRP [5]	There are at least 22 versions of SRP applied to specific applications	Plastic + creep ductility (2) Plastic and creep ductility exponents (2)	Tensile tests, short time creep rupture tests
Frequency modified approach [6]	$N_f = [F/\Delta \epsilon_p]^{1/\beta} [v_i/2]^{1-k} [v_c/v_i]^d$	Strain-life data (4) Frequency vs. life (2) Stress-strain (2)	0/0 tests, hold time tests, frequency-life tests
Damage rate approach, DRA (no-creep damage) [7]	$da/dN = a[T][\epsilon_p]^m [\dot{\epsilon}_p]^k$ $da/dN = a[C][\epsilon_p]^m [\dot{\epsilon}_p]^k$	Scaling factors (2) Strain-life (4) Strain rate-life (2)	0/0 tests, metallographic evidence, hold time tests
DRA with creep [7]	$1/c da/dt = G[\epsilon_p]^m [\dot{\epsilon}_p]^k$	Assuming a crack size Scaling factor in creep cavity size (1) Strain-life and rate (6)	Metallographic evidence, creep data, test duration
Damage function method [8]	$C = \sigma_T \Delta \epsilon_p N_f^\beta$	Strain-life (4) Frequency-life (2) Stress-strain (2)	0/0 data, frequency data, stress-life data, hold time data
Damage parameter approach [9]	$d\omega/dt = [C\{\sigma/(1-\omega)\}^\eta]^{n_0}$ $d\sigma/dt H(d\sigma) + C\{\sigma/(1-\omega)\}^\eta H(\sigma)$	Shape correction factor Material parameter (3) Fatigue damage (2) Creep damage (2)	Stress versus damage in creep and fatigue
New method [1]	$N_f = K(\Delta \epsilon_p)^{n-1} (\Delta \epsilon_i / \text{strain rate})^m \sigma_{sat}$	Total strain and life (2) Stress-strain (2)	Continuous fatigue

**TAB. 1.9 :** Tableau récapitulatif des principales méthodes de prédiction de durée de vie en fatigue-fluage [Goswami, 2004].

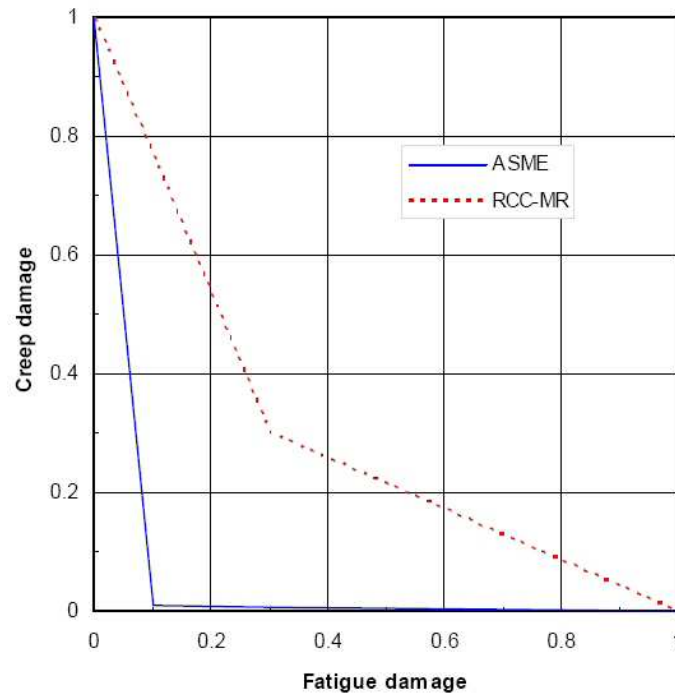


FIG. 1.44 : Enveloppes d'endommagement en fatigue-fluage pour le P91 proposées par l'ASME et le RCCMR à 550°C [Riou, 2006].

### 1.3.2 Comportement mécanique et évolutions microstructurales.

Le terme général de "comportement mécanique" désigne la relation entre la déformation  $\epsilon$  et la contrainte  $\sigma$  à l'échelle macroscopique. Primordiale pour dimensionner n'importe quelle pièce, la connaissance de cette relation, a priori simple à obtenir expérimentalement, s'avère être la conséquence des mécanismes de déformations, parfois complexes et souvent multiples, qui se déroulent à l'échelle des grains (pour les matériaux cristallins), si ce n'est à une échelle plus fine encore. Si connaître le comportement en sollicitation monotone d'un matériau ne présente, la plupart du temps, que peu de difficultés pratiques (tout du moins en sollicitations uniaxiales), obtenir expérimentalement le comportement en fluage ou en fatigue sur des durées industrielles (plusieurs décennies) relève bien davantage de la gageure. L'impossibilité d'obtenir des données expérimentales sur de telles durées oblige à extrapoler le comportement obtenu à court terme. Néanmoins mener de telles extrapolations à partir de la simple donnée du comportement macroscopique est indéniablement hasardeux, voire dangereux. En témoigne la multitude de modèles existant en fatigue-fluage, qui, lorsqu'ils sont extrapolés en dehors du spectre des données expérimentales ayant servi à leur identification, donnent chacun des prédictions significativement différentes [Caillaud and Levailant, 1984]. Afin de fiabiliser les extrapolations de comportement et les prédictions de durée de vie qui en découlent, comprendre et identifier les mécanismes microstructuraux qui régissent le comportement est une étape incontournable.

### 1.3.2.1 Lien entre nature des contraintes et microstructure.

L'identification des mécanismes en question est malheureusement un processus extrêmement coûteux. En effet, seule l'observation de nombreuses lames minces au MET permet d'obtenir un aperçu fin et statistiquement représentatif des microstructures de déformation, l'idéal étant de pouvoir mener de telles observations in-situ lors de la déformation.

Si les observations au MET sont incontournables, il est néanmoins possible, à partir du comportement macroscopique, de remonter à la nature des obstacles microstructuraux responsables de la contrainte (moyenne) mesurée. Plusieurs méthodes expérimentales existent pour ce faire [Feaugas, 1999a, Polak et al., 2001, Polak et al., 1996] et des revues complètes à ce sujet ont d'ores et déjà été publiées [Feaugas, 1999b, Feaugas, 2003, Kafka and Vokoun, 2005]. De plus amples détails sont fournis dans l'annexe A. Je me contenterai ici de revenir sur l'interprétation de tels résultats. En effet, ces méthodes permettent de distinguer trois composantes au sein de la contrainte macroscopique. On extrait en général de ces analyses la contrainte isotrope  $R$ , cinématique  $X$  et visqueuse  $\sigma_v$ .

**1.3.2.1.1 La contrainte isotrope et athermique**  $R$  provient de l'interaction entre les dislocations mobiles et les obstacles à courte portée que sont typiquement les éléments en solution solide ou les arbres de la forêt de dislocations. Ces obstacles sont dits à courte portée car la dislocation ne subit leur influence que lorsqu'elle en est très proche (quelques vecteurs de Burgers  $b$ ). La contrainte correspondante peut, par exemple, être calculée par la formule d'Orowan (cf equation 1.3). Cette contrainte est appelée isotrope car elle est indépendante du sens de parcours de la dislocation.

**1.3.2.1.2 La contrainte cinématique**  $X$ , à l'inverse, est une contrainte provenant d'obstacles à longue portée et de nature directionnelle (ou polarisée). Les obstacles impliqués agissent donc sur les dislocations alors qu'elles sont encore "loin" d'eux (l'influence de tels obstacles peut s'étendre sur tout un diamètre de grain). Par ailleurs, lorsque l'on renverse le sens de sollicitation, la contrainte appliquée change de signe : en fonction du sens de glissement des dislocations, ces contraintes peuvent donc ralentir ou accélérer le glissement. Certains auteurs attribuent à ce caractère directionnel l'existence d'une asymétrie entre le comportement en traction et en compression de divers alliages [Magnin and Driver, 1979, Sondhi et al., 2004, Daniélou et al., 2001]. Les obstacles en question sont donc typiquement des empilements de dislocations aux joints, des maillages de dislocations, la succession de phases "dures" et de phases "molles", la tension de ligne,... (voir figure 1.45). De manière générale ces contraintes sont le fruit d'hétérogénéités microstructurales. Ces dernières peuvent être de nature intragranulaire (structures hétérogènes de dislocations) ou intergranulaire (incompatibilités de déformation entre grains). Dans de nombreux cas, l'origine de ces contraintes intergranulaires est à relier à la production de dislocations dites d'accommodation géométrique [Hughes et al., 2003, Mughrabi, 2006]. Ainsi, Feaugas [Feaugas, 1999b, Haddou et al., 2001, Feaugas and Gaudin, 2001, Feaugas, 2003] propose, dans le cas de l'apparition de cellules de dislocations, une formule

explicite pour calculer la contrainte cinématique intragranulaire :

$$X_{\text{Intra}} = M f_G f_w \alpha \mu b (\sqrt{\rho_w} - \sqrt{\rho_c}) \quad (1.15)$$

Avec  $M$  le facteur de Taylor,  $f_G$  la fraction volumique de grains contenant ces cellules de dislocations,  $f_w$  la fraction volumique de murs de cellules,  $\alpha$  un facteur de proportionnalité,  $\mu$  le module de cisaillement,  $\rho_w$  et  $\rho_c$  les densités de dislocations contenues respectivement dans les murs et les canaux de la microstructure. Des raisonnements et des formules similaires sont proposés par Sedlacek [Sedlacek, 1995a, Sedlacek, 1995b, Pedersen and Carstensen, 2000] et une interprétation très fine des phénomènes à l'échelle des dislocations est développée par Kuhlmann-Wilsdorf et Laird [Kuhlmann-Wilsdorf and Laird, 1979, Kuhlmann-Wilsdorf, 1979b, Kuhlmann-Wilsdorf, 1979a] dans le cas de la fatigue. Par ailleurs plusieurs auteurs ont cherché à évaluer les contraintes induites par la présence de joints ou sous-joints, et ce de manière analytique [Li, 1963, Li, 1960a, Li, 1960b] ou numérique dans le cas de réseaux de sous-joints [Gibeling and Nix, 1980], illustrant bien la portée de telles contraintes.

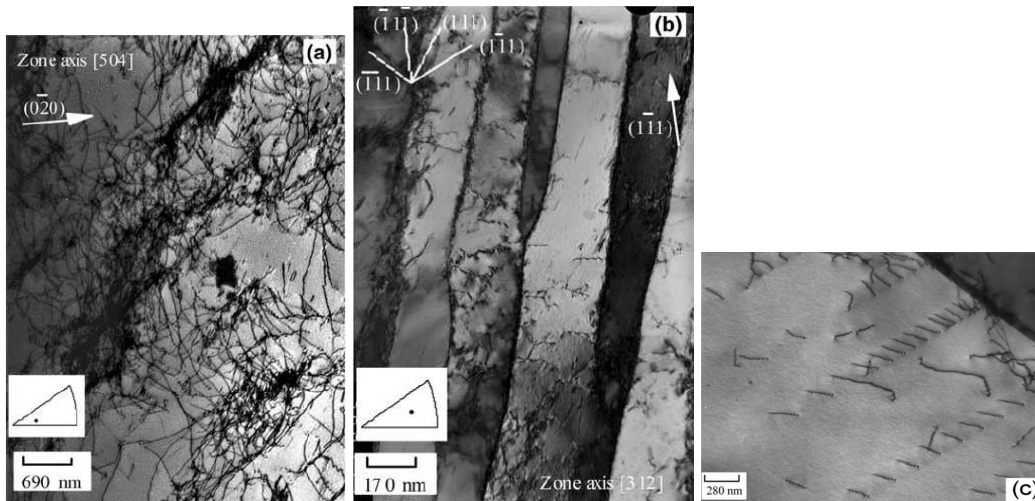


FIG. 1.45 : Exemples d'obstacles à longue portée entraînant des contraintes de nature cinématique : a) amas polarisés de dislocations, b) murs polarisés de dislocations et c) empilement de dislocations sur un joint de grain [Gaudin and Feaugas, 2004].

**1.3.2.1.3 La contrainte visqueuse**  $\sigma_v$  est, comme son nom l'indique, liée à la température et à la vitesse de déformation. Thermiquement activée, cette contrainte peut être utilisée pour remonter au calcul du volume d'activation du mécanisme de déformation étudié.

### 1.3.2.2 Comportement en fluage.

La figure 1.46 représente l'évolution de la déformation typiquement obtenue lors d'un essai de fluage. Le premier stade, dit de fluage primaire, est généralement assez rapide :



la microstructure de dislocations évolue jusqu'à atteindre une configuration proche de l'équilibre qui correspond au fluage secondaire. Dans ce stade, la vitesse de déformation est constante et va mener à la formation de l'endommagement de fluage que nous avons évoqué au paragraphe 1.3.1.3. C'est lorsque cet endommagement atteint une valeur critique que l'on entre dans le fluage tertiaire au cours duquel la vitesse de déformation va augmenter continûment jusqu'à rupture.

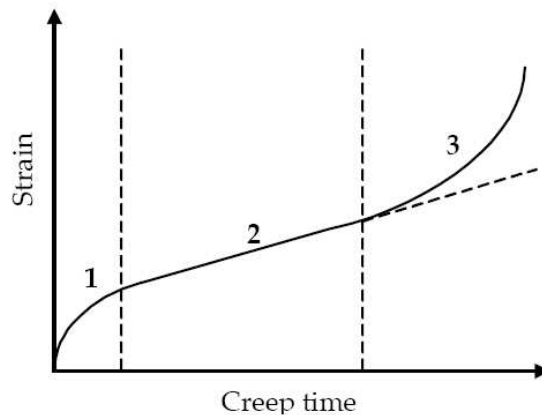


FIG. 1.46 : Schéma d'une courbe de fluage classique pour un alliage métallique [Gaffard, 2005].

Sur la base des cartes de déformation établies par Frost et Ashby [Frost and Ashby, 1982] (figure 1.48), trois principaux types de mécanisme régissant la déformation de fluage peuvent être mis en lumière :

- La montée et le glissement dévié des dislocations.
- La diffusion (ou Harper-Dorn creep).
- Le glissement des joints de grains.

Plusieurs auteurs [Gaffard, 2005, Priest and Ellison, 1981, Blum, 2001, Miller, 1987] proposent différentes équations permettant d'estimer la vitesse de fluage pour chacun de ces mécanismes. L'apparition du mécanisme de glissement des joints de grain dépend fortement de la température d'essai puisque ces glissements proviennent de la montée de dislocations le long des joints [Benoit, 2004, Lücke and Gottstein, 1981, Estrin and Lücke, 1981], comme le confirment les observations menées à l'échelle atomique (figure 1.47) [Merkle and Thompson, 2001]. Une étude récente [Winning et al., 2002, Winning, 2003] met par ailleurs en évidence l'importance de la nature du joint : la vitesse de glissement est directement fonction de la désorientation du joint considéré.

Ces mouvements de joints et de dislocations entraînent une évolution de l'arrangement des dislocations et de la microstructure en général [Poirier, 1981], de même que lors de recuits ou traitements de recristallisation [Argaman et al., 2001]. En effet, en fonction de la microstructure de départ, on peut observer des phénomènes de rotation

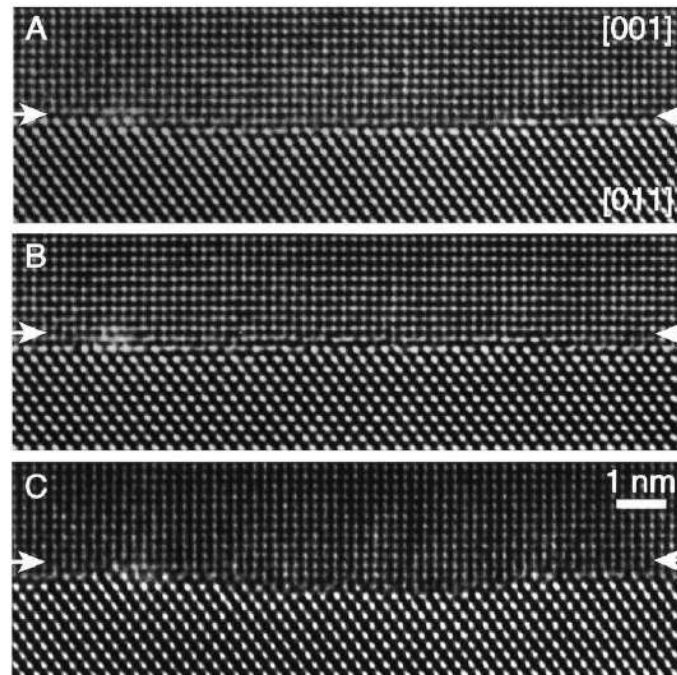


FIG. 1.47 : Observation au MET du phénomène de GBS en fluage [Murayama et al., 2002] au sein de fer nanocristallin.

de grain [Guillope, 1981], de recombinaisons, d'annihilations et de grossissement de sous-grains [Caillard and Martin, 1982, Prinz et al., 1982], ou encore la formation de sous-joints [McQueen, 1977], augmentant ainsi la désorientation globale du matériau comme cela a pu être mesuré [Fukuoka et al., 2002, Gundlach et al., 2004] et modélisé de manière statistique [Pantleon and Stoyan, 2000, Pantleon and Hansen, 2001, Pantleon, 2001] (probabilité pour que des dislocations se rencontrant forment des dipôles ou des groupes de dipôles). D'autres simulations, présupposant l'existence de réseaux de dislocations dont les dimensions évoluent [Ostrom and Lagneborg, 1976], sont aussi proposées dans la littérature. D'autres approches, considérant cette fois l'évolution globale des densités de dislocations [Kocks, 1976, Rauch, 1993], s'inscrivent dans le cadre général de la déformation (visco)plastique des matériaux et relie la résistance mécanique à la densité des joints et sous-joints de la microstructure, revisitant ainsi la loi de Hall-Petch.

Comme nous l'avons vu au paragraphe 1.3.2.1, la contrainte interne  $X$  est directement liée à la quantité et à la nature des joints de la microstructure. Ainsi, les évolutions au cours du fluage (formation de sous-joints, grossissement de sous-grains,...) vont modifier la valeur de cette contrainte cinématique [Milicka et al., 1995]. Ici encore de nombreuses approches existent pour exprimer une telle contribution de la microstructure. On peut citer à titre d'exemple l'expression approchée de la contrainte interne résultant de la flexion de sous-joints proposée par Argon et Takeuchi [Argon and Takeuchi, 1981] :

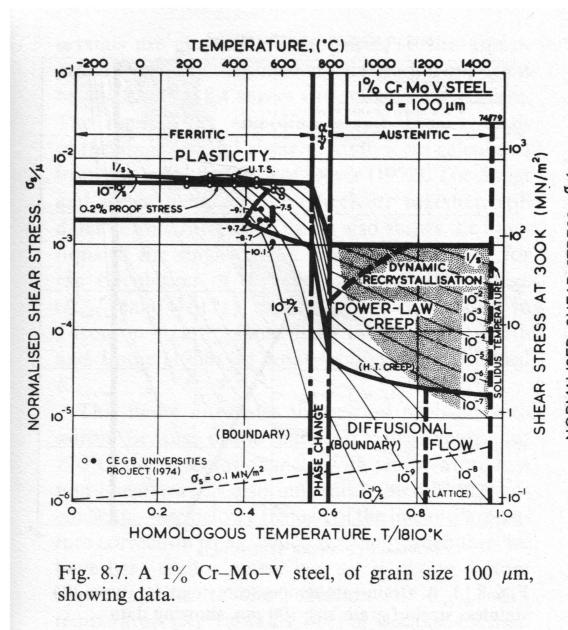


Fig. 8.7. A 1% Cr-Mo-V steel, of grain size 100  $\mu\text{m}$ , showing data.

FIG. 1.48 : Carte de déformation pour les aciers 1Cr-Mo-V [Frost and Ashby, 1982].

$$\sigma_i = \frac{1}{8} \mu \theta \frac{y}{\delta} \quad (1.16)$$

avec  $\theta$  la désorientation du sous-joint,  $y$  sa flèche et  $\delta$  sa longueur.  $\frac{y}{\delta}$  peut ensuite être exprimé en fonction de la contrainte appliquée, ce qui mène à une formulation explicite de la contrainte interne. En se basant sur ce type d'analyse ainsi que sur des observations au MET très détaillées, plusieurs auteurs [Morris and Martin, 1984b, Morris and Martin, 1984a, Milicka et al., 1995] soulignent que seule la contrainte effective ( $\sigma_{\text{eff}} = \sigma - X$ ) pilote la vitesse de déformation. Ceci mène donc à réexprimer l'équation 1.10 :

$$\dot{\epsilon}_s = A \times \sigma_{\text{eff}}^m \quad (1.17)$$

En plus de l'influence des joints, en tant qu'obstacles au mouvement des dislocations, un autre facteur métallurgique joue un rôle de premier plan quant à la tenue au fluage. Il s'agit évidemment de l'état de précipitation et des éléments en solution solide. En effet, qu'il s'agisse de faire obstacle au mouvement des dislocations ou d'épingler les joints, minimisant ainsi les phénomènes de Grain Boundary Sliding (GBS), la présence de précipités et d'une solution solide efficaces est indissociable d'une bonne tenue au fluage [Deleury et al., 1981, Burton, 1977]. Dans le cas des aciers ferritiques et martensitiques, l'une des études les plus exhaustive de l'effet des éléments d'addition sur le comportement en fluage est publiée dès 1970 [Argent et al., 1970]. Les auteurs comparent les résultats de plus de 700 essais de fluage, illustrant ainsi les influences combinées du chrome, vanadium, molybdène et niobium et de divers traitements thermiques sur la forme de la courbe de fluage. Enfin, si certains auteurs signalent une influence de l'oxydation sur le comporte-

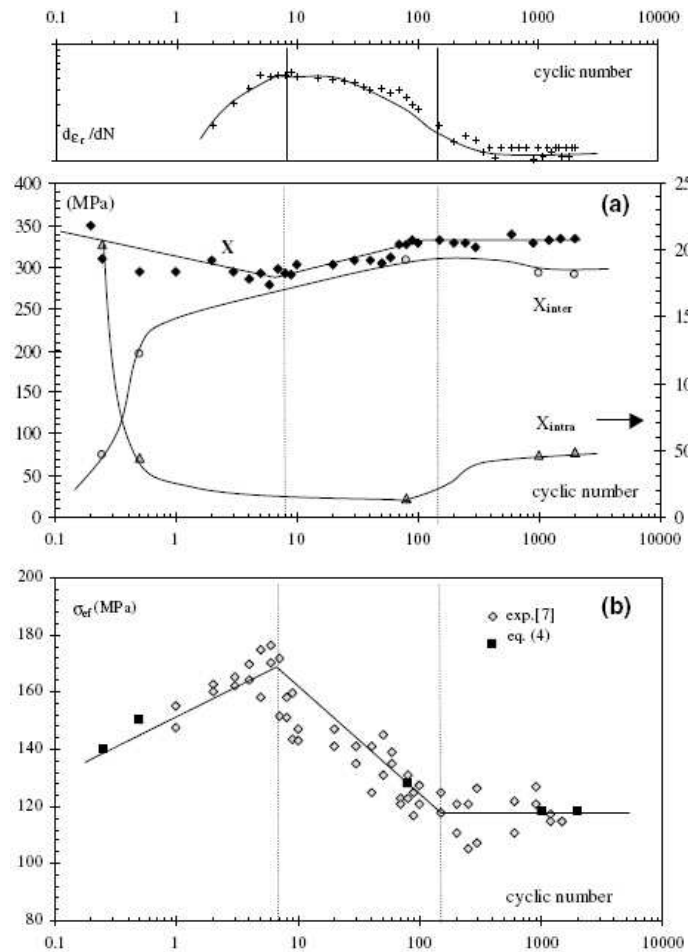
ment en fluage [Lacombe, 1981], peu de données ou d'explications semblent aujourd'hui disponibles.

### 1.3.2.3 Comportement en fatigue.

La déformation de fatigue provient principalement du glissement des dislocations le long des systèmes activés par la sollicitation. A haute température viennent s'ajouter les phénomènes de montée et de glissement dévié qui sont intrinsèquement liés au processus de diffusion. De part son caractère irréversible et du fait du nombre, souvent élevé, de systèmes de glissement activés, les sollicitations de fatigue font intervenir de nombreuses interactions entre les dislocations qui pilotent la déformation. Ces interactions, qui modifient la densité globale de dislocations, peuvent prendre la forme d'intersections, de verrous, d'annihilation, de dipôles, etc... [Essmann and Mughrabi, 1979, Kayali and Plumtree, 1982]. Par ailleurs, des structures de dislocations (cellules, bandes de glissement persistantes (PSB),...) peuvent apparaître, ces dernières minimisant l'énergie globale du système en écrantant leurs champs de contrainte respectifs [Holt, 1970, Rauch, 1993, Peeters et al., 2001]. L'ensemble de ces évolutions peut mener à toute une variété de comportements différents, allant de l'adoucissement au durcissement cyclique (la figure 1.49 présente un exemple d'évolution complexe (durcissement et adoucissement) des contraintes lors d'essais cycliques sur un acier austénitique). Dans la mesure où les aciers à 9-12%Cr sont connus pour s'adoucir, je n'aborderai que les phénomènes liés à l'adoucissement cyclique, et ce brièvement.

L'adoucissement cyclique qui consiste en une perte de résistance mécanique au fil des cycles (à déformation imposée constante, la contrainte mesurée décroît) est bien plus préoccupant, en termes de dimensionnement de composants, que le durcissement. Il s'agit d'un phénomène observé sur des matériaux aussi divers que des alliages de nickel [Risbet et al., 2001, Charpigny and Henon, 1981], de zirconium [Bolmaro et al., 2004], de titane [Dickson et al., 1983, Luquiau et al., 1997, Beranger et al., 1993, Feaugas and Clavel, 1997], de cuivre [Polak and Klesnil, 1984], de magnésium [Mathis et al., 2004] ou divers aciers contenant 2.25% [Jones and Van Den Avyle, 1980] ou 5%Cr [Mebarki et al., 2004]. Si le phénomène d'adoucissement dépend le plus souvent de la température et du niveau de déformation imposé, un certain nombre de phénomènes généraux peuvent être mis en évidence.

Pour les alliages tirant une grande part de leur résistance mécanique d'un durcissement par précipitation, les phénomènes de cisaillement et de redissolution des précipités du fait du glissement des dislocations peuvent entraîner une diminution de la contrainte cinématique [Risbet et al., 2001]. Par ailleurs une chute de la densité de dislocations peut aussi entraîner une baisse de  $R$  en réduisant les interactions dues à la forêt de dislocations [Mathis et al., 2004]. Néanmoins, le plus souvent, l'adoucissement cyclique est lié à une diminution des hétérogénéités microstructurales, et donc à une perte de contrainte cinématique [Beranger et al., 1993, Feaugas and Clavel, 1997]. Si la formation de bandes



**FIG. 1.49 :** Exemple d'évolution complexe des contraintes au cours du cyclage d'un acier austénitique : phase de durcissement suivie d'un adoucissement. a) Evolution des contraintes cinématiques intra et intergranulaires, b) evolution de la contrainte isotrope [Gaudin and Feaugas, 2004].

de glissement intense est bien une source d'hétérogénéités et de contrainte cinématique intragranulaire [Risbet et al., 2001], l'arrangement de ces bandes en structures de types murs et canaux ou labyrinthe [Petrenec et al., 2006, Feugas, 1999b] permet de créer des chemins de glissement facile pour les dislocations mobiles (voir figure 1.50). Par ailleurs, l'accroissement du nombre de bandes de glissement correspond généralement à une augmentation du nombre de grains plastifiés, réduisant ainsi les contraintes internes intergranulaires [Feugas and Clavel, 1997].

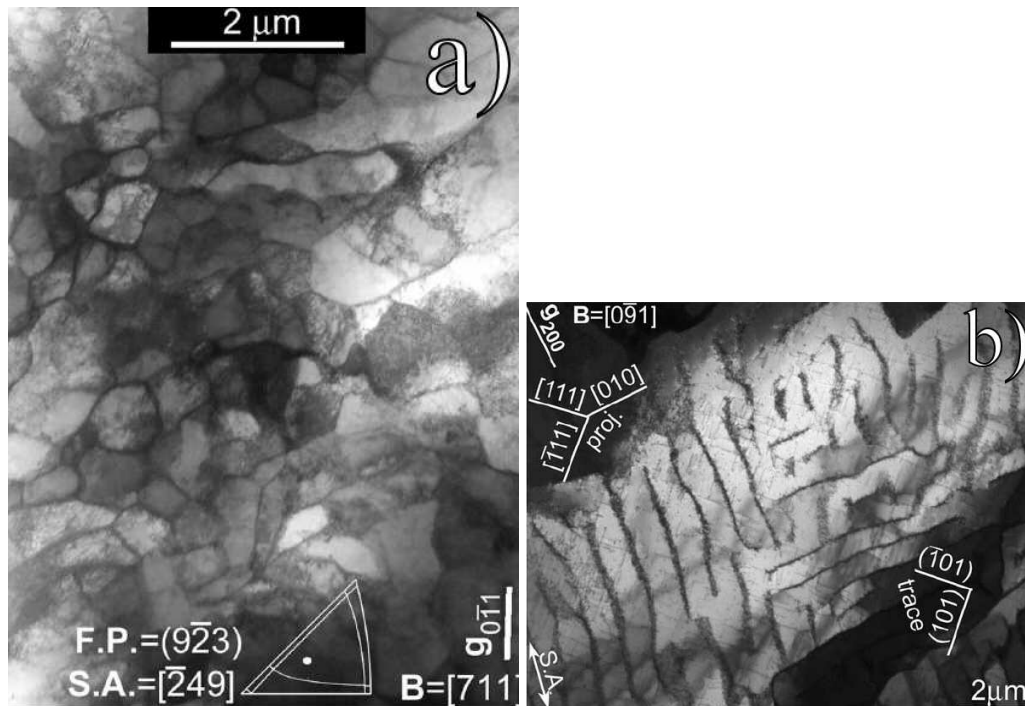


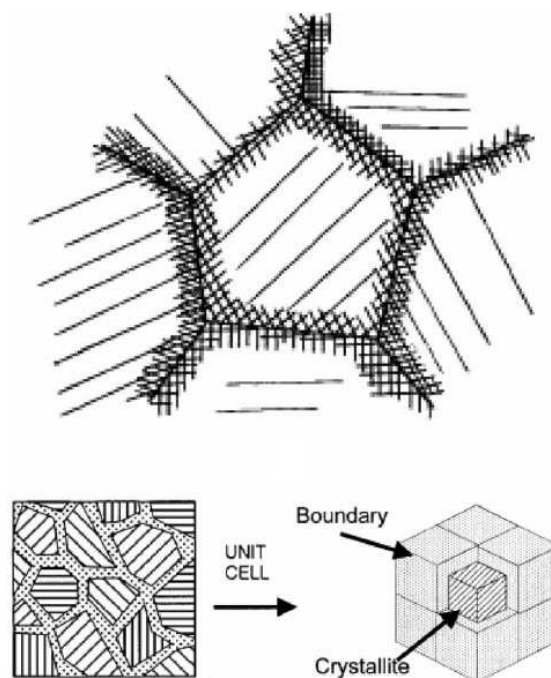
FIG. 1.50 : Exemples de structure de dislocations formées en fatigue sur un acier ferritique : a) cellules de dislocations et b) structures en labyrinthe [Petrenec et al., 2006].

#### 1.3.2.4 Cas des matériaux à très petits grains (UFG et nanomatériaux).

Comme nous l'avons vu dans le paragraphe 1.2.2.1, les tailles des micro-grains des aciers à 9-12%Cr sont de l'ordre de quelques centaines de nanomètres. Même s'il est abusif de parler de matériau nanocristallin, les aciers à 9-12%Cr se rapprochent néanmoins des matériaux dits à grains ultra-fins (UFG en anglais). Ce constat microstructural est d'autant plus pertinent que le comportement cyclique des aciers à 9-12%Cr présente des similarités avec celui observé sur des matériaux UFG, notamment le cuivre.

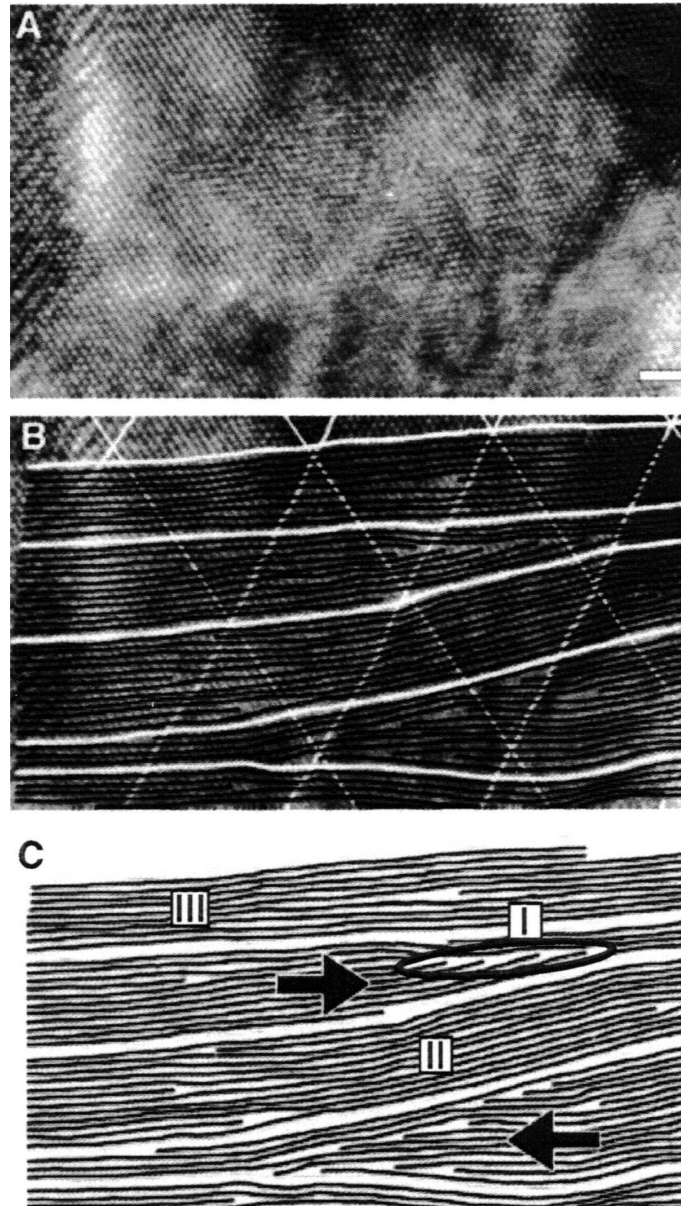
Une revue très large, tant de la microstructure que des propriétés mécaniques de cette classe de matériaux, est proposée par Meyers et al. [Meyers et al., 2005]. Dans le cas des matériaux nanocristallins la grande proportion de joints favorise les phénomènes de GBS [Vinogradov et al., 2001, Kim and Estrin, 2005] du fait d'une diffusion accélérée.

En outre des calculs théoriques [Nes et al., 2005, Nazarov, 1996] semblent démontrer que l'effet Hall-Petch reste pertinent jusqu'aux tailles submicroniques. Plus particulièrement, les modèles basés sur le concept d'empilement de dislocations restent théoriquement valides, même si de nombreux auteurs considèrent ces matériaux comme des alliages biphasés comme l'illustre la figure 1.51 (une phase pour la matrice et une phase pour les joints). Cependant d'autres mécanismes de déformation plus "exotiques" apparaissent : on peut, par exemple, citer des localisations de la déformation par formation de "disclinations" (figure 1.52) qui sont définies comme des défauts linéaires caractérisés par une rotation de la maille cristalline [Ovid'ko, 2002, Murayama et al., 2002].



**FIG. 1.51 :** Modèle à deux phases de polycristaux nanocristallins [Meyers et al., 2005]

Cependant, outre ces particularités, on retrouve de nombreuses caractéristiques communes avec les aciers à 9-12%Cr. Tout d'abord, dans les deux cas, la faible taille des grains entraîne l'existence d'une forte contrainte cinématique  $X$  [Mughrabi et al., 2004, Vinogradov et al., 2001, Höppel et al., 2006]. Par ailleurs, pour certains matériaux à grains ultra-fins, on observe un adoucissement cyclique associé à un grossissement de la microstructure ou à la formation de structures de dislocations [Agnew and Weertman, 1998, Kim et al., 2003, Maier et al., 2006]. Néanmoins, ce phénomène d'adoucissement n'est pas universel parmi les matériaux à grains ultra-fins. En effet, qu'il s'agisse d'alliages de titane, d'aciers ou même de certains alliages de cuivre [Vinogradov et al., 2001, Maier et al., 2006, Kunz et al., 2006, Höppel et al., 2006] à grains ultra-fins, un phénomène d'écrouissage cyclique peut aussi être mesuré. En ce qui concerne le cuivre, il semblerait que



**FIG. 1.52 :** Observation de "disclinations" dans un matériau nanocristallin : a) image MET haute résolution, b) les lignes blanches soulignent les distortions des plans 110 quasi horizontaux et c) schéma obtenu par soustraction des deux images précédentes [Ovid'ko, 2002].



la stabilité de la microstructure, et donc sa propension à s'adoucir ou non, soit directement liée à la pureté du matériau étudié [Kunz et al., 2006]. Il suffirait en effet d'infimes quantités d'éléments en solution solide pour épingler les joints et ainsi stabiliser la microstructure, empêchant de fait le matériau de s'adoucir. En termes de durée de vie, si pour les grands nombres de cycles une petite taille de grain semble améliorer la limite d'endurance [Hanlon et al., 2003, Chapetti et al., 2004, Lukas et al., 2006], dans le cas de la fatigue oligocyclique l'aspect bénéfique des grains ultra-fins est plus discuté [Höppel et al., 2006].

## 1.4 Conclusions de l'étude bibliographique.

La présente étude bibliographique avait pour but, d'une part de présenter la famille des aciers à 9-12%Cr en introduisant leurs principales propriétés microstructurales et, d'autre part, de présenter un panel assez large des phénomènes d'endommagement et de comportement en fatigue et en fluage. En ce qui concerne les aciers à 9-12%Cr, les principaux points à retenir sont :

- Ces aciers possèdent une microstructure dite de martensite revenue.
- Plusieurs échelles imbriquées coexistent au sein de cette microstructure : les anciens grains austénitiques ( $15 \leq \bar{d} \leq 50\mu m$ ), les paquets et blocs de lattes ( $5 \leq \bar{d} \leq 15\mu m$ ), les lattes de martensite (longueur de quelques  $\mu m$  et largeur de quelques centaines de  $nm$ ) et enfin les sous-grains ( $200 \leq \bar{d} \leq 700nm$ ).
- Des relations d'orientations (Kurdjumov-Sachs ou Nishiyama-Wassermann) théoriques permettent de prédire les désorientations entre blocs de lattes.
- Les différents éléments d'addition permettent d'obtenir un état de précipitation constitué essentiellement de deux populations. Tout d'abord des précipités de type  $M_{23}C_6$  composés principalement de fer et de chrome ( $100 \leq \bar{d} \leq 200nm$ ) et situés préférentiellement le long des joints de la microstructure. Par ailleurs, des précipités plus fins ( $20 \leq \bar{d} \leq 100nm$ ) de type  $MX$  ( $VN, VC, NbC, \dots$ ) décorent l'ensemble de la matrice et des joints.
- Une forte densité de dislocations est mesurable à l'état de réception, i.e. après revenu ( $(10^{14} \leq \rho \leq 10^{15}m^{-2})$ ).
- Ces aciers présentent un faible écrouissage à température élevée.

Concernant les mécanismes d'endommagement en fatigue et en fluage et leurs interactions, j'insisterai sur les points suivants :

- L'amorçage en fatigue est de nature surfacique et provient le plus souvent du relief créé par les extrusions et intrusions liées aux bandes de glissement, de défauts de surface (inclusion, usinage,...) ou d'une interaction avec les phénomènes d'oxydation. L'un des modèles les plus couramment utilisé pour prédire l'amorçage par des mécanismes d'intrusion/extrusion est celui de Mura et Tanaka.
- L'amorçage de l'endommagement en fluage est volumique et le plus souvent intergranulaire.
- En fatigue oligocyclique les fissures se propagent dans la plupart des cas dans un matériau totalement plastifié. De ce fait beaucoup de modèles basés sur des considérations élastiques sont inapplicables. Un modèle simple et souvent utilisé avec succès est celui de Tomkins.
- De nombreuses interactions sont possibles entre les endommagements de fatigue et ceux de fluage. La diversité de ces mécanismes rend peu probable la formulation d'un modèle "universel" et difficiles, voire dangereuses, la plupart des extrapolations.
- A haute température les phénomènes d'oxydation ou plus généralement d'interaction avec l'environnement jouent un rôle primordial tant sur l'amorçage que sur la propagation de l'endommagement en fatigue-fluage.

En termes de comportement je me contenterai de souligner les considérations générales ci-dessous :

- Seule la compréhension des mécanismes microstructuraux responsables du comportement cyclique (adoucissement ou durcissement) permet d'extrapoler ce dernier hors de la base de données expérimentales.
- Si les observations au MET sont indispensables, il est possible, en première approche, d'identifier les principaux phénomènes physiques responsables du comportement en fatigue par le biais des méthodes de décomposition des contraintes ( $X$ ,  $R$  et  $\sigma_v$ ).
- La formation de microstructures de dislocations (labyrinthes, cellules, murs,...), la taille de grain, la nature des joints, l'interaction des dislocations avec les précipités et les éléments en solution solide, l'évolution de cet état de précipitation ainsi que les phénomènes de restauration sont les principaux éléments responsables du comportement mécanique en fatigue-fluage.

## Bibliographie

- [Abe, 2004] Abe, F. (2004). Coarsening behavior of lath and its effects on creep rates in tempered martensitic 9Cr-W steels. *Materials Science & Engineering A*, 387-389 :565–569.
- [Abe et al., 2001] Abe, F., Horiuchi, T., Taneike, M., Kimura, K., Muneki, S., and Igarashi, M. (2001). Creep strain behavior during microstructure evolution in tempered martensitic advanced 9Cr steels. In *Proceedings of the 10th joint International Conference on Creep & Fracture of Engineering Materials and Structures*.
- [Abe et al., 2004] Abe, F., Horiuchi, T., Taneike, M., and Sawada, K. (2004). Stabilization of martensitic microstructure in advanced 9Cr steel during creep at high temperature. *Materials Science & Engineering A*, 378 :299–303.
- [Abe et al., 1992] Abe, F., Nakazawa, S., Araki, H., and Noda, T. (1992). The role of microstructural instability on creep behavior of a martensitic 9Cr-2W steel. *Metallurgical Transactions*, 23A :469–477.
- [Agnew and Weertman, 1998] Agnew, S. and Weertman, J. (1998). Cyclic softening of ultrafine grain copper. *Materials Science & Engineering A*, 244 :143–153.
- [Alamo et al., 1996] Alamo, A., Brachet, J.-C., Castaing, A., and Foucher, C. (1996). pages 121–134. The Minerals, Metals and Materials Society.
- [Alexandre et al., 2004] Alexandre, F., Deyber, S., and Pineau, A. (2004). Modelling of the optimum grain size on the low cycle fatigue life of a Ni based superalloy in the presence of two possible crack initiation sites. *Scripta Materialia*, 50 :25–30.
- [Argaman et al., 2001] Argaman, N., Levy, O., and Markov, G. (2001). Dislocation pattern formation - simulations of annealing in two dimensions. *J. Phys. IV France*, 11.
- [Argence and Pineau, 1995] Argence, D. and Pineau, A. (1995). in *Structural Materials, the Donald MCLean Symposium*, pages 229–257. The Institute of Materials.
- [Argent et al., 1970] Argent, B., Van Niekerk, M., and Redfern, G. (1970). Creep of ferritic steels. *Journal of the Iron and Steel Institute*, pages 830–843.
- [Argon and Takeuchi, 1981] Argon, A. and Takeuchi, S. (1981). Internal stresses in power-law creep. *Acta Metallurgica*, 29 :1877–1884.
- [Auzoux, 2004] Auzoux, Q. (2004). *Fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques - Influence de l'écroûissage sur l'endommagement intergranulaire*. PhD thesis, Ecole des Mines de Paris.
- [Barbehön et al., 1987] Barbehön, J., Rahmel, A., and Schütze, M. (1987). in *Low cycle fatigue and elasto-plastic behaviour of materials*. Elsevier applied science.
- [Barcelo, 2003] Barcelo, F. (2003). Caractérisation de la microstructure de l'acier martensitique EUROFER par EBSD - influence de la taille de l'ancien grain austénitique. Note technique CEA/DEN/DMN/SRMA 2003-2525.

- [Barcelo and Brachet, 1994] Barcelo, F. and Brachet, J.-C. (1994). Quantification par analyse d'images de la taille de l'ancien grain austénitique des aciers martensitiques 9Cr-1Mo. *La revue de métallurgie*, pages 255–266.
- [Bathias and Bâillon, 1997] Bathias, C. and Bâillon, J.-P. (1997). *La fatigue des matériaux et des structures*. Hermès, Paris.
- [Beere, 1981a] Beere, W. (1981a). pages 29–57. J. Gittus, Applied science publishers LTD.
- [Beere, 1981b] Beere, W. (1981b). in *Cavities and cracks in creep and fatigue.*, pages 1–27. J. Gittus, Applied science publishers LTD.
- [Benoit, 2004] Benoit, W. (2004). High-temperature relaxations. *Materials Science & Engineering A*, 370 :12–20.
- [Beranger et al., 1993] Beranger, A., Feaugas, X., and Clavel, M. (1993). Low cycle fatigue behavior of an  $\alpha+\beta$  titanium alloy : Ti6246. *Materials Science & Engineering A*, 172 :31–41.
- [Bertolino et al., 2005] Bertolino, G., Doquet, V., and Sauzay, M. (2005). Modelling of the scatter in short fatigue cracks growth kinetics in relation with polycrystalline microstructure. *International Journal of Fatigue*, 27 :471–480.
- [Bina and Bielak, 2001] Bina, V. and Bielak, O. (2001). Probabilistic model of creep and fatigue interaction. In *Proceedings of the 10th joint International Conference on Creep & Fracture of Engineering Materials and Structures*, pages 36–44.
- [Bloom et al., 2004] Bloom, E., Zinkle, S., and Wiffen, F. (2004). Materials to deliver the promise of fusion power - progress and challenges. *Journal of Nuclear Materials*, 329-333 :12–19.
- [Blum, 2001] Blum, W. (2001). Creep of crystalline materials : experimental basis, mechanisms and models. *Materials Science & Engineering A*, 319-321 :8–15.
- [Bolmaro et al., 2004] Bolmaro, R., Signorelli, J., Brokmeier, H., Armas, A., Herenu, S., and Alvarez-Armas, I. (2004). Cyclic softening mechanisms of Zry-4 at room temperature : the unlikely influence of texture variations. *Scripta Materialia*, 51 :617–621.
- [Bonade et al., 2004] Bonade, R., Spätig, P., Schäublin, R., and Victoria, M. (2004). Plastic flow of martensitic model alloys. *Materials Science & Engineering A*, 387-389 :16–21.
- [Brachet, 1991] Brachet, J.-C. (1991). *Alliages martensitiques 9Cr-1Mo : effets de l'addition de l'azote, du niobium et du vanadium sur la microstructure, les transformations de phase et les propriétés mécaniques*. PhD thesis, Université de Paris-sud, Orsay.
- [Braithwaite, 1854] Braithwaite, F. (1854). On the fatigue and consequent fracture of metals. *Institution of civil engineering - Minutes of the proceedings*, XIII :463–474.
- [Brückner-Foit and Huang, 2006] Brückner-Foit, A. and Huang, X. (2006). Numerical simulation of micro-crack initiation of martensitic steel under fatigue-loading. *International Journal of Fatigue*, 28 :963–971.

- [Bricknell and Woodford, 1981a] Bricknell, R. and Woodford, D. (1981a). Grain boundary embrittlement of the iron-base superalloy IN309A. *Metallurgical transactions A*, 12 :1673–1680.
- [Bricknell and Woodford, 1981b] Bricknell, R. and Woodford, D. (1981b). The embrittlement of nickel following high temperature air exposure. *Metallurgical transactions A*, pages 425–433.
- [Briggs and Parker, 1965] Briggs, J. and Parker, T. (1965). *The super 12%Cr steels*. Climax Molybdenum Company, New York.
- [Brillet, 2003] Brillet, H. (2003). Comportement en fatigue d'un acier à 9%Cr à 550°C. Note technique CEA/DEN/DMN/SRMA 2003-2525.
- [British-Energy, 2003] British-Energy (2003). R5, Assessment procedure for the high temperature response of structures.
- [Burton, 1977] Burton, B. (1977). *Diffusional creep of polycrystalline materials*. Trans Tech Publications, Bay Village, USA.
- [Cabrillat et al., 2006] Cabrillat, M., Allais, L., Mottot, M., Riou, B., and Escaravage, C. (2006). Creep fatigue behavior and damage assessment for Mod 9C-1Mo steel. In *Proceedings of PVP2006-ICPVT-11, Canada, Vancouver*.
- [Caillard and Martin, 1982] Caillard, D. and Martin, J. (1982). Microstructure of aluminium during creep intermediate temperature - II. In situ study of subboundary properties. *Acta Metallurgica*, 30 :791–798.
- [Cailletaud and Levailant, 1984] Cailletaud, G. and Levailant, C. (1984). Creep-fatigue life prediction : what about initiation ? *Nuclear Engineering and Design*, 83 :279–292.
- [Cayron et al., 2006] Cayron, C., Artaud, B., and Briottet, L. (2006). Reconstruction of parent grains from EBSD data. *Materials Characterization*, 57 :386–401.
- [Cerri et al., 1998] Cerri, E., Evangelista, E., Spigarelli, S., and Bianchi, P. (1998). Evolution of microstructure in a modified 9Cr-1Mo steel during short term creep. *Materials Science & Engineering A*, 245 :285–292.
- [Challenger et al., 1987] Challenger, K., Skelton, R., and Kamen, J. (1987). The effect of oxidation on fatigue crack growth in 2.25Cr-1Mo steel at 525°C : a metallographic examination. *Materials Science & Engineering A*, 91 :1–6.
- [Challenger et al., 1981] Challenger, K. D., Miller, A., and Brinkman, C. (1981). An explanation for the effects of hold periods on the elevated temperature fatigue behavior of 2 1/4 Cr-1Mo steel. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 103 :7–14.
- [Chandler and Kwofie, 2005] Chandler, H. and Kwofie, S. (2005). A description of cyclic creep under conditions of axial cyclic and mean stresses. *International Journal of Fatigue*, 27 :541–545.
- [Chapetti et al., 2004] Chapetti, M., Miyata, H., Tagawa, T., Miyata, T., and Fujioka, M. (2004). Fatigue strength of ultra-fine grained steels. *Materials Science & Engineering A*, 381 :331–336.

- [Chapetti et al., 2005] Chapetti, M., Miyata, H., Tagawa, T., Miyata, T., and Fujioka, M. (2005). Fatigue crack propagation behaviour in ultra-fine grained low carbon steel. *International Journal of Fatigue*, 27 :235–243.
- [Charpigny and Henon, 1981] Charpigny, J. and Henon, J. (1981). Influence d'une pré-déformation par fatigue sur le comportement en fluage de l'alliage inconel 718. In *Proceedings of the 23ème colloque de métallurgie - Fluage, Fatigue-fluage, Action de l'environnement*. Masson, pages 168–180.
- [Choudhary et al., 1999] Choudhary, B., Bhanu Sankara Rao, K., Mannan, S., and Kashyap, B. (1999). Influence of prior thermal ageing on tensile deformation and fracture of forged thick section 9Cr-1Mo ferritic steel. *Journal of Nuclear Materials*, 273 :315–325.
- [Cottrell and Hull, 1957] Cottrell, A. and Hull, D. (1957). *Proceedings of the Royal Society*, A242 :211.
- [Creusot-Marrel, 1986] Creusot-Marrel (1986). Analyse de coulée de la nuance Z10 CDV Nb 9-1.
- [Daniélou et al., 2001] Daniélou, A., Rivat, J., Robillard, M., Stolarz, J., and Magnin, T. (2001). Fatigue mechanisms in an interstitial free steel : analysis through the behaviour of UHP -iron doped with C and Mn. *Materials Science & Engineering A*, 319-321 :550–554.
- [de Carlan and Guetaz, 2000] de Carlan, Y. and Guetaz, L. (2000). Analyse morphologique et cristallographique de la structure martensitique dans l'acier EUROFER. Note technique CEA/DEN/DMN/SRMA 00-2400.
- [Deleury et al., 1981] Deleury, M., Donati, J., and Strudel, J. (1981). Fluage et evolution structurale d'aciers austénitiques CND 17-13 au Mo. In *Proceedings of the 23ème colloque de métallurgie - Fluage, Fatigue-fluage, Action de l'environnement*. Masson, pages 59–72.
- [Dickson et al., 1983] Dickson, J., Handfield, L., and L'Esperance, G. (1983). Cyclic softening and thermally activated deformation of titanium and zirconium. *Materials Science & Engineering A*, 64 :L3–L7.
- [Dimmler et al., 2005] Dimmler, G., Weinert, P., and Cerjak, H. (2005). Extrapolation of short term creep rupture data - the potential risk of over-estimation. In *Creep & Fracture in high temperature components - Design & life assessment issues*, London UK, Destech Publications Inc, pages 165–176.
- [Déprés, 2004] Déprés, C. (2004). *Modélisation physique des stades précurseurs de l'endommagement en fatigue dans l'acier inoxydable austénitique 316L*. PhD thesis, INPG.
- [Déprés et al., 2004] Déprés, C., Robertson, C., and Fivel, M. (2004). Crack initiation in fatigue : experiments and three-dimensional dislocation simulations. *Materials Science & Engineering A*, 387-389 :288–291.

- [Dronhofer et al., 2003] Dronhofer, A., Pesicka, J., Dlouhy, A., and Eggeler, G. (2003). On the nature of internal interfaces in tempered martensite ferritic steels. *Z. Metallkd.*, 94 :511–520.
- [Dubey et al., 2005] Dubey, J., Chilukuru, H., Chakravartty, J., Schwienheer, M., Scholz, A., and Blum, W. (2005). Effects of cyclic deformation on subgrain evolution and creep in 9-12%Cr-steels. *Materials Science & Engineering A*, 406 :152–159.
- [Dyson, 1982] Dyson, B. (1982). An analysis of carbon/oxygen gas bubble formation in some nickel alloys. *Acta Metallurgica*, 30 :1639–1646.
- [Eggeler, 1989] Eggeler, G. (1989). The effect of long-term creep on particle coarsening in tempered martensite ferritic steels. *Acta Metallurgica*, 37 :3225–3234.
- [Eggeler and Dlouhy, 2005] Eggeler, G. and Dlouhy, A. (2005). Boron segregation and creep in ultra-fine grained tempered martensitic ferritic steels. *Zeitschrift Metallkunde*, 7 :743–748.
- [Eggeler et al., 1987] Eggeler, G., Nilsvang, N., and Ilschner, B. (1987). Microstructural changes in a 12% chromium steel during creep. *Steel Research*, 2 :87–103.
- [Ennis and Czyska-Filemonowicz, 2002] Ennis, P. and Czyska-Filemonowicz, A. (2002). Recent advances in creep resistant steels for power plant application. *OMMI*, 1.
- [Ennis and Quadackers, 2000] Ennis, P. and Quadackers, W. (2000). 9-12% chromium steels : application limits and potential for further development. In *Parsons 2000 advanced materials for 21st century turbines and power plant. Proceedings of the fifth international Charles Parsons turbine conference*, pages 265–274.
- [Ennis et al., 2000] Ennis, P., Zielinska-Lipiec, A., and Czyska-Filemonowicz, A. (2000). Quantitative microscopy and creep strength of 9% chromium steels for advanced power stations. In *Parsons 2000 advanced materials for 21st century turbines and power plant. Proceedings of the fifth international Charles Parsons turbine conference*, pages 498–507.
- [Essmann and Mughrabi, 1979] Essmann, U. and Mughrabi, H. (1979). Annihilation of dislocations during tensile and cyclic deformation and limits of dislocations densities. *Philosophical Magazine*, A40 :731–756.
- [Estrin and Lücke, 1981] Estrin, Y. and Lücke, K. (1981). Grain boundary motion - II. The effect of vacancy production on steady state grain boundary motion. *Acta Metallurgica*, 29 :791–799.
- [Evans, 1984] Evans, H. (1984). *Mechanisms of creep fracture*. Elsevier applied science publishers LTD.
- [Feugas, 1999a] Feugas, X. (1999a). Contribution à la compréhension des mécanismes de déformation plastique et d'endommagement des matériaux : un point de vue expérimental. Mémoire d'habilitation à diriger des recherches.
- [Feugas, 1999b] Feugas, X. (1999b). On the origin of the tensile flow stress in the stainless steel AISI 316L at 300K : back stress and effective stress. *Acta materialia*, 47 :3617–3632.

- [Feaugas, 2003] Feaugas, X. (2003). Tensile and cyclic hardening : Back and effective stresses concepts and their applications. *Recent. Res. Devel. Mat. Sci.*, 4 :35–64.
- [Feaugas and Clavel, 1997] Feaugas, X. and Clavel, M. (1997). Cyclic deformation behaviour of an  $\alpha/\beta$  titanium alloy - I. Micromechanisms of plasticity under various loading paths. *Acta Materialia*, 45 :2685–2701.
- [Feaugas and Gaudin, 2001] Feaugas, X. and Gaudin, C. (2001). Different levels of plastic strain incompatibility during cyclic loading : in terms of dislocation density and distribution. *Materials Science & Engineering A*, 309-310 :382–3850.
- [Ferrié et al., 2005] Ferrié, E., Buffière, J.-Y., and Ludwig, W. (2005). 3D characterisation of the nucleation of a short fatigue crack at a pore in a cast Al alloy using high resolution synchrotron microtomography. *International Journal of Fatigue*, 27 :1215–1220.
- [Framatome, 2002] Framatome (2002). Approvisionnement de tôles et fabrication de joints soudés en acier de nuance Z10 CDV Nb 9-1 pour le CEA/SACLAY.
- [François et al., 1998] François, D., Pineau, A., and Zaoui, A. (1998). *Mechanical behaviour of materials II*. Kluwer Academic Pub.
- [Frost and Ashby, 1982] Frost, H. and Ashby, M. (1982). *Deformation-mechanism maps*. Pergamon Press.
- [Fukuoka et al., 2002] Fukuoka, C., Morishima, K., Yoshizawa, H., and Mino, K. (2002). Misorientation development in grains of tensile strained and crept 2.25%Cr-1%Mo steel. *Scripta Materialia*, 46 :61–66.
- [Furtado et al., 2007] Furtado, H., de Almeida, L., and Le May, I. (2007). Precipitation in 9Cr-1Mo steel after creep deformation. *Material Characterization*, 58 :72–77.
- [Gaffard, 2005] Gaffard, V. (2005). *Experimental study and modelling of high temperature creep flow and damage behaviour of 9Cr1Mo-NbV steels and weldments*. PhD thesis, Ecole des Mines de Paris.
- [Gaudin and Feaugas, 2004] Gaudin, C. and Feaugas, X. (2004). Cyclic creep process in AISI 316L stainless steel in terms of dislocation patterns and internal stresses. *Acta Materialia*, 52 :3097–3110.
- [Gibeling and Nix, 1980] Gibeling, J. and Nix, W. (1980). A numerical study of long range internal stresses associated with subgrain boundaries. *Acta Metallurgica*, 28 :1743–1752.
- [Gieseke et al., 1993] Gieseke, B., Brinkman, C., and Maziasz, P. (1993). *The influence of thermal aging on the microstructure and fatigue properties of modified 9Cr-1Mo steel*. In *Microstructures and mechanical properties of aging material*, TMS The Minerals, Metals & Materials Society.
- [Goswami, 2004] Goswami, T. (2004). Development of generic creep-fatigue life prediction. *Materials & Design*, 25 :277–288.
- [Gourgues, 2002] Gourgues, A.-F. (2002). Electron backscatter diffraction and cracking. *Materials Science and Technology*, 18 :119–133.



- [Gourgues et al., 2000] Gourgues, A.-F., Flower, H., and Lindley, T. (2000). Electron backscattering diffraction study of acicular ferrite, bainite, and martensite steel microstructures. *Materials Science and Technology*, 16 :26–40.
- [Götz and Blum, 2003] Götz, G. and Blum, W. (2003). Influence of thermal history on precipitation of hardening phases in tempered martensite 10%Cr-steel X12CrMoWVNbN 10-1-1. *Materials Science & Engineering A*, 348 :201–207.
- [Guetaz et al., 2003] Guetaz, L., Miller, J.-P., and Urvoy, S. (2003). Mécanismes de déformation de l'acier martensitique EUROFER. Note technique CEA/DTEN/SMP/LSMM 2002/128.
- [Guillope, 1981] Guillope, M. (1981). Recristallisation dynamique et fluage. In *Proceedings of the 23ème colloque de métallurgie - Fluage, Fatigue-fluage, Action de l'environnement*. Masson, pages 103–111.
- [Gundlach et al., 2004] Gundlach, G., Pantleon, W., Lauridsen, E., Margulies, L., Doherty, R., and Poulsen, H. (2004). Direct observation of subgrain evolution during recovery of cold-rolled aluminium. *Scripta Materialia*, 50 :477–481.
- [Guttmann, 1974] Guttmann, D. (1974). *Etude du revenu de la martensite dans les aciers faiblement alliés à 2% de manganèse. Influence de l'antimoine*. PhD thesis, Université de Nancy, 1974.
- [Haddou et al., 2001] Haddou, H., Gaudin, C., and Feaugas, X. (2001). Stacking fault energy (s.f.e.) and grain size effects (d) on the tensile behaviour of f.c.c. polycrystalline alloys at 300K : Back stress and effective stress evolutions. *J. Phys. IV. France*, 11.
- [Hald, 1998] Hald, J. (1998). in *Modelling of microstructural evolution in creep resistant materials*, pages 1–14. A. Strang et al., London.
- [Hald, 2001] Hald, J. (2001). In *Proceedings of the 3<sup>rd</sup> conference on "Advances in material technology for fossil power plants*, pages 115–124. R. Wiswanathan et al., Swansea.
- [Hales, 1980] Hales, R. (1980). A Quantitative metallographic assessment of microstructural degradation of type 316 Stainless steel during creep-fatigue. *Fatigue of Engineering Materials and Structures*, 3 :339–356.
- [Hanlon et al., 2003] Hanlon, T., Kwon, Y., and Suresh, S. (2003). Grain size effects on the fatigue response of nanocrystalline metals. *Scripta Materialia*, 49 :675–680.
- [Hansson and Melin, 2005] Hansson, P. and Melin, S. (2005). Dislocation-based modelling of the growth of a microstructurally short crack by single shear due to fatigue loading. *International Journal of Fatigue*, 27 :347–356.
- [Hecht and Weertman, 1993] Hecht, R. and Weertman, J. (1993). Periodic oxide cracking on Fe<sub>2.25</sub>Cr<sub>1</sub>Mo produced by high temperature fatigue tests with a compression hold. *Metallurgical Transactions*, 24 :327–333.
- [Hecht and Weertman, 1998] Hecht, R. and Weertman, J. (1998). The effect of environment on High-Temperature hold time fatigue behaviour of annealed 2.25 pct Cr 1 pct Mo steel. *Metallurgical and Materials Transactions*, 29A :2137–2145.

- [Hecht, 1992] Hecht, R. L. (1992). *Mechanisms operating during high-temperature fatigue with hold periods in two chromium ferritic steels*. PhD thesis, Northwestern University.
- [Hoff, 1953] Hoff, N. (1953). *Journal of Applied Mechanics*, 20 :105.
- [Holdsworth, 2001] Holdsworth, S. (2001). Creep-fatigue properties of high temperature turbine steels. *Materials at High Temperature*, 18 :261–265.
- [Holt, 1970] Holt, D. (1970). *Journal of Applied Physics*, 41 :1970.
- [Hoshide and Socie, 1988] Hoshide, T. and Socie, D. (1988). Crack nucleation and growth modeling in biaxial fatigue. *Engineering Fracture Mechanics*, 29 :287–299.
- [Höppel et al., 2006] Höppel, H., Kautz, M., Xu, C., Murashkin, M., Langdon, T., Valiev, R., and Mughrabi, H. (2006). An overview : Fatigue behaviour of ultrafine-grained metals and alloys. *International Journal of Fatigue*, 28 :1001–1010.
- [Härkegard et al., 2005] Härkegard, G., Denk, J., and Stärk, K. (2005). Growth of naturally initiated fatigue cracks in ferritic gas turbine rotor steels. *International Journal of Fatigue*, 27 :715–726.
- [Hughes et al., 2003] Hughes, D., Hansen, N., and Bammann, D. (2003). Geometrically necessary boundaries, incidental dislocation boundaries and geometrically necessary dislocations. *Scripta Materialia*, 48 :147–153.
- [Igarashi et al., 2000] Igarashi, M., Muneki, S., Kutsumi, H., Itagaki, T., Fujitsuna, N., and Abe, F. (2000). A new concept for strengthening of advanced ferritic steels for USC power plant. In *Parsons 2000 advanced materials for 21st century turbines and power plant. Proceedings of the fifth international Charles Parsons turbine conference*, pages 334–347.
- [Ikeda and Nii, 1978] Ikeda, Y. and Nii, K. (1978). Microcrack generation and its healing in the oxide scale formed on Fe-Cr alloys. *Oxidation of metals*, 12 :487–502.
- [James, 1976] James, L. (1976). Some questions regarding the interaction of creep & fatigue. *Journal of Engineering Material & Technology*, page 235.
- [Janson, 1979] Janson, J. (1979). Damage model of creep-fatigue interaction. *Engineering Fracture Mechanics*, 11 :397–403.
- [Jemian et al., 1991] Jemian, P., Weertman, J., Long, G., and Spal, R. (1991). Characterization of 9Cr-1MoVNb steel by anomalous small-angle X-ray scattering. *Acta Metallurgica*, 39 :2477–2487.
- [Jones et al., 1991] Jones, W., Hills, C., and Polonis, D. (1991). Microstructural evolution of modified 9Cr-1Mo steel. *Metallurgical Transactions*, 22A :1049.
- [Jones and Van Den Avyle, 1980] Jones, W. and Van Den Avyle, J. (1980). Substructure and strengthening mechanisms in 2.25 Cr-1 Mo steel at elevated temperatures. *Materials Science & Engineering A*, 11 :1275.
- [Kachanov, 1994] Kachanov, M. (1994). Elastic solids with many cracks and related problems. *Advances in Applied Mechanics*, 30.

- [Kachanov, 2003] Kachanov, M. (2003). On the problems of crack interactions and crack coalescence. *International Journal of Fracture*, 120 :537–543.
- [Kafka and Vokoun, 2005] Kafka, V. and Vokoun, D. (2005). On backstresses, overstresses, and internal stresses represented on the mesoscale. *International Journal of Plasticity*, 21 :1461–1480.
- [Kaneko et al., 2004] Kaneko, K., Matsumura, S., Sakate, A., Fujita, K., Moon, W., Ozaki, S., Nishimura, N., and Tomokiyo, Y. (2004). Characterization of carbides at different boundaries of 9Cr-steel. *Materials Science & Engineering A*, 374 :82–89.
- [Kayali and Plumtree, 1982] Kayali, E. and Plumtree, A. (1982). Stress-substructure relationship in cyclically and monotonically deformed avy slip mode metals. *Metallurgical Transactions A*, 13 :1033–1041.
- [Kim et al., 2003] Kim, H., Choi, M., Chung, C., and Shin, D. (2003). Fatigue properties of ultrafine grained low carbon steel produced by equal channel angular pressing. *Materials Science & Engineering A*, 340 :243–250.
- [Kim and Estrin, 2005] Kim, H. and Estrin, Y. (2005). Phase mixture modeling of the strain rate dependent mechanical behavior of nanostructured materials. *Acta Materialia*, 53 :765–772.
- [Kim et al., 2004] Kim, H., Lee, C., Park, S., and Shin, D. (2004). Quantitative analysis on low cycle fatigue damage : a microstructural model for the prediction of fatigue life. *Materials Science & Engineering A*, 379 :210–217.
- [Kimura et al., 2000] Kimura, K., Kushima, K., Abe, F., Suzuki, K., Kumai, S., and Satoh, A. (2000). Microstructural change and degradation behaviour of 9Cr-1Mo-V-Nb steel in the long term. In *Parsons 2000 advanced materials for 21st century turbines and power plant. Proceedings of the fifth international Charles Parsons turbine conference*, pages 590–602.
- [King and Cotterill, 1990] King, J. and Cotterill, P. (1990). Role of oxides in fatigue crack propagation. *Materials Science and Technology*, 6 :19–31.
- [Kitahara et al., 2006] Kitahara, H., Ueji, R., Tsuji, N., and Minamino, Y. (2006). Crystallographic features of lath martensite in low-carbon steel. *Acta Materialia*, 54 :1279–1288.
- [Klueh et al., 2005] Klueh, R., Hashimoto, N., and Maziasz, P. (2005). Development of new nano-particle-strengthened martensitic steels. *Scripta Materialia*, 53 :275–280.
- [Kocks, 1976] Kocks, U. (1976). Laws for work hardening & low temperatures creep. *Journal of Engineering Materials and Technology*, pages 76–85.
- [Korcakova, 2002] Korcakova, L. (2002). *Microstructure evolution in high strength steel for power plant application : microscopy and modelling*. PhD thesis, Technical University of Denmark.
- [Kostka et al., 2007] Kostka, A., Tak, K., Hellmig, R., Estrin, Y., and Eggeler, G. (2007). On the contribution of carbides and micrograin boundaries to the creep strength of tempered martensite ferritic steels. *Acta Materialia*, 55 :539–550.

- [Kschinka and Stubbins, 1989] Kschinka, B. and Stubbins, J. (1989). Creep-fatigue-environment interaction in a bainitic 2.25wt.%Cr-1wt.%Mo steel forging. *Materials Science & Engineering A*, 110 :89–102.
- [Kuhlmann-Wilsdorf, 1979a] Kuhlmann-Wilsdorf, D. (1979a). Dislocation behavior in fatigue. III. Properties of loop patches - Do they participate in fatigue cycling? *Materials Science & Engineering A*, 39 :127–139.
- [Kuhlmann-Wilsdorf, 1979b] Kuhlmann-Wilsdorf, D. (1979b). Dislocation behavior in fatigue. IV. Quantitative interpretation of friction stress and back stress derived from hysteresis loops. *Materials Science & Engineering A*, 39 :231–245.
- [Kuhlmann-Wilsdorf and Laird, 1979] Kuhlmann-Wilsdorf, D. and Laird, C. (1979). Dislocation behavior in fatigue. II. Friction stress and back stress as inferred from an analysis of hysteresis loops. *Materials Science & Engineering A*, 372 :111–120.
- [Kunz et al., 2006] Kunz, L., Lukas, P., and Svoboda, M. (2006). Fatigue strength, microstructural stability and strain localization in ultrafine-grained copper. *Materials Science & Engineering A*, 424 :97–104.
- [Kurdjumov and Sachs, 1930] Kurdjumov, G. and Sachs, G. (1930). *Z. Phys.*, 64 :325–343.
- [Lacombe, 1981] Lacombe, P. (1981). Influence de l'environnement et de la structure métallurgique sur le comportement au fluage des métaux et de leurs alliages. In *Proceedings of the 23ème colloque de métallurgie - Fluage, Fatigue-fluage, Action de l'environnement*. Masson.
- [Lücke and Gottstein, 1981] Lücke, K. and Gottstein, G. (1981). Grain boundary motion - I. Theory of vacancy production and vacancy drag during grain boundary motion. *Acta Metallurgica*, 29 :779–789.
- [Lee et al., 2005] Lee, K., Hong, S., Yoon, S., and Lee, S. (2005). A new high temperature life correlation model for austenitic and ferritic stainless steels. *International Journal of Fatigue*, 27 :1559–1563.
- [Lemaitre and Chaboche, 1974] Lemaitre, J. and Chaboche, J. (1974). A non-linear model of creep-fatigue damage cumulation and interaction. In *Proceedings of IUTAM Symposium on the Mechanics of Viscoelastic Media and Bodies*, Gothenburg.
- [Lemaitre and Chaboche, 1987] Lemaitre, J. and Chaboche, J.-L. (1987). *Mechanics of Solid Materials*. Springer-Verlag.
- [Levaillant, 1984] Levaillant, C. (1984). *Approche métallographique de l'endommagement d'aciers inoxydables austénitiques sollicités en fatigue plastique ou en fluage : description et interprétation physique des interactions fatigue-fluage-oxydation*. PhD thesis, Ecole des Mines de Paris.
- [Li, 1960a] Li, J. (1960a). Some elastic properties of an edge dislocation wall. *Acta Metallurgica*, 8.
- [Li, 1960b] Li, J. (1960b). The interaction of parallel edge dislocations with a simple tilt dislocation wall. *Acta Metallurgica*, 8 :296–311.

- [Li, 1963] Li, J. (1963). Petch relation and grain boundary sources. *Transactions of the Metallurgical Society of Aime*, 227 :239–247.
- [Li and Yang, 2006] Li, Y. and Yang, C. (2006). Approximate analysis of interaction of closely spaced cracks. *Journal of Mechanics of Materials and Structures*, 1 :147–162.
- [Lin et al., 1986] Lin, M., Fine, M., and Mura, T. (1986). Fatigue crack initiation on slip bands : theory and experiment. *Acta Metallurgica*, 34 :619–628.
- [Lloyd et al., 1977] Lloyd, G., Saunders, S., Kent, B., and Fursey, A. (1977). Breakaway oxydation of Fe-10%Cr and Fe-20%Cr at temperatures up to 600°C. *Applied Surface Science*, 17 :269–299.
- [Lord and Coffin, 1973] Lord, D. and Coffin, L. (1973). Low cycle fatigue hold time behavior of Cast Rene 80. *Metallurgical Transactions*, 4 :1647–1654.
- [Lukas et al., 2006] Lukas, P., Kunz, L., and Svoboda, M. (2006). Fatigue strength of ultrafine-grained copper. In *Proceedings of the Conference Fatigue 2006, Atlanta, Elsevier Ltd*.
- [Luquiau et al., 1997] Luquiau, D., Feaugas, X., and Clavel, M. (1997). Cyclic softening of the Ti-10V-2Fe-3Al titanium alloy. *Materials Science & Engineering A*, 224 :146–156.
- [Maday and Pilloni, 2005] Maday, M.-F. and Pilloni, L. (2005). Hydrogen effects on the tensile and fatigue properties of Eurofer'97. *Fusion Engineering and Design*, 75-79 :957–961.
- [Magnin and Driver, 1979] Magnin, T. and Driver, J. (1979). The influence of strain rate on the low cycle fatigue properties of single crystals and polycrystals of two ferritic alloys. *Materials Science & Engineering A*, 39 :175–185.
- [Maier et al., 2006] Maier, H., Gabor, P., Niendorf, T., Karaman, I., Haouaoui, M., and Sutter, S. (2006). A comparative study on the fatigue behavior of ultrafine grained bcc and fcc materials. In *Proceedings of the Conference Fatigue 2006, Atlanta, Elsevier Ltd*, page FT37.
- [Man et al., 2004] Man, J., Petre nec, M., Obrtlík, K., and Polak, J. (2004). AFM and TEM study of cyclic slip localization in fatigued ferritic X10CrAl24 stainless steel. *Acta Materialia*, 52 :5551–5561.
- [Marder and Marder, 1969] Marder, J. and Marder, A. (1969). *Transactions of the ASME*, 62.
- [Masuyama and Yokoyama, 1995] Masuyama, F. and Yokoyama, T. (1995). *New steels for advanced plant up to 620°C*, pages 30–44. E. Metcalfe, EPRI, USA.
- [Mathis et al., 2004] Mathis, K., Trojanova, Z., Lukac, P., Caceres, C., and Lendvai, J. (2004). Modeling of hardening and softening processes in Mg alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 378 :176–179.
- [McLean, 1981] McLean, D. (1981). Damage accumulation in creep. In *Proceedings of the 23ème colloque de métallurgie - Fluage, Fatigue-fluage, Action de l'environnement*, pages 124–139.

- [McQueen, 1977] McQueen, H. (1977). The production and utility of recovered dislocation substructures. *Metallurgical Transactions A*, 8A :807.
- [Mebarki et al., 2004] Mebarki, N., Delagnes, D., Lamesle, P., Delmas, F., and Levailant, C. (2004). Relationship between microstructure and mechanical properties of a 5% Cr tempered martensitic tool steel. *Materials Science & Engineering A*, 387-389 :171–175.
- [Meggiolaro et al., 2005] Meggiolaro, M., Miranda, A., Castro, J., and Martha, L. (2005). Crack retardation equations for the propagation of branched fatigue cracks. *Engineering Fracture Mechanics*, 72 :2647–2671.
- [Merkle and Thompson, 2001] Merkle, K. and Thompson, L. (2001). Atomic-scale observation of grain boundary motion. *Materials Letters*, 48 :188–193.
- [Meyers et al., 2005] Meyers, M., Mishra, A., and Benson, D. (2005). Mechanical properties of nanocrystalline materials. *Progress in Materials Science*, 51 :427–556.
- [Milicka et al., 1995] Milicka, K., Dobes, F., Slamenikova, J., and Orlova, A. (1995). Constitutive description of creep curves based on internal stress evolution. *Acta Metall. Mater.*, 43 :3947–3957.
- [Miller, 1987] Miller, A. (1987). *Unified constitutive equations for creep and plasticity*. Elsevier applied science publishers LTD.
- [Monkman and Grant, 1956] Monkman, F. and Grant, N. (1956). An empirical relationship between rupture life and minimum creep rate in creep-rupture tests. *Proceedings of the ASTM*, 56 :593–620.
- [Morin, 1853] Morin, A. (1853). *Leçons de mécanique pratique - résistance des matériaux*. Hachette, Paris.
- [Morito et al., 2003] Morito, S., Tanaka, H., Konishi, R., Furuhashi, T., and Maki, T. (2003). The morphology and crystallography of lath martensite in Fe-C alloys. *Acta Materialia*, 51 :1789–1799.
- [Morris and Martin, 1984a] Morris, M. and Martin, J. (1984a). Evolution of internal stresses and substructure during creep at intermediate temperatures. *Acta Metallurgica*, 32 :549–561.
- [Morris and Martin, 1984b] Morris, M. and Martin, J. (1984b). Microstructural dependence of effective stresses and activation volumes during creep. *Acta Metallurgica*, 32 :1609–1623.
- [Mughrabi, 2006] Mughrabi, H. (2006). Dual role of deformation-induced geometrically necessary dislocations with respect to lattice plane misorientations and/or long-range internal stresses. *Acta Materialia*, 54 :3417–3427.
- [Mughrabi et al., 2004] Mughrabi, H., Höppel, H., and Kautz, M. (2004). Fatigue and microstructure of ultrafine-grained metals produced by severe plastic deformation. *Scripta Materialia*, 51 :807–812.
- [Mura, 1994] Mura, T. (1994). A theory of fatigue crack initiation. *Materials Science & Engineering A*, 176 :61–70.

- [Murayama et al., 2002] Murayama, M., Howe, J., Hidaka, H., and Takaki, S. (2002). Atomic-level observation of disclination dipoles in mechanically milled, nanocrystalline Fe. *Science*, 295 :2433–2435.
- [Murtaza and Akid, 2000] Murtaza, G. and Akid, R. (2000). Empirical corrosion fatigue life prediction models of a high strength steel. *Engineering Fracture Mechanics*, 67 :461–474.
- [Nabarro and de Villiers, 1995] Nabarro, F. and de Villiers, H. (1995). *The Physics of creep*. Taylor and Francis publishers.
- [Nazarov, 1996] Nazarov, A. (1996). On the pile-up model of the grain size-yield stress relation for nanocrystals. *Scripta Materialia*, 34 :697–701.
- [Nes et al., 2005] Nes, E., Holmedal, B., Evangelista, E., and Marthinsen, K. (2005). Modelling grain boundary strengthening in ultra-fine grained aluminium alloys. *Materials Science & Engineering A*, 400-401 :178–182.
- [Newell, 1936] Newell, H. (1936). *Metal Progress*, pages 51–55.
- [Nikbin et al., 2003] Nikbin, K., Yatomi, M., Wasmer, K., and Webster, G. (2003). Probabilistic analysis of creep crack initiation and growth in pipe components. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 80 :585–595.
- [Nishiyama, 1971] Nishiyama, Z. (1971). *Martensite transformation*. Maruzen, Tokyo.
- [Orr, 1992] Orr, J. (1992). The manufacture and properties of steel 91 for the power plant and process industries. ECSC information day, British Steel Technical, Swinden Laboratories.
- [Ostrom and Lagneborg, 1976] Ostrom, P. and Lagneborg, R. (1976). A recovery-athermal glide creep model. *Journal of Engineering Materials and Technology*, pages 114–124.
- [Ovid'ko, 2002] Ovid'ko, I. (2002). Deformation of nanostructures. *Science*, 295 :2386.
- [Pantleon, 2001] Pantleon, W. (2001). The evolution of disorientations for several types of boundaries. *Materials Science & Engineering A*, 319-321 :211–215.
- [Pantleon and Hansen, 2001] Pantleon, W. and Hansen, N. (2001). Dislocation boundaries - The distribution function of disorientation angles. *Acta Materialia*, 49 :1479–1493.
- [Pantleon and Stoyan, 2000] Pantleon, W. and Stoyan, D. (2000). Correlations between disorientations in neighbouring dislocation boundaries. *Acta Materialia*, 48 :3005–3014.
- [Parvathavarthini et al., 1999] Parvathavarthini, N., Saroja, S., and Dayal, R. (1999). Influence of microstructure on the hydrogen permeability of 9%Cr-1%Mo ferritic steel. *Journal of Nuclear Materials*, 264 :35–47.
- [Pedersen and Carstensen, 2000] Pedersen, O. and Carstensen, J. (2000). Internal stresses and dislocation dynamics in cyclic plasticity and fatigue of metals. *Materials Science & Engineering A*, 285 :253–264.

- [Peeters et al., 2001] Peeters, B., Seefeldt, M., Teodosiu, C., Kalidindi, S., Van Houtte, P., and Aernoudt, E. (2001). Work-hardening/softening behaviour of B.C.C. polycrystals during changing strain paths : I. An integrated model based on substructure and texture evolution, and its prediction of the stress-strain behaviour of an IF steel during two-stage strain paths. *Acta Materialia*, 49 :1607–1619.
- [Pesicka et al., 2004] Pesicka, J., Dronhofer, A., and Eggeler, G. (2004). Free dislocations and boundary dislocations in tempered martensite ferritic steels. *Materials Science & Engineering A*, 387-389 :176–180.
- [Petrenec et al., 2006] Petrenec, M., Polak, J., Obrtlík, K., and Man, J. (2006). Dislocation structures in cyclically strained X10CrAl24 ferritic steel. *Acta Materialia*, 54 :3429–3443.
- [Pineau, 1989] Pineau, A. (1989). Mechanisms of creep-fatigue interactions. *Advances in Fatigue Science and Technology*.
- [Poirier, 1981] Poirier, J. (1981). Mécanismes physiques du fluage. In *Proceedings of the 23ème colloque de métallurgie - Fluage, Fatigue-fluage, Action de l'environnement*. Masson, pages 31–36.
- [Polak et al., 1996] Polak, J., Fardoun, F., and Degallaix, S. (1996). Effective and internal stresses in cyclic straining of 316 stainless steel. *Materials Science & Engineering A*, 215 :104–112.
- [Polak et al., 2001] Polak, J., Fardoun, F., and Degallaix, S. (2001). Analysis of the hysteresis loop in stainless steels I. Austenitic and ferritic steels. *Materials Science & Engineering A*, 297 :144–153.
- [Polak and Klesnil, 1984] Polak, J. and Klesnil, M. (1984). Cyclic stress-strain response and dislocation structures in polycrystalline copper. *Materials Science & Engineering A*, 63 :189–196.
- [Polak et al., 2005] Polak, J., Petrenec, M., and Man, J. (2005). Dislocation structure and surface relief in fatigued metals. *Materials Science & Engineering A*, 400-401 :405–408.
- [Pommier, 2002] Pommier, S. (2002). Plain strain crack closure and cyclic hardening. *Engineering Fracture Mechanics*, 69 :25–44.
- [Priest and Ellison, 1981] Priest, R. and Ellison, E. (1981). A combined deformation map-ductility exhaustion approach and creep fatigue analysis. *Materials Science & Engineering A*, 49 :7–17.
- [Prinz et al., 1982] Prinz, F., Argon, A., and Moffatt, W. (1982). Recovery of dislocation structures in plastically deformed copper and nickel single crystals. *Acta Metallurgica*, 30 :821–830.
- [Provan, 1981] Provan, J. (1981). pages 197–242. J. Gittus, Applied science publishers LTD.
- [Qin et al., 2003] Qin, Y., Götz, G., and Blum, W. (2003). Subgrain structure during annealing and creep of the cast martensitic Cr-steel G-X12CrMoWVNbN 10-1-1. *Materials Science & Engineering A*, 341 :211–215.



- [Raj, 1976] Raj, R. (1976). Crack initiation in grain boundaries under conditions of steady-state and cyclic creep. *Transactions of the ASME*, page 122.
- [Randle and Engler, 2000] Randle, V. and Engler, O. (2000). *Texture analysis, microtexture, microtexture and orientation mapping*. Gordon and Breach Science Publishers.
- [Rao et al., 1988] Rao, K., Meurer, H., and Schuster, H. (1988). Creep-fatigue interactions of Inconel 617 at 950°C in simulated Nuclear Reactor He. *Materials Science and Technology*, 3 :37–51.
- [Rauch, 1993] Rauch, E. (1993). Etude de l'écrouissage des métaux : aspects microstructuraux et lois de comportement. Habilitation à diriger des recherches.
- [RCC-MR, 1993] RCC-MR (1993). Design and construction rules for mechanical components.
- [Reuchet and Remy, 1983] Reuchet, J. and Remy, L. (1983). Fatigue Oxidation Interaction in a Superalloy - Application to life prediction in high temperature low cycle fatigue. *Metallurgical Transactions A*, 14 :141–149.
- [Riou, 2006] Riou, B. (2006). Creep-fatigue evaluation procedures for mod 9Cr-1Mo. Unpublished FRAMATOME ANP report.
- [Risbet et al., 2001] Risbet, M., Feaugas, X., and Clavel, M. (2001). Study of the cyclic softening of an under-aged gamma-precipitated nickel-base superalloy (Waspaloy). *J. Phys. IV. France*, 11.
- [Robson and Bhadhesia, 1997a] Robson, J. and Bhadhesia, H. (1997a). Modelling precipitation sequences in power plant steels - Application of kinetic Theory. *Materials Science Technology*, 13 :640–644.
- [Robson and Bhadhesia, 1997b] Robson, J. and Bhadhesia, H. (1997b). Modelling precipitation sequences in power plant steels - Kinetic Theory. *Materials Science Technology*, 13 :631–639.
- [Sadananda, 1984] Sadananda, K. (1984). Crack propagation under creep and fatigue. *Nuclear Engineering and Design*, 83 :303–323.
- [Sadananda and Shahinian, 1981] Sadananda, K. and Shahinian, P. (1981). pages 109–195. J. Gittus, Applied science publishers LTD.
- [Sakasegawa et al., 2002] Sakasegawa, H., Hirose, T., Kohyama, A., Katoh, Y., Harada, T., and Asakura, K. (2002). Microstructural stability of reduced activation ferritic/martensitic steels under high temperature and stress cycling. *Fusion Engineering and Design*, 61-62 :671–675.
- [Sakasegawa et al., 2006] Sakasegawa, H., Ohtsuka, S., Ukai, S., Tanigawa, H., Fujiwara, M., Ogiwara, H., and Kohyama, A. (2006). Microstructural evolution during creep of 9Cr-ODS steels. *Fusion Engineering and Design*, 81 :1013–1018.
- [Salapete et al., 2006] Salapete, R., Barlas, B., Massinon, D., Morin, G., Cailletaud, G., and Pineau, A. (2006). Modelling of fatigue damage in aluminium cylinder head. In *Proceedings of the ECF16 Conference, Fracture of Nano and Engineering Materials and Structures, Greece, Alexandroupolis*.

- [Sauzay et al., 2003] Sauzay, M., Caës, C., Mottot, M., and Robertson, C. (2003). Une étude numérique du rôle de la couche d'oxydes dans l'amorçage de fissures de fatigue à moyenne température. *Journal de Physique IV*, 106 :99–108.
- [Sauzay and Gilormini, 2002] Sauzay, M. and Gilormini, P. (2002). Influence of surface effects on fatigue of microcracks nucleation. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 38 :53–62.
- [Sawada et al., 1997] Sawada, K., Kubo, K., and Abe, F. (1997). Evolution of microstructure and acceleration of creep rate in tempered martensitic 9Cr-W steels. *Materials Science & Engineering A*, 234-236 :1045–1048.
- [Sawada et al., 2001] Sawada, K., Kubo, K., and Abe, F. (2001). Creep behavior and stability of MX precipitates at high temperature in 9Cr-0.5Mo-1.8W-VNb steel. *Materials Science & Engineering A*, 319-321 :784–787.
- [Sawada et al., 2005] Sawada, K., Ohba, T., Kushima, H., and Kimura, K. (2005). Effect of microstructure on elastic property at high temperatures in ferritic heat resistant steels. *Materials Science & Engineering A*, 394 :36–42.
- [Sedlacek, 1995a] Sedlacek, R. (1995a). Glide dislocation shape and long-range internal stresses in dislocation wall. *S. Phys. Stat. Sol. (a)*, 149 :85.
- [Sedlacek, 1995b] Sedlacek, R. (1995b). Internal stresses in dislocation wall structures. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 33 :283–288.
- [Shankar et al., 2006] Shankar, V., Valsan, M., Bhanu Sankara Rao, K., Kannan, R., Manian, S., and Pathak, S. (2006). Low cycle fatigue behavior and microstructural evolution of modified 9Cr-1Mo ferritic steel. *Materials Science & Engineering A*, 437 :413–422.
- [Shibli, 2005] Shibli, I., editor (2005). *Creep & fracture in high temperature components - Design & life assessment issues*. Destech Publications. Londres, ECCC creep conference.
- [Singh Raman and Tyagi, 1994] Singh Raman, R. and Tyagi, A. (1994). Secondary ion mass spectrometry and scanning electron microscopy analysis of grain boundary oxides in 9Cr-1Mo steel and influence of grain size on scale spalling. *Materials Science and Technology*, 10 :27–34.
- [Skelton, 2005] Skelton, R. (2005). Cyclic crack growth properties of service-exposed ferritic steels for use in thermal fatigue assessments. *Materials at High Temperatures*, 22 :129–146.
- [Skelton and Bucklow, 1978] Skelton, R. and Bucklow, J. (1978). Cyclic oxidation and crack growth during high strain fatigue of low alloy steel. *Metal Science*.
- [Sonderregger et al., 2006] Sonderregger, B., Mitsche, S., and Cerjak, H. (2006). Martensite laths in creep resistant martensitic 9-12%Cr steels - calculation and measurement of misorientations. *Materials Characterization*, in Press.
- [Sondhi et al., 2004] Sondhi, S., Dyson, B., and McLean, M. (2004). Tension-compression asymmetry in a turbine disc superalloy : role of internal stress and thermal ageing. *Acta Materialia*, 52 :1761–1772.

- [Spigarelli et al., 1999] Spigarelli, S., Cerri, E., Bianchi, P., and Evangelista, E. (1999). Interpretation of creep behaviour of a 9Cr-Mo-Nb-V-N (T91) steel using threshold stress concept. *Materials Science and Technology*, 15 :1433–1440.
- [Spindler, 2005a] Spindler, M. (2005a). The prediction of creep damage in type 347 weld metal - Part I : determination of materials properties from creep and tensile tests. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 82 :175–184.
- [Spindler, 2005b] Spindler, M. (2005b). The prediction of creep damage in type 347 weld metal - Part II : creep-fatigue tests. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 82 :185–194.
- [Stendhal, 1838] Stendhal (1838). *Mémoires d'un touriste*. Paris.
- [Sugiura et al., 1994] Sugiura, T., Ishikawa, A., Nakamura, T., and Asada, Y. (1994). Formulation of air environmental effect on creep-fatigue interaction. *Nuclear Engineering & Design*, 153 :87–95.
- [Suresh, 1998] Suresh, S. (1998). *Fatigue of Materials*. Cambridge University Press, UK.
- [Swindeman et al., 2004] Swindeman, R., Santella, M., Maziasz, P., Roberts, B., and Coleman, K. (2004). Issues in replacing Cr-Mo steels and stainless steels with 9Cr-1Mo-V steel. *Pressure Vessels and Piping*, 81 :507–512.
- [Tanaka and Mura, 1981] Tanaka, K. and Mura, T. (1981). *Journal of Applied Mechanics*, 48 :97–103.
- [Tavassoli et al., 1992] Tavassoli, A., Le Naour, F., and Tournié, I. (1992). Mechanical properties of 9Cr ferritic steels developed for steam generators. Note technique CEA/DTA/DTM/SRMA 92-1968.
- [Tavassoli, 2004] Tavassoli, F. (2004). Fusion Demo Interim Structural Design Criteria(DISDC). Appendix A Material design limit data - A3.S18E Eurofer steel. DMN Technical report CEA/DEN/DMN/DIR/NT/2004-02/A.
- [Tomkins, 1968] Tomkins, B. (1968). *Philosophical Magazine*, 18 :1041–1066.
- [Tvergaard, 2006] Tvergaard, V. (2006). Effect of underloads or overloads in fatigue crack growth by crack-tip blunting. *Engineering Fracture Mechanics*, 77 :869–879.
- [Vaillant et al., 2005] Vaillant, J.-C., Vandenberghe, B., Hahn, B., Heuser, H., and Jochum, C. (2005). T/P23,24,911 and 92 : New grades for advanced coal-fired power plants - properties and experience. In *Creep & Fracture in high temperature components - Design & life assessment issues*. London UK, Destech Publications Inc, pages 87–98.
- [Van der Giessen and Tvergaard, 1994] Van der Giessen, E. and Tvergaard, V. (1994). Development of final creep failure in polycrystalline aggregates. *Acta Metall. Mater.*, 42 :959–973.
- [Vinogradov et al., 2001] Vinogradov, A., Stolyarov, V., Hashimoto, A., and Valiev, R. (2001). Cyclic behavior of ultrafine-grain titanium produced by severe plastic deformation. *Materials Science & Engineering A*, 318 :163–173.

- [Vitek and Klueh, 1983] Vitek, J. and Klueh, R. (1983). Precipitation reactions during the heat treatment of ferritic steels. *Metallurgical Transactions*, 14A :1047–1056.
- [Ward et al., 1974] Ward, G., Hockenhull, B., and Hancock, P. (1974). The effect of cyclic stressing on the oxidation of a low-carbon steel. *Metallurgical Transactions*, 5 :1451–1455.
- [Wasmer et al., 2003] Wasmer, K., Nikbin, K., and Webster, G. (2003). Creep crack initiation and growth in thick sections steel pipes under internal pressure. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 80 :489–498.
- [Weiss, 1992] Weiss, J. (1992). *Endommagement en viscoplasticité cyclique sous chargement multiaxial à haute température d'un acier inoxydable austénitique*. PhD thesis, Ecole des Mines de Paris.
- [Wilshire and Willis, 2001] Wilshire, B. and Willis, M. (2001). Creep and creep fracture of prestrained type 316H stainless steel. In *Proceedings of the 10th joint International Conference on Creep & Fracture of Engineering Materials and Structures*.
- [Winning, 2003] Winning, M. (2003). Motion of < 100 >-tilt grain boundary. *Acta Materialia*, 51 :6465–6475.
- [Winning et al., 2002] Winning, M., Gottstein, G., and Shvindlerman, L. (2002). On the mechanism of grain boundary motion. *Acta Materialia*, 50 :353–363.
- [Wood, 1958] Wood, W. (1958). *Philosophical Magazine*, 692 :412.
- [Woodford, 2004] Woodford, D. (2004). Gas phase embrittlement and time dependent cracking of nickel based superalloys. In *Proceedings of the NACE Conference*.
- [Woodford and Bricknell, 1981] Woodford, D. and Bricknell, R. (1981). Air embrittlement of a cobalt-base superalloy. *Metallurgical Transactions A*, pages 1945–1949.
- [Wu and Katada, 2004] Wu, X. and Katada, Y. (2004). Influence of cyclic strain rate on environmentally assisted cracking behavior of pressure vessel steel in high-temperature water. *Materials Science & Engineering A*, 379 :58–71.
- [Yang and Saxena, 2000] Yang, F. and Saxena, A. (2000). Mechanisms of fatigue crack initiation in annealed, quenched and tempered 4340 steel. In *Proceedings of IMechE*, volume 214.
- [Yescas and Morris, 2005] Yescas, M. and Morris, P. (2005). Improved creep resistance of steels 92 by the use of modified heat treatments. In *Creep & Fracture in high temperature components - Design & life assessment issues*. London UK, Destech Publications Inc, pages 143–152.
- [Zhang et al., 2000] Zhang, W., Senior, B., and Noble, F. (2000). Comparison of effects of aging on fracture of 9Cr1Mo and 2.25Cr1Mo steel. *Materials Science Technology*, 7.

# Chapitre 2

## Comportement et évolutions microstructurales

*Ce second chapitre s'ouvre sur une brève revue bibliographique du comportement en fluage et en fatigue des aciers à 9-12%Cr ainsi que de leurs évolutions microstructurales. L'influence de la nuance, de la température et de la sollicitation sur la stabilité microstructurale sont abordées. Par la suite, les résultats des essais mécaniques (fatigue, fatigue-fluage, fluage cyclique,...) menés au SRMA sont présentés et étudiés afin de mieux comprendre le comportement cyclique de ces aciers. Les résultats macroscopiques ainsi obtenus sont complétés par les diverses observations conduites afin de quantifier les évolutions de microstructure en fatigue et fatigue-fluage. C'est sur la base des phénomènes physiques identifiés à ces différentes échelles que les fondations d'un modèle d'adoucissement cyclique sont ensuite posées. Finalement, les résultats obtenus grâce à cette modélisation sont comparés au comportement mesuré expérimentalement et discutés.*

## 2.1 Etat de l'art.

### 2.1.1 Comportement en fluage.

Dans la mesure où l'étude détaillée du comportement en fluage des aciers à 9-12%Cr a déjà fait l'objet de très nombreuses attentions dans la littérature (Gaffard [Gaffard, 2005] en fait une revue détaillée dans sa thèse) et qu'elle sort quelque peu du cadre strict de cette thèse, je me cantonnerai à une brève description. Le tableau 2.1 liste une série (loin d'être exhaustive) de références qui présentent des données de vitesse de fluage sur différentes nuances et pour un large éventail de températures et contraintes.

Références	Nuance	T(°C)	Contrainte (MPa)
[Abe, 2001, Abe et al., 2001, Sawada et al., 1997]	9Cr; 9Cr-1W; 9Cr-2W; 9Cr-4W; 9Cr-1WVTa; 9Cr-3WVTa	550 600 650	60-250
[Cerri et al., 1998]	P91	575-650	80-200
[Abe et al., 1992]	9Cr-2W	600	108-147
[Spigarelli et al., 1997]	T91	575-650	85-240
[Abe et al., 2004, Abe et al., 2001]	9Cr-3W-3Co différentes teneurs en C et N	650	80-160
[Orlova et al., 1998]	P91	600	110-175
[Igarashi et al., 2000]	9Cr-3.3W + Pd ou Co	650	100 120
[Cadek et al., 1998]	P91	550-650	80-400
[Kimura et al., 2000]	P91	550-725	100-160
[Barker et al., 1986]	9Cr1Mo	525	150-200
[Kostka et al., 2007]	X20	600-650	100

**TAB. 2.1 :** Références présentant des courbes ou des vitesses de fluage pour les aciers à 9-12%Cr.

Comme le premier chapitre le mentionnait, les aciers à 9-12%Cr ont été spécialement optimisés pour obtenir une meilleure tenue au fluage. Les graphiques de la figure 2.1 présentent les vitesses de fluage stationnaire en fonction de la contrainte appliquée pour des nuances de plus en plus performantes ( $\alpha$ -Fe, 9Cr, 9Cr1Mo, P91, E911, P92,...). On constate notamment que, même pour les nuances commerciales les plus avancées, plus d'un ordre de grandeur peut séparer les vitesses de fluage stationnaire à 600 et 650°C (entre P91 et P92). L'importance des éléments d'addition et de l'état de précipitation est donc centrale pour la tenue au fluage.

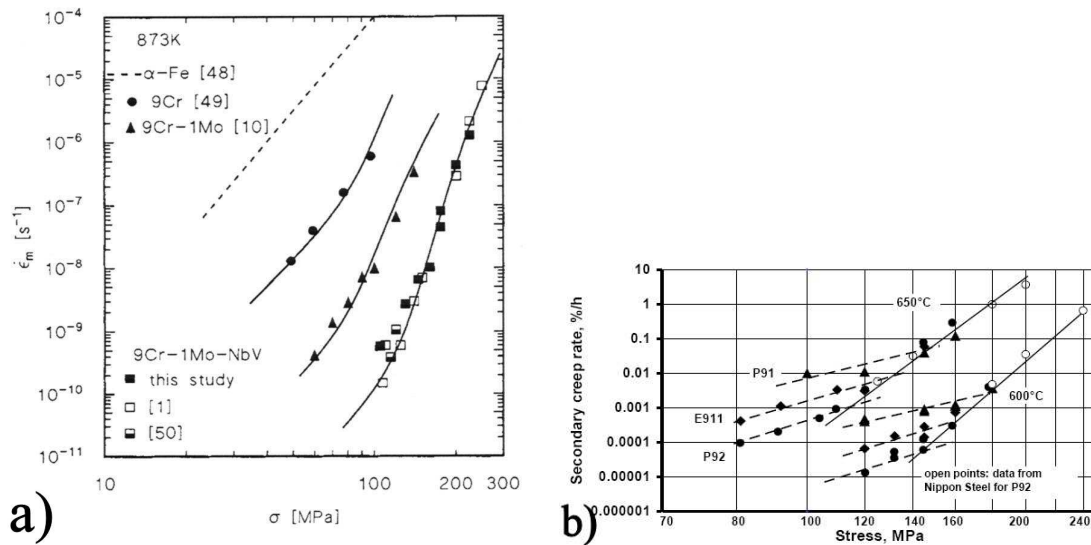


FIG. 2.1 : Evolution des vitesses de fluage stationnaire avec l'optimisation des nuances d'aciers à 9%Cr. [Spigarelli et al., 1999, Ennis and Czyska Filemonowicz, 2002]

Les résultats de la figure 2.1 sont obtenus pour des contraintes relativement élevées et qui mènent à des durées de vie beaucoup trop courtes par rapport aux besoins pratiques de l'industrie de l'énergie (plusieurs années voire plusieurs décennies). Les essais menés à des contraintes plus faibles sont rares car très longs, néanmoins, plusieurs études [Kloc and Sklenicka, 1997, Kloc and Sklenicka, 2004] montrent qu'en dessous d'une contrainte seuil, la relation entre vitesse de fluage stationnaire et contrainte change radicalement, comme l'illustre la figure 2.2. En effet, en dessous d'une contrainte d'environ 100MPa à 600°C, la déformation entre dans un régime dit visqueux et contrôlé par la diffusion des lacunes, alors que dans le régime des hautes contraintes, dit régime en loi puissance, c'est encore le glissement des dislocations qui gouverne la déformation. La contrainte de transition est d'autant plus faible que la température est élevée.

La vitesse de déformation est aussi dépendante de l'histoire thermique et mécanique du matériau. En effet, comme le montrent Sklenicka et al. [Sklenicka et al., 2003], les aciers P91 et P92, vieillis à 650°C pendant plus d'une année, présentent une vitesse de fluage stationnaire supérieure d'environ un ordre de grandeur par rapport à leur état de référence, comme l'illustre la figure 2.3. A l'inverse, dans le régime des basses contraintes, gouverné par la diffusion, le matériau vieilli semble fluer légèrement plus lentement que le matériau initial [Sklenicka et al., 2003]. Par ailleurs, une étude récente [Dubey et al., 2005] montre que soumettre le matériau à une prédéformation de fatigue entraîne une accélération significative du fluage.

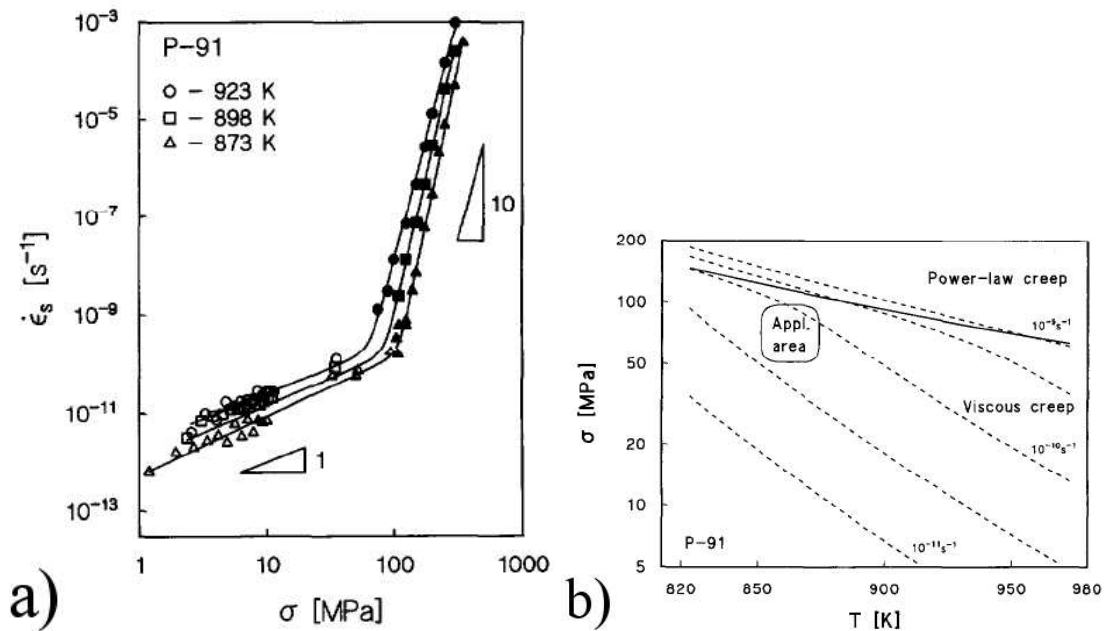


FIG. 2.2 : a) Transition entre un régime de fluage gouverné par la diffusion et un régime gouverné par le glissement des dislocations. b) Carte des mécanismes de déformation en fluage pour le P91 [Kloc and Sklenicka, 1997].

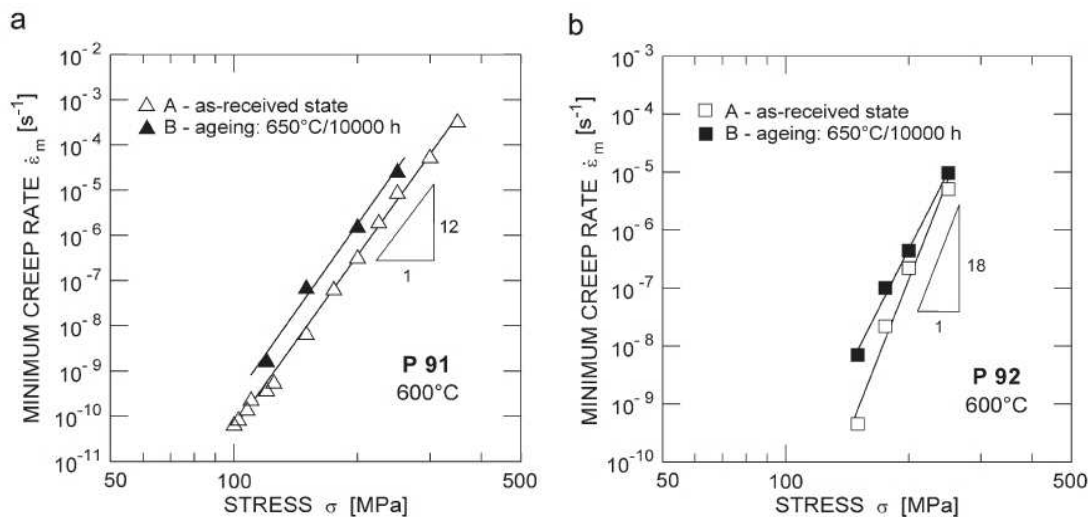


FIG. 2.3 : Influence d'un vieillissement à 650°C sur la vitesse de fluage stationnaire dans le régime des hautes contraintes à 600°C sur a) un P91 et b) un P92 [Sklenicka et al., 2003].



### 2.1.2 Comportement en fatigue.

L'une des caractéristiques des aciers à 9-12%Cr et, plus généralement de bon nombre d'aciers martensitiques réside dans le fait que, sous chargement cyclique, ces matériaux s'adoucissent. Pour les essais de fatigue pilotés en déformation ceci se traduit par une baisse continue de la contrainte maximale atteinte à chaque cycle. Le tableau 2.2 réunit une liste de références de la littérature fournissant des courbes d'adoucissement (courbes  $\sigma = f(N)$ ) cyclique concernant des aciers à 9-12%Cr. [Kunz and Lukas, 2002, Armas et al., 2002a]

Références	Nuance	T(°C)	Niveau de déformation (%)
[Mottot and Noblecourt, 2004]	P91	20, 400, 550	$0.4 \leq \Delta\epsilon_t \leq 1$
[Nagesha et al., 2002]	P91	500, 550, 600	$0.5 \leq \Delta\epsilon_t \leq 2$
[Verleene et al., 2006]	T91	20, 300	$0.4 \leq \Delta\epsilon_t \leq 2.4$
[Armas et al., 2004]	Eurofer	20, 250, 450, 550	$0.5 \leq \Delta\epsilon_t \leq 1.5$
[Li et al., 2007]	JLF-1	20, 400, 600	$\Delta\epsilon_t = 1.8$
[Filacchioni et al., 2006]	Eurofer	20, 450, 550	$0.4 \leq \Delta\epsilon_t \leq 2$
[Park et al., 2001]	P91 9Cr-0.8Mo-1.2W 9Cr-0.5Mo-1.8W 9Cr-0.1Mo-2.7W	20, 600	$1 \leq \Delta\epsilon_t \leq 3$
[Li et al., 2006]	JLF-1	400	$0.6 \leq \Delta\epsilon_t \leq 2.4$
[Shankar et al., 2006]	P91	600	$0.5 \leq \Delta\epsilon_t \leq 1.2$
[Pesicka et al., 2003]	X20	600	$\Delta\epsilon_t = 0.6$
[Armas et al., 2002a]	F82H mod	450	$\Delta\epsilon_t = 0.6$
[Kunz and Lukas, 2002]	P91	600	PC

**TAB. 2.2 :** Références présentant des courbes d'adoucissement cyclique pour les aciers à 9-12%Cr. PC : piloté en contraintes

De manière générale, quels que soient la nuance, la température ou le niveau de déformation, le comportement cyclique se caractérise par une première phase d'adoucissement rapide (durant 10 à 30% de la durée de vie), suivie d'une phase plus longue où la cinétique d'adoucissement est plus lente et quasi constante. Enfin, lorsque des fissures macroscopiques se propagent, la contrainte chute brusquement. L'un des points remarquables est que, aussi lent qu'il puisse être, l'adoucissement est continu, ce qui signifie qu'un cycle dit "stabilisé" n'est jamais atteint.

Même si le tableau 2.2 regroupe bon nombre de données, la diversité des températures et des niveaux de déformation rend, sinon impossible du moins épineuse, toute tentative d'établir des comparaisons pertinentes (i.e. toutes choses égales par ailleurs) entre les différentes nuances d'aciers à 9-12%Cr. Seules deux références proposent une comparaison entre diverses nuances. Tout d'abord, Armas et al. [Armas et al., 2004] comparent les courbes d'adoucissement cyclique à 450°C entre quatre nuances d'acier martensitique (figure 2.4). On peut constater que l'acier s'adoucissant le plus sévèrement est le F82H (proche de l'Eurofer en termes d'adoucissement), alors que l'acier DIN 1.4923 est le plus stable et que l'acier MANET possède la plus grande résistance mécanique, même s'il s'adoucit de manière conséquente. Park et al. [Park et al., 2001], quant à eux, étudient l'influence de la teneur en tungstène d'un acier à 9%Cr. La figure 2.5 montre qu'à 600°C, pour les faibles niveaux de déformation comme pour les niveaux plus élevés, augmenter la teneur en tungstène augmente la contrainte cyclique. Cependant, dans les teneurs testées, l'acier à 1.8%W présente un optimum en termes d'adoucissement.

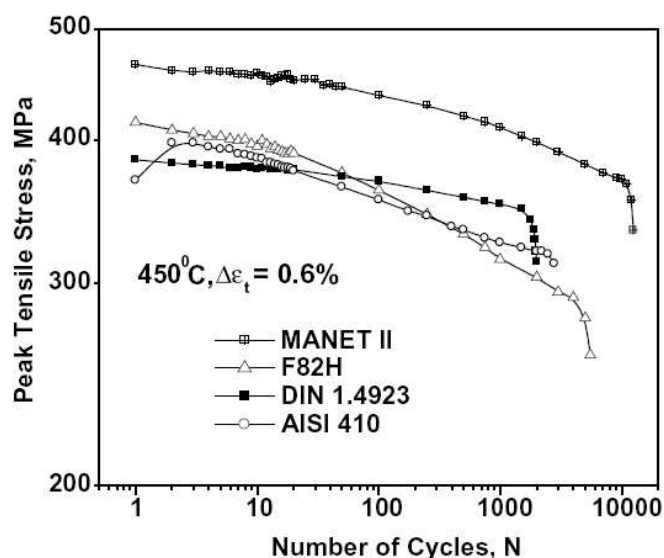


FIG. 2.4 : Influence de la nuance sur le comportement cyclique à 450°C [Armas et al., 2004].

L'influence des traitements thermiques et de la microstructure résultante est illustrée par Ebi et McEvily [Ebi and McEvily, 1984] (figure 2.6) qui montrent qu'une microstructure fine assure une contrainte cyclique significativement plus élevée, même si elle ne réduit pas le phénomène d'adoucissement. Par ailleurs, différents traitements thermiques permettent de comparer, à composition similaire, des microstructures ferrito-perlitiques et martensitiques [Armas et al., 2002a]. Les résultats obtenus montrent que seul l'acier ayant une structure martensitique s'adoucit.

L'environnement, quant à lui, ne modifie pas le phénomène d'adoucissement : il est

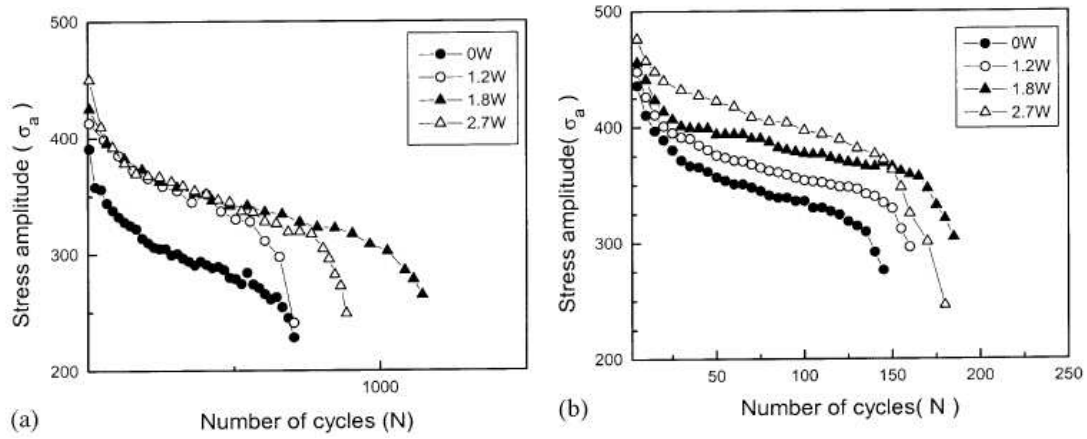


FIG. 2.5 : Influence de la teneur en W sur le comportement cyclique à 600°C d'un acier à 9%Cr pour a)  $\Delta\epsilon_t = 0.5\%$  et b)  $\Delta\epsilon_t = 1.5\%$  [Park et al., 2001].

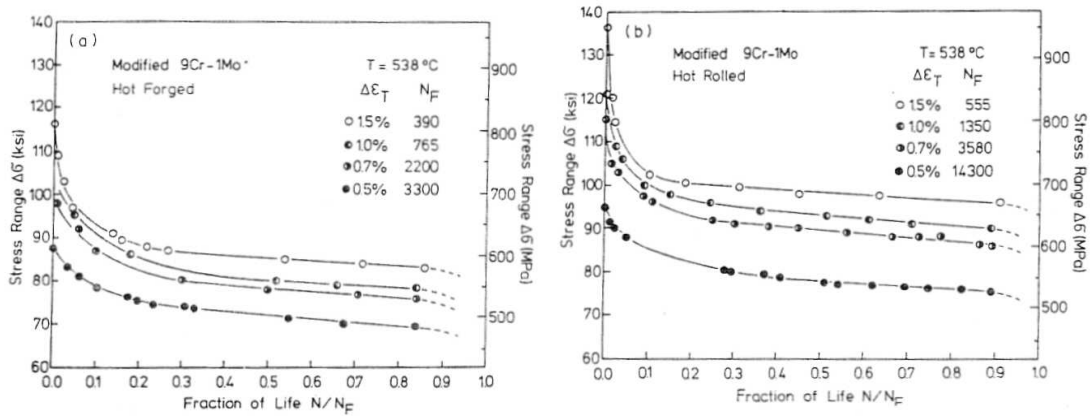


FIG. 2.6 : Adoucissement observé à 538°C pour un P91 avec a) de gros ( $31\mu\text{m}$ ) et b) de petits ( $19\mu\text{m}$ ) grains austénitiques [Ebi and McEvily, 1984].

tout aussi prononcé et ne sature pas. Cependant, on note sur la figure 2.7 que le niveau de contrainte sous vide est significativement plus élevé que sous air.

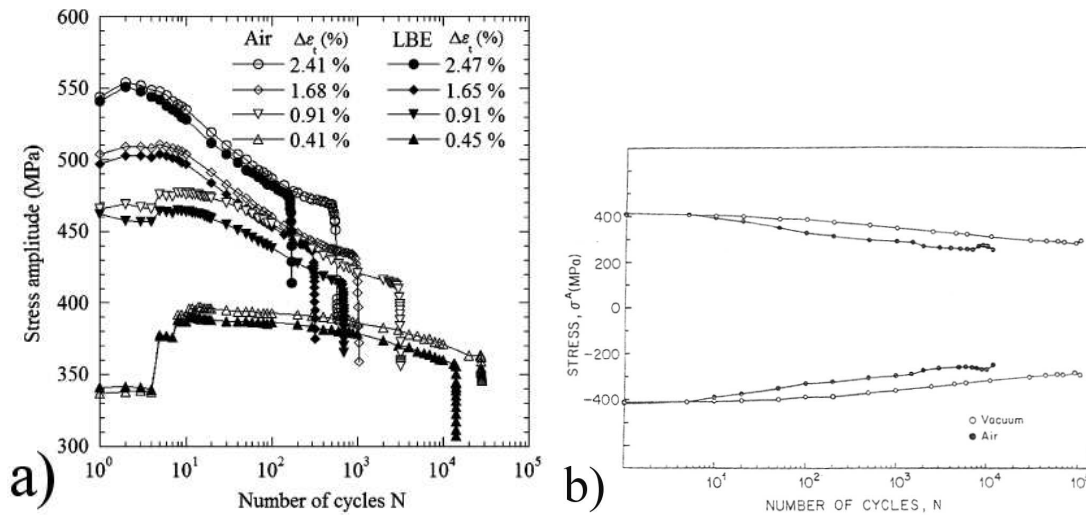


FIG. 2.7 : Effet de l'environnement sur l'adoucissement cyclique du P91. Comparaison a) air/PbBi à 300°C [Verleene et al., 2006] et b) air/vide à 593°C ( $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ ) [Kim and Weertman, 1988].

Le phénomène d'adoucissement est d'autant plus sévère que la température est élevée, comme l'illustre la figure 2.8, même s'il existe dès la température ambiante. Le niveau de déformation influe sur le niveau de contrainte et la vitesse d'adoucissement initiale. Néanmoins, passé un certain nombre de cycles, la contrainte devient identique quel que soit le niveau de déformation imposé (figure 2.9). Ceci n'est cependant vrai que pour des températures relativement élevées (cf figure 2.8.a).

Un phénomène de vieillissement dynamique est par ailleurs observé pour des températures intermédiaires ( $T < 500^\circ\text{C}$ ) et de vitesses de sollicitation [Armas et al., 1998, Li et al., 2006, Mannan and Valsan, 2006, Choudhary et al., 1999], ce qui se traduit par des décrochements sur les boucles d'hysteresis.

### 2.1.3 Evolutions microstructurales.

La microstructure des aciers de la famille des aciers à 9-12%Cr a été décrite en détail au paragraphe 1.2.2. Elle confère une bonne résistance au fluage du fait des nombreux obstacles (divers joints, fins précipités,...) au mouvement des dislocations. Cette microstructure, issue d'une trempe suivie d'un revenu, est relativement stable lorsqu'elle est soumise à des vieillissements à des températures inférieures à 550°C. Cependant, dès 600°C la taille des précipités augmente par migration des éléments en solution solide. Gieseke et al. [Gieseke et al., 1993] notent un accroissement de la fraction massique des précipités de 1.8% à 2.25% de la masse totale lors d'un vieillissement de

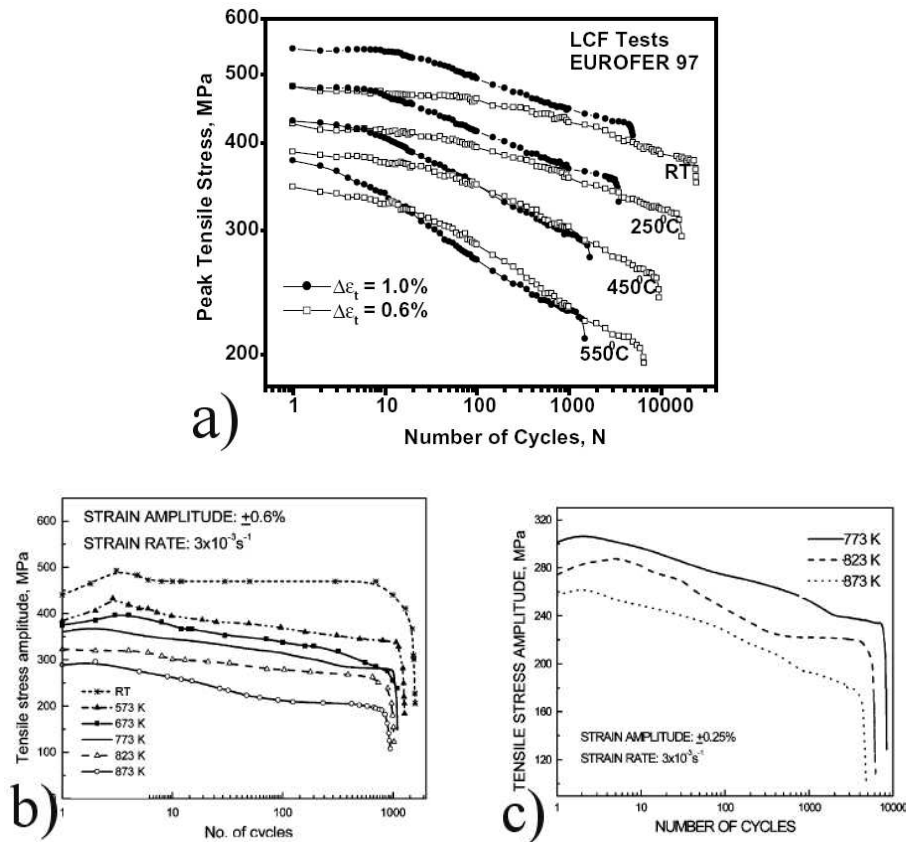


FIG. 2.8 : Influence de la température sur le phénomène d'adoucissement pour a) un acier Eurofer [Armas et al., 2004] et b) et c) un acier P91 [Nagesha et al., 2002].

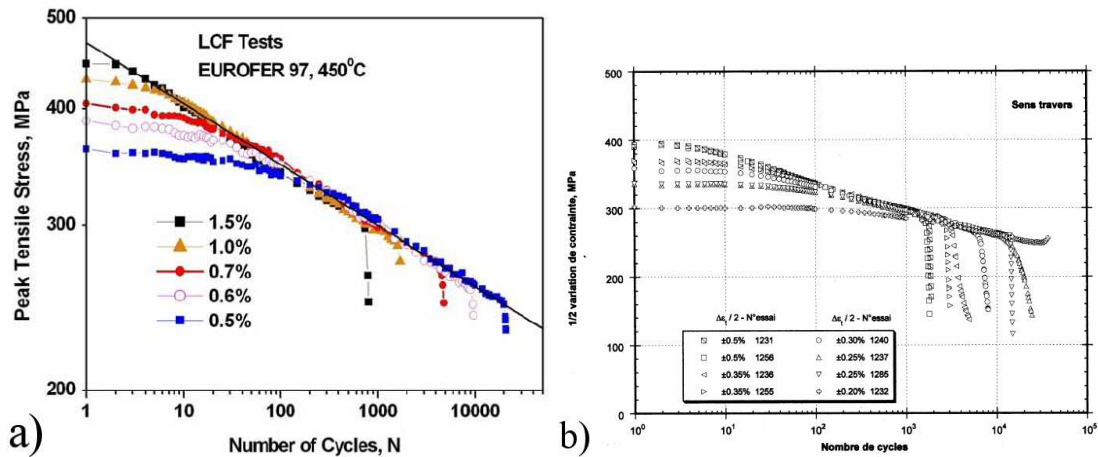


FIG. 2.9 : Influence du niveau de déformation sur le phénomène d'adoucissement pour a) un acier Eurofer [Armas et al., 2004] à 450°C et b) un acier P91 à 550°C [Mottot and Noblecourt, 2004].

50000h à 593°C. A des températures plus élevées, l'évolution de l'état de précipitation est d'autant plus conséquente et rapide [Jones et al., 1991, Sawada et al., 2001] (figure 2.10). Les pentes observées sur la figure 2.10 sont cependant étrangement faibles et il est difficile de les relier à un mécanisme de grossissement connu.

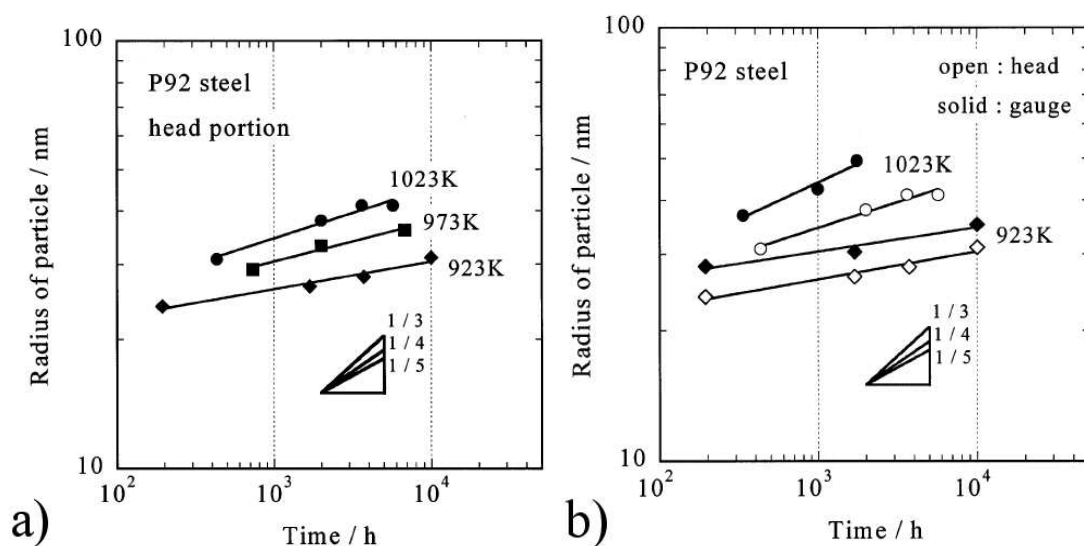


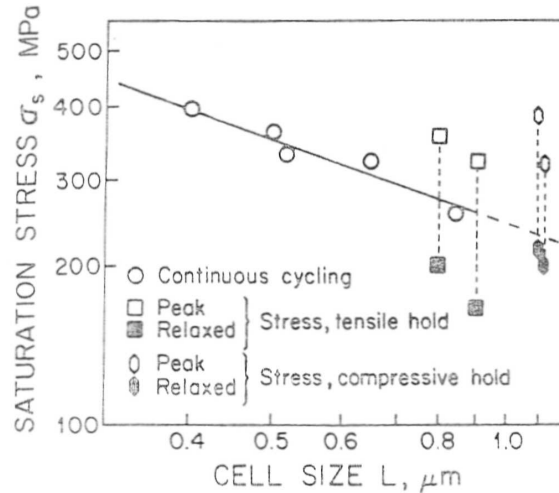
FIG. 2.10 : Evolution des rayons moyens de particules MX au sein d'un P92 en fonction du temps et de la température a) de vieillissement et b) de fluage [Sawada et al., 2001].

L'application d'un chargement mécanique accélère ce processus de dégradation microstructurale [Sakasegawa et al., 2002]. D'une part, les précipités grossissent probablement (des résultats contradictoires peuvent être trouvés dans la littérature) plus vite (comme l'illustre la figure 2.10 dans le cas du fluage), réduisant le durcissement par précipitation et par solution solide. D'autre part, le grossissement des précipités s'accompagne, en présence d'un chargement mécanique, d'un grossissement de la taille des micrograins et d'une chute de la densité de dislocations (figure 2.12). Ainsi, plusieurs auteurs listent les différentes causes microstructurales responsables de l'adoucissement cyclique détaillé précédemment [Nagesha et al., 2002, Armas et al., 2002b] :

1. Annihilation des dislocations provenant de la transformation martensitique.
2. Evolution d'une fine structure en latte à une structure équiaxe beaucoup plus grossière.
3. Grossissement des précipités.
4. Réduction du durcissement par solution solide par transformation des amas de type Mo-C en Mo-C-Mo.

Une illustration du lien entre grossissement microstructural et adoucissement cyclique est présentée par Kim et Weertman [Kim and Weertman, 1988] qui corrèlent la contrainte à saturation (en "fin" d'adoucissement) avec la largeur des lattes de martensite mesurée

post-mortem (figure 2.11).

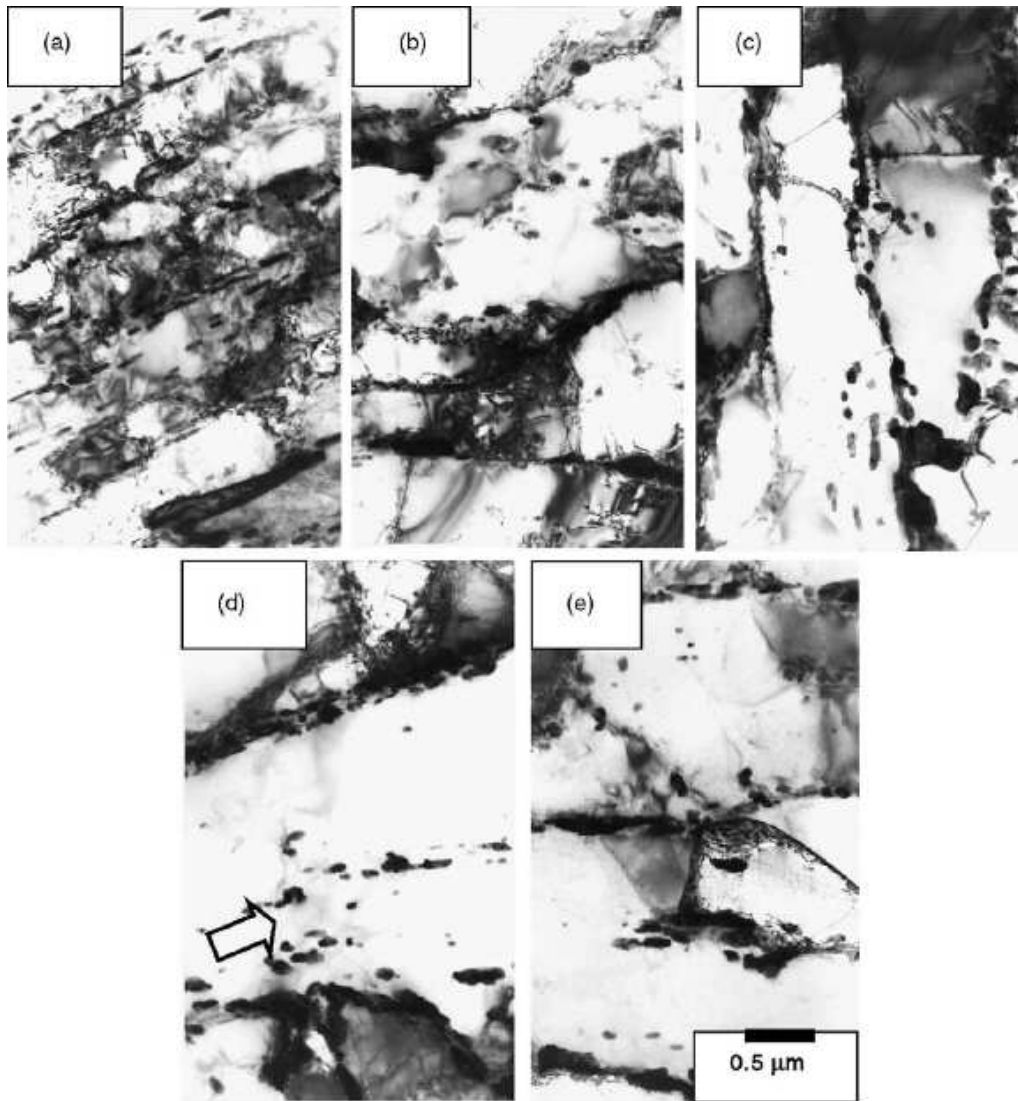


**FIG. 2.11** : Corrélation entre adoucissement cyclique et grossissement microstructural pour un acier P91 sollicité à 593°C [Kim and Weertman, 1988].

L'une des caractéristiques fréquemment rapportées est que, en fluage comme en fatigue, ce grossissement microstructural est généralement hétérogène (certains sous-grains grossissent et d'autres pas) [Kimura et al., 2000, Kostka et al., 2007, Sawada et al., 2001]. En fluage, Sklenicka et al. [Sklenicka et al., 2003] illustrent ces évolutions microstructurales en lien avec la résistance mécanique, en représentant la contribution de chaque mécanisme de renforcement au cours du temps (figure 2.13). Le schéma proposé par Abe et al. [Abe et al., 1992], s'il ne détaille pas l'ensemble des effets liés aux précipités et éléments d'addition, illustre néanmoins la chute de densité de dislocations, ainsi que l'élargissement des lattes de martensite (figure 2.14). C'est, comme le confirment Kostka et al. [Kostka et al., 2007], la chute de densité de dislocations qui régit la phase de fluage primaire, l'évolution de l'état de précipitation demandant plus de temps pour devenir prédominant. L'augmentation de taille des sous-grains intervient, quant à elle, tout au long de la sollicitation.

En fatigue, le grossissement des précipités est beaucoup moins fréquemment observé du simple fait de la brièveté des essais. La phase d'adoucissement rapide observée au début de chaque test (premiers pourcents de la durée de vie) est ainsi attribuée à la chute de la densité de dislocations et au grossissement des lattes et sous-grains, et ce à diverses températures [Armas et al., 2004, Ebi and McEvily, 1984].

De manière générale, la microstructure des aciers à 9-12%Cr peut donc être considérée comme fortement instable sous chargement mécanique. L'ajout d'éléments comme le bore [Eggeler and Dlouhy, 2005] aide à ancrer les joints entre lattes et sous-grains, d'une part en stabilisant les précipités et, d'autre part, en ségrégeant le long de ces joints. Par



**FIG. 2.12 :** a) Microstructure initiale d'un acier à 9%Cr et grossissement des sous-grains en fluage à 600°C, 118MPa après b) 560h, c) 1000h, d) 18000h et e) 22000h [[Abe, 2004](#)].



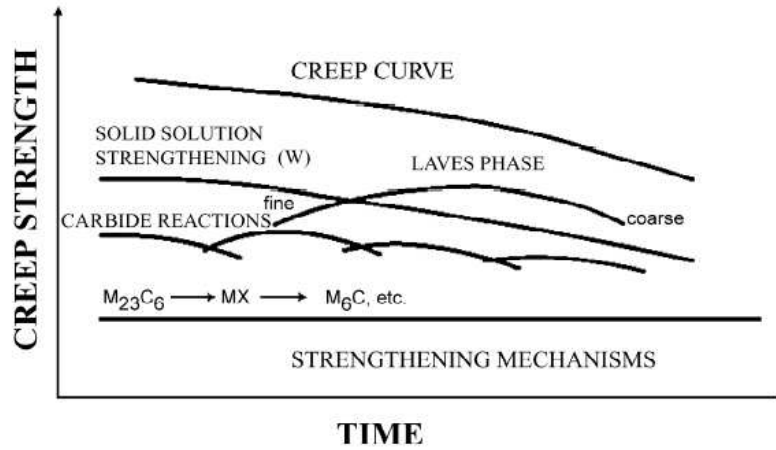


FIG. 2.13 : Succession des mécanismes de durcissement au cours d'un essai de fluage pour les aciers à 9-12%Cr [Sklenicka et al., 2003].

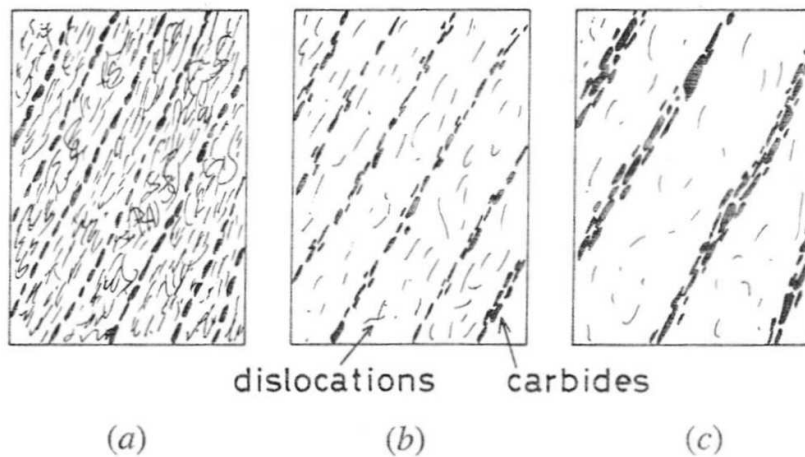


FIG. 2.14 : Schéma illustrant le grossissement microstructural intervenant en fluage sur les aciers à 9-12%Cr [Abe et al., 1992].

ailleurs, certaines études [Abe et al., 2004] affirment que l'utilisation de nanoprécipités (VN) permet d'améliorer nettement les performances en fluage en stabilisant les joints et en bloquant le mouvement des dislocations.

Les paragraphes suivants décrivent en détail et quantitativement ces diverses évolutions microstructurales.

### 2.1.3.1 Evolution des tailles de sous-grains.

Le tableau 2.3 présente un ensemble de références proposant des données quantitatives sur le grossissement de la taille de lattes et de sous-grains observé après des sollicitations de fatigue, fluage et fatigue-fluage sur les aciers à 9-12%Cr. On peut aisément constater que la majorité des résultats concerne des essais de fluage. Il reste néanmoins très difficile d'extraire de ces données des conclusions générales sur les mécanismes ou les facteurs les plus influents qui régissent ce phénomène de grossissement. En effet, la diversité des nuances (la composition et les traitements thermiques jouent un rôle primordial sur la stabilité microstructurale), des températures et des niveaux de contrainte rendent toute généralisation périlleuse.

Les deux dernières colonnes du tableau 2.3 présentent le diamètre moyen des sous-grains (ou la largeur moyenne des lattes) observé après sollicitation, ainsi que le ratio entre ce diamètre final et le diamètre de la microstructure initiale. Lorsque plusieurs essais sont détaillés dans une référence (plusieurs niveaux de contrainte en fluage par exemple) seul le cas présentant le plus fort grossissement est rapporté.

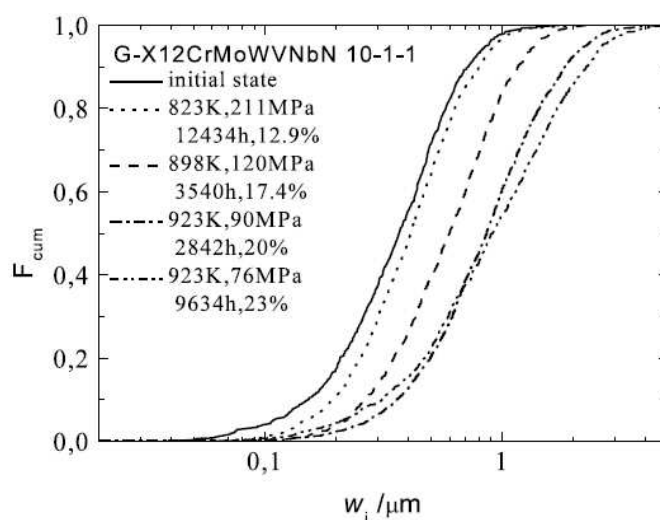
Référence	Nuance	Traitements thermiques	T (°C)	Type de sollicitation	diamètre moyen ( $\mu\text{m}$ )	ratio moyen
[Qin et al., 2003]	G-X12CrMoWVNbN 10-1-1	1070°C (12h) 730°C (22h)	550	Fluage	0.45	1.2
			625		0.67	1.8
			650		1.05	2.85
[Polcik et al., 1999]	P91	NC	600	Fluage	0.73	1.46
[Abe, 2004]	9Cr	NC	600	Fluage	6	20
	9Cr1W				4	13.3
	9Cr2W				2.5	8.3
	9Cr4W				1.4	4.7
[Kim et al., 2004]	10%Cr-0.003%N	1050°C (1h) 750°C (2h)	600	Fluage	1.08	2.5
			650		1.76	4.1
	10%Cr-0.020%N		600		1.2	3.2
			650		1.25	3.4
	10%Cr-0.045%N		600		0.95	3
			650		1.25	4.0
	10%Cr-0.079%N		600		0.85	3
			650		1.35	4.8
	10%Cr-0.093%N	600	0.77	1.87		
[Dubey et al., 2005]	X12CrMoWVNbN 10-1-1	1050°C (7h) 750°C (10h) 690°C (10h)	600	PF	0.8	2
				RF	1.5	3.8
A suivre...						

Référence	Nuance	Traitements thermiques	T (°C)	Type de sollicitation	diamètre moyen ( $\mu\text{m}$ )	ratio moyen
<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>
[Kimura et al., 2006]	12Cr-2W	1050°C (1.7h) 770°C (6h)	650	RF	0.93	2.1
[Orlova et al., 1998]	P91	1060°C (1h) 750°C (2h)	600	Fluage	$0.85 \leq d \leq 0.95$	$1.4 \leq R \leq 1.6$
[Cerri et al., 1998]	T91	1050°C (15min) 750°C (1h)	600	Fluage	0.6	1.5
			650		1.1	2.7
[Ennis and Czyrska Filemonowicz, 2002]	P92	1070°C (2h) 775°C (2h)	600	Fluage	1.5	3.75
[Kim and Weertman, 1988]	P91	1038°C (1h) 760°C (1h)	593	FP	0.85	2.8
				RF	1.1	3.7
[Kostka et al., 2007]	X20	1050°C (1h) 750°C (4h)	600	Fluage	0.41	1.2
			650		0.55	1.6
[Abe et al., 1992]	9Cr-2W	950°C (1h) 750°C (2h)	600	Fluage	2	4
<i>A suivre...</i>						

Référence	Nuance	Traitements thermiques	T (°C)	Type de sollicitation	diamètre moyen ( $\mu m$ )	ratio moyen
(suite)	(suite)	(suite)	(suite)	(suite)	(suite)	(suite)
[Shankar et al., 2006]	P91	1040°C (1h) 760°C (1h)	600	RF	$0.8 \leq d \leq 4.5$	$2.7 \leq R \leq 15$
[Dronhofer et al., 2003]	X20	1050°C (1h) 750°C (1h)	650	Fluage	0.79	2.1
[Earthman et al., 1989]	12%CrMoV	1030°C (1h) 700°C (2h)	600	PF	0.9	NC
[Vasina et al., 1995]	P91	1060°C (1h) 750°C (2h)	600	Fluage	1.8	2.5
				Fatigue	2.7	3.7
[Kimura et al., 2000]	T91	1050°C (10min) 765°C (30min)	600	Fluage	$0.55 \leq d \leq 2$	$1.8 \leq R \leq 6.7$

TAB. 2.3: Ensemble des références présentant des mesures quantitatives du grossissement des sous-grains sous diverses sollicitations pour les aciers à 9-12%Cr. NC : non communiqué, RF : fatigue-relaxation et PF : fatigue pure. La dernière colonne reflète l'évolution du diamètre moyen :  $\frac{d_{final}}{d_{initial}}$ .

Certaines tendances générales peuvent néanmoins être extraites de l'ensemble de ces données. Tout d'abord, plusieurs résultats confirment que le phénomène de grossissement microstructural est d'autant plus prononcé que la température est élevée. C'est notamment ce qu'illustre la figure 2.15. On peut noter que la taille moyenne augmente significativement avec la température. Outre la valeur moyenne, l'étendue de la distribution (valeur maximale moins valeur minimale) croît aussi fortement, dénotant une augmentation prononcée de la dispersion des tailles de sous-grains.



**FIG. 2.15 :** Evolution de la distribution des tailles de sous-grains en fluage à différentes températures pour un acier martensitique à 10%Cr 1%Mo et 1%W [Qin et al., 2003].

Ce grossissement de microstructure se produit par ailleurs assez rapidement dans le sens où, comme le montrent Orlova et al. [Orlova et al., 1998], la distribution des tailles de sous-grains n'évolue quasiment plus après la mi-durée de vie (figure 2.16). L'influence de la contrainte est, quant à elle, intimement liée à la température et à la durée d'essai. En effet, plus la contrainte est faible, plus la durée de l'essai est élevée et donc plus les mécanismes de croissance des sous-grains ont de temps pour se produire et restaurer la microstructure. La figure 2.17 illustre le fait que, plus la contrainte est faible, plus le grossissement microstructural est prononcé, ce qui est cohérent avec les résultats de la figure 2.16.

Par ailleurs, la nature des distributions de tailles de sous-grains, ne semble pas changer fondamentalement après grossissement. En effet, même s'il est évident que ces distributions ne peuvent intrinsèquement pas être lognormales (cela impliquerait l'existence de grains de taille infinie), leur allure correspond bien à ce type de loi, comme l'illustre la figure 2.18 [Kostka et al., 2007]. Dans le cas de sollicitations de fatigue et de fatigue-relaxation, l'allure de la distribution des tailles de sous-grains évolue beaucoup plus significativement. La figure 2.19, malgré un choix malheureux du nombre de classes de l'histogramme (par rapport au nombre de données disponibles), illustre le fait qu'après

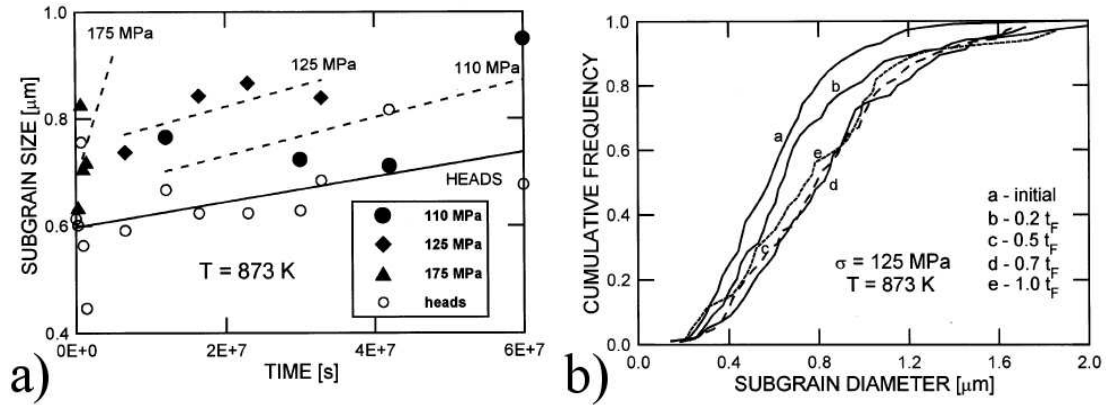


FIG. 2.16 : a) Croissance du diamètre moyen des sous-grains à 600°C et b) évolution de la distribution des tailles au cours d'un essai de fluage [Orlova et al., 1998] sur un acier P91.

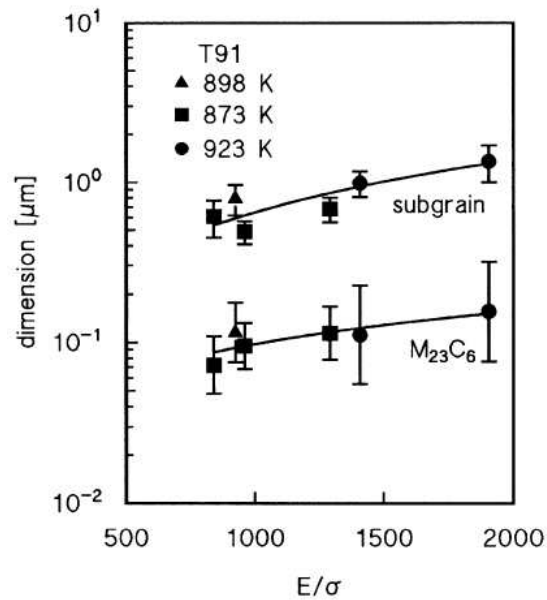
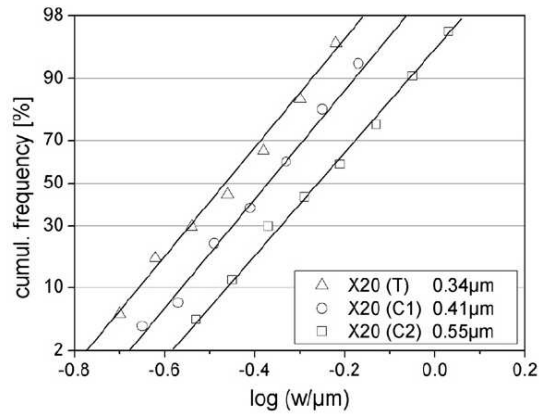


FIG. 2.17 : Influence de la contrainte sur l'évolution du diamètre moyen des sous-grains en fluage à différentes températures pour un acier T91 [Cerri et al., 1998].

fatigue-relaxation, la distribution des tailles de sous-grains perd son allure lognormale.

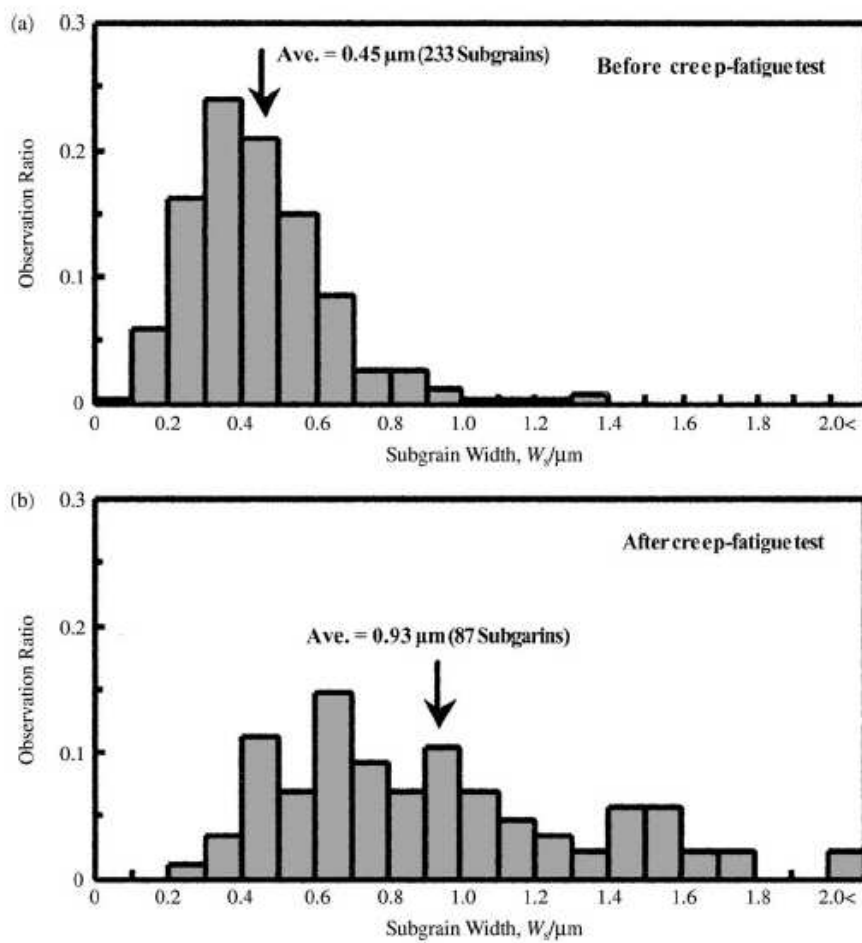


**FIG. 2.18 :** Allure lognormale de la distribution des tailles de sous-grains après revenu (T) et fluage de moyenne (C1) et longue (C2) durée [Kostka et al., 2007].

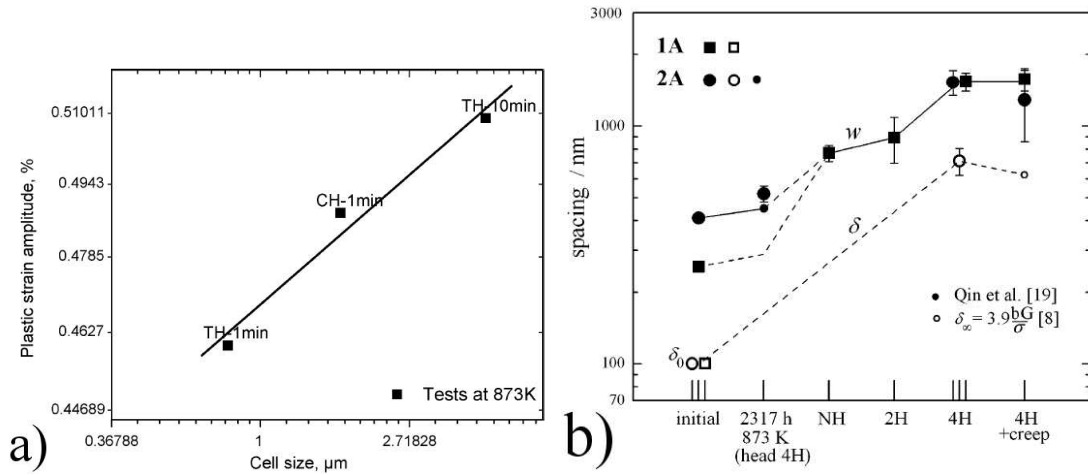
De manière générale, sous des sollicitations de type fatigue ou fatigue-fluage, plusieurs auteurs [Kimura et al., 2006, Dubey et al., 2005, Shankar et al., 2006, Jones et al., 1991, Kim and Weertman, 1988] rapportent un grossissement accéléré par rapport au fluage. Par ailleurs, plus les temps de maintien sont longs, plus le grossissement des sous-grains est prononcé (figure 2.20), ce qui se corrèle (au moins partiellement) à une amplitude de déformation plastique supérieure. On peut donc conclure que, davantage que le niveau de contrainte, c'est bien l'association d'une température élevée et d'une déformation viscoplastique conséquente qui entraîne le grossissement et la disparition des sous-grains de la martensite revenue. Les résultats publiés par Vasina et al. [Vasina et al., 1995] vont en ce sens, puisque, en faisant varier le rapport de charges lors d'essais de fatigue (de  $R = -1$  à  $R = 1$  : la contrainte maximale est constante, c'est la contrainte minimale qui varie), ils constatent que c'est bien pour les essais avec la plus forte amplitude de déformation viscoplastique que le grossissement microstructural est le plus prononcé (figure 2.21). En effet, la contrainte maximale appliquée (240MPa) est proche de la limite d'élasticité à 600°C. Ainsi, pour des rapports de charges négatifs, le retour en compression à chaque cycle permet de redéformer plastiquement lors de la traction, créant ainsi une déformation cumulée conséquente. A l'inverse, pour des rapports de charges positifs et élevés (proches de 1), le phénomène de rochet, assimilable ici à du fluage, entraîne lui aussi une déformation viscoplastique élevée. Pour les rapports de charge intermédiaires la déformation viscoplastique cumulée est la plus faible.

Ce grossissement microstructural qui se traduit par le grossissement des sous-grains implique la disparition de bon nombre des joints composant la microstructure initiale. Ces disparitions provoquent donc une modification de la distribution des désorientations [Dronhofer et al., 2003] liées aux joints entre sous-grains (figure 2.23), les blocs restant intacts [Kimura et al., 2006] pour la plupart. Cette disparition de sous-grains permet d'expliquer, au moins en partie, les résultats de Sklenicka et al. [Sklenicka et al.,

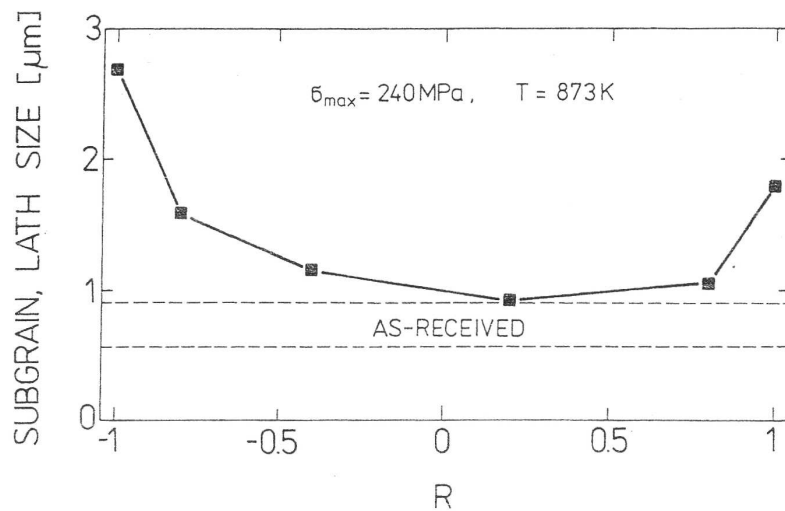




**FIG. 2.19 :** Evolution de l'allure de la distribution des tailles de sous-grains après sollicitation de fatigue-relaxation à 650°C sur un acier 12%Cr-2%W [Kimura et al., 2006].



**FIG. 2.20 :** Influence des temps de maintien sur le grossissement microstructural à 600°C sur un acier a) P91 [Shankar et al., 2006] (TH : maintien en traction, CH : maintien en compression) et b) 10%Cr-1%Mo-1%W ( $w$  est la largeur de lattes et  $\delta$  la distance entre dislocations mobiles, NH désigne un essai de fatigue pure, 2H et 4H des essais de fatigue avec respectivement 2 et 4 phases de maintien par cycle) [Dubey et al., 2005].



**FIG. 2.21 :** Influence du rapport de charges  $R$  sur le grossissement microstructural (mesuré après essai) pour un acier P91 sollicité à 600°C [Vasina et al., 1995].

2003] rapportés au paragraphe 2.1.1. En effet, après un vieillissement à 650°C de 10000h, une disparition de bon nombre de sous-joints a pu se produire, ainsi qu'une chute de la densité de dislocations ou du nombre de précipités. Ceci implique que, dans le domaine de fluage gouverné par le glissement des dislocations, la densité d'obstacles est beaucoup plus faible, expliquant ainsi la vitesse de fluage stationnaire légèrement plus élevée. A l'inverse, dans le domaine gouverné par la diffusion, la disparition des sous-joints réduit le nombre de chemins de diffusion rapide disponibles, impliquant ainsi une vitesse de fluage légèrement plus faible que dans le cas du matériau initial. Ces deux scénarios permettent d'expliquer, au moins partiellement et qualitativement, les résultats de la figure 2.22.

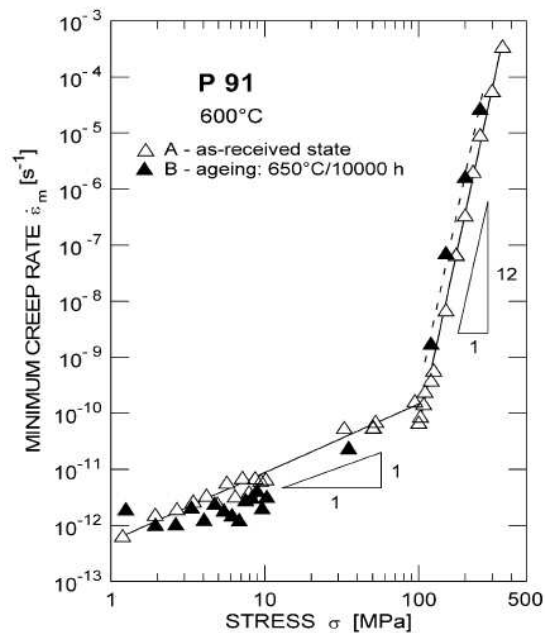


FIG. 2.22 : Influence d'un vieillissement à 650°C sur la vitesse de fluage stationnaire dans le régime de fluage dislocation et de fluage visqueux [Sklenicka et al., 2003].

Afin de réduire cette instabilité microstructurale, l'une des voies explorées est l'optimisation des compositions afin de mieux piéger et ancrer les joints de la microstructure, tout en réduisant le grossissement des précipités. Abe [Sawada et al., 1997] note que l'addition de W, de V et Ta permet de limiter le grossissement microstructural. De même, l'enrichissement en azote semble réduire le grossissement des sous-grains à 600 et 650°C en fluage, comme le montrent Kim et al. [Kim et al., 2004] (figure 2.24).

Par ailleurs, diverses relations plus ou moins empiriques sont proposées dans la littérature afin de prédire l'évolution de cette taille de sous-grains. En fatigue, Kim et Weertman [Kim and Weertman, 1988] proposent la relation suivante :

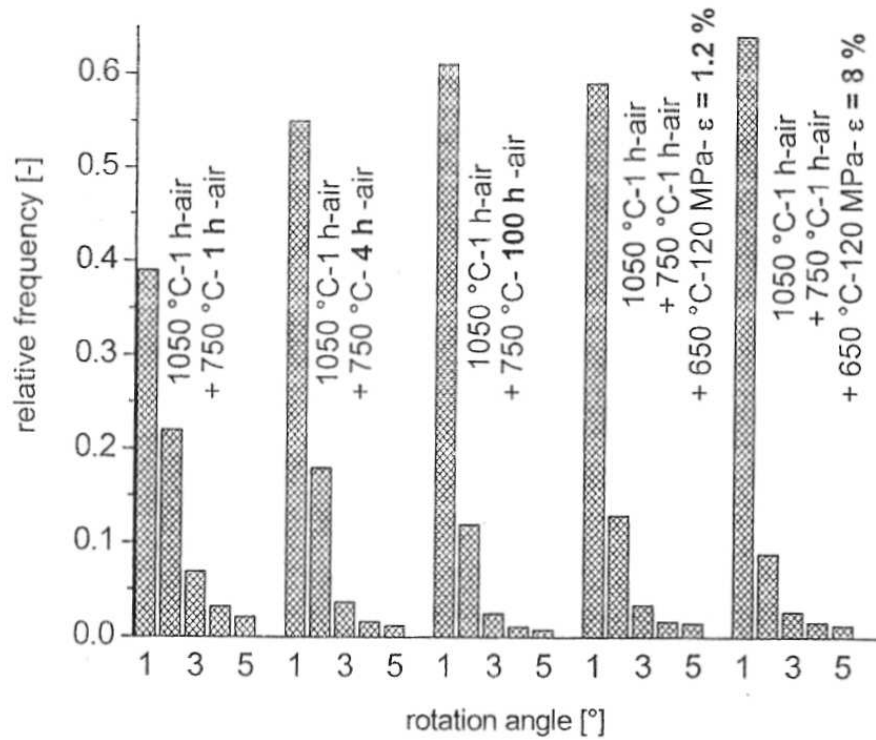


FIG. 2.23 : Evolution de la distribution des faibles désorientations après vieillissement et fluage à 600°C sur un acier à 12%Cr [Dronhofer et al., 2003].

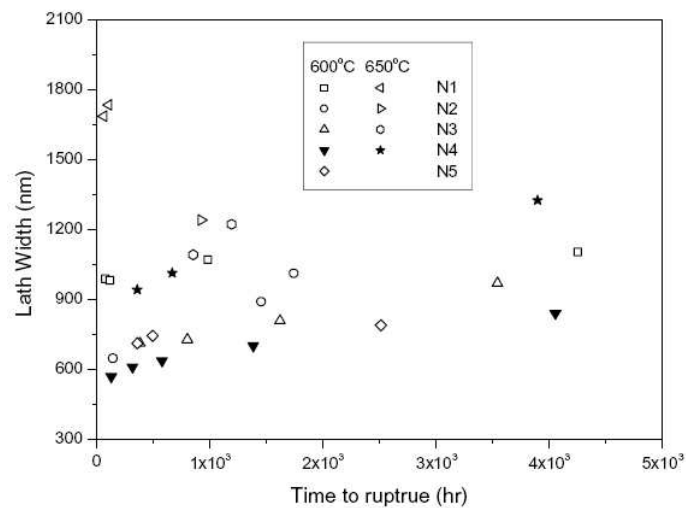


FIG. 2.24 : Evolution des tailles de sous-grains en fluage à 600 et 650°C pour des nuances à 10%Cr enrichies en azote (compositions données dans le tableau 2.3 [Kim et al., 2004]).

$$w_{\infty} = 0.09 \left( \frac{\Delta \varepsilon_p}{2} \right)^{-0.34} \quad (2.1)$$

avec  $w_{\infty}$  le diamètre en de sous-grains final en  $\mu m$  et  $\frac{\Delta \varepsilon_p}{2}$ <sup>1</sup> l'amplitude de déformation (visco)plastique par cycle. Néanmoins, les résultats obtenus par Shankar et al. [Shankar et al., 2006] ne suivent pas du tout cette relation. En fluage, le diamètre final des sous-grains est généralement [Cerri et al., 1998, Orlova et al., 1998, Barkar and Agren, 2005] prédit par une relation du type :

$$w_{\infty} = K \times b \times \left( \frac{\mu}{\sigma} \right)^m \quad (2.2)$$

avec  $K$  et  $m$  des constantes matériau,  $b$  le module du vecteur de Burgers et  $\mu$  le module de cisaillement. Plusieurs auteurs proposent les valeurs  $m = 1$  et  $K = 23$  pour rendre compte du grossissement microstructural des aciers à 9-12%Cr. Enfin, Dubey et al. [Dubey et al., 2005] étendent cette approche au cas cyclique et proposent l'équation suivante pour rendre compte de la croissance des sous-grains dans les aciers à 9-12%Cr :

$$\frac{d \log w}{d \varepsilon_{vp}^{cum}} = - \frac{\log w - \log w_{\infty}}{k_w} \quad (2.3)$$

où  $w$  est le diamètre des sous-grains au cycle considéré et  $\varepsilon_{vp}^{cum}$  la déformation viscoplastique cumulée au cycle  $N$  définie par :

$$\varepsilon_{vp}^{cum}(N) = 2 \sum_{i=1}^N \varepsilon^{vp}(i) \quad (2.4)$$

avec  $\varepsilon^{vp}(i)$  la déformation viscoplastique subie par la matériau au cycle  $i$ .

### 2.1.3.2 Evolution des précipités.

En ce qui concerne les précipités, les sollicitations à haute température entraînent principalement deux phénomènes : le grossissement de certains précipités et l'apparition de phases de Laves (de composition  $Fe_2Mo$  ou  $Fe_2W$  suivant l'alliage). Ces deux évolutions influencent significativement le comportement en fluage, comme l'illustre Abe [Abe, 2001] sur la figure 2.25 : la précipitation de phases de Laves de type  $Fe_2W$  réduit la vitesse de fluage minimale dans un premier temps (phase de précipitation) mais la croissance et la coalescence de ces précipités réduit la durée de vie finale.

Les phases de Laves possèdent une structure hexagonale avec pour paramètres de maille  $0.47 \leq a \leq 0.48 nm$  et  $0.44 \leq c \leq 0.45 nm$  [Gaffard, 2005]. Des descriptions détaillées de cette phase intermétallique peuvent être trouvées dans [Gaffard, 2005, Brachet, 1991]. La taille de ces phases de Laves est illustrée par Dimmler et al. [Dimmler et al., 2003] en comparaison des  $M_{23}C_6$  et des  $MX$  sur la figure 2.26. Cette même équipe a par

<sup>1</sup>Cette dernière n'est pas exprimée en % dans l'équation 2.1.

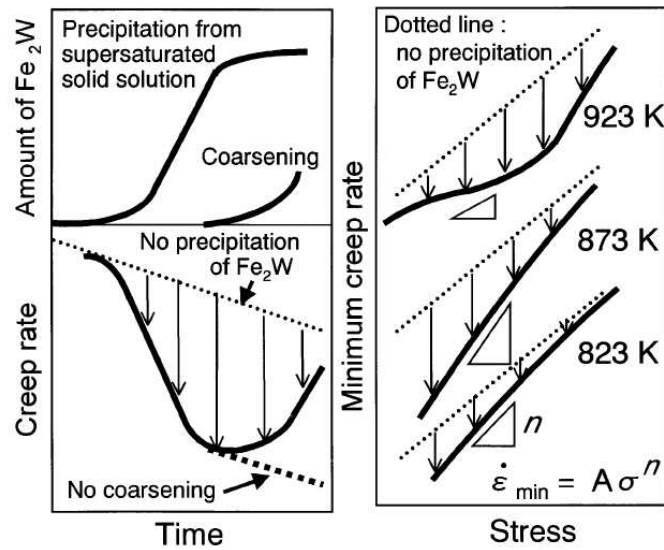


FIG. 2.25 : Influence des phases de Laves sur la vitesse de fluage à haute température des aciers à 9-12%Cr [Abe, 2001].

ailleurs développé une technique d'analyse d'images couplée à des observations au MEB en contraste de Z qui permet d'obtenir, de façon quasi automatique et très rapide, les tailles des différentes phases en présence, comme l'illustre la figure 2.27 dans le cas des phases de Laves.

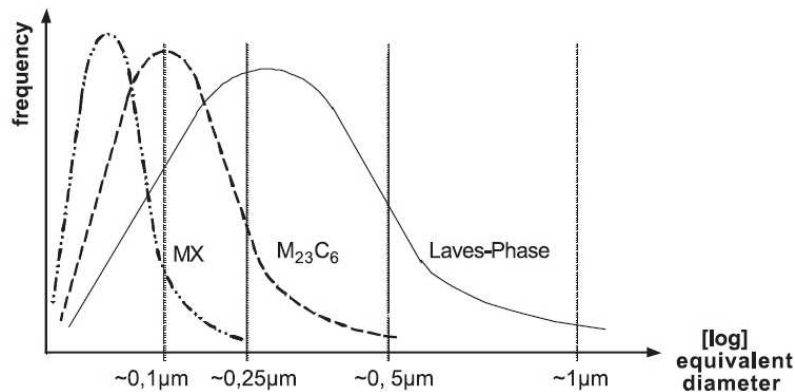
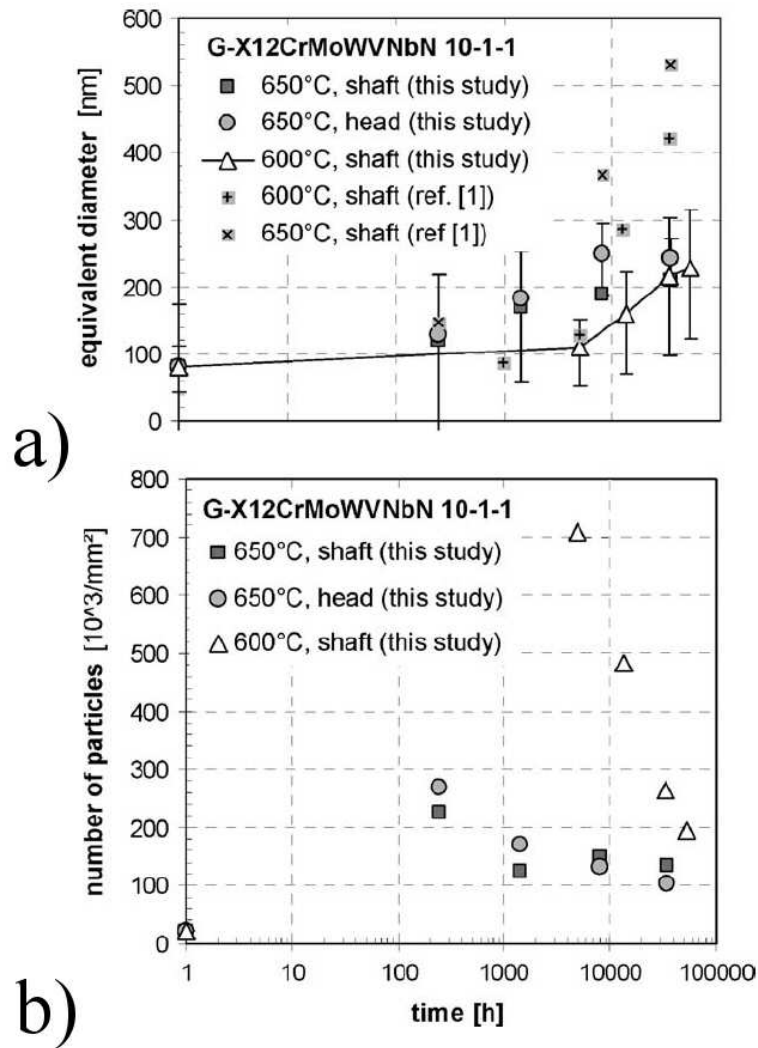


FIG. 2.26 : Schémas représentant les distributions "typiques" des tailles des divers précipités présents sur les aciers à 9-12%Cr après sollicitation à haute température [Dimmler et al., 2003].

En termes de données quantitatives concernant l'évolution de l'état de précipitation des aciers à 9-12%Cr, l'ensemble des résultats disponibles dans la littérature et réunis au cours de cette étude concernent des températures supérieures ou égales à 600°C, exceptés quelques résultats rassemblés par Gaffard [Gaffard, 2005]. De manière générale, seuls



**FIG. 2.27 :** Evolution de la taille et du nombre de phases de Laves observées sur un acier à 10%Cr-1%Mo-1%W après fluage à 600 et 650°C [Dimmler et al., 2003].

les  $M_{23}C_6$  et les phases de Laves grossissent significativement [Hald, 2004, Ennis and Czyska Filemonowicz, 2002, Polcik et al., 1999, Orlova et al., 1998, Cerri et al., 1998]. Dans l'ensemble de ces références, aucune croissance des MX n'est mesurée, seuls Sawada et al. [Sawada et al., 2001] rapportent le grossissement de ces précipités, mais pour des températures supérieures (voir figure 2.10). L'évolution du diamètre moyen des différents précipités est présentée figure 2.28 dans le cas du P91 et du P92 en fluage à 600°C. On constate ainsi que le P92 (dont la principale différence avec le P91 est le remplacement du Mo par du W) présente un grossissement des  $M_{23}C_6$  et des phases de Laves beaucoup plus lent que le P91 et qu'en fluage, la croissance des  $M_{23}C_6$  est légèrement plus rapide qu'au cours d'un vieillissement.

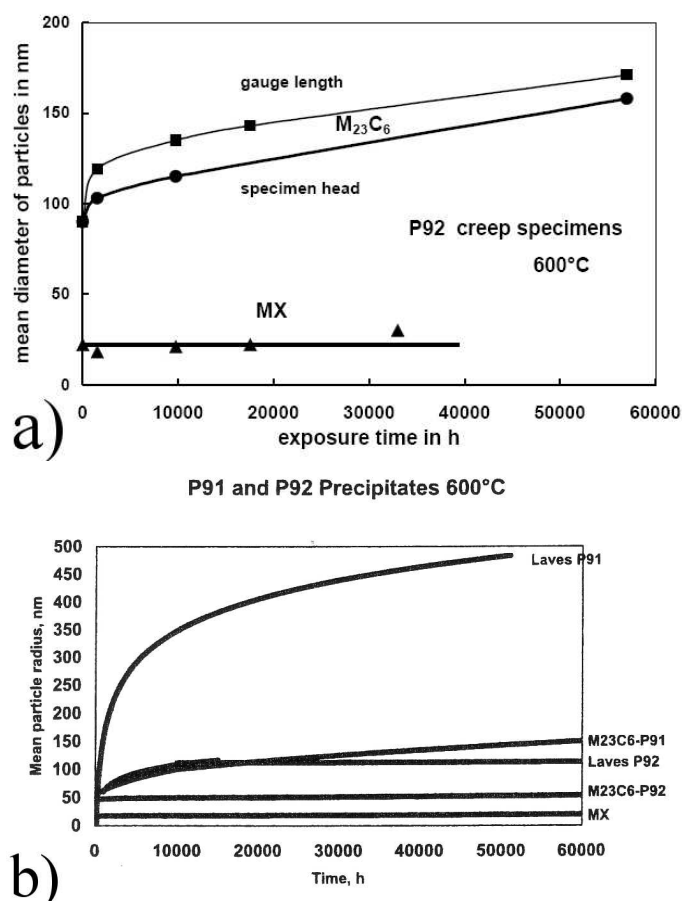


FIG. 2.28 : Evolution du diamètre moyen des divers précipités au cours a) du fluage et d'un vieillissement à 600°C du P91 [Ennis and Czyska Filemonowicz, 2002] et b) comparaison entre P91 et P92 en fluage à 600°C [Hald, 2004].

Comme Orlova et al. [Orlova et al., 1998] le notent, considérer uniquement le diamètre moyen des particules n'est pas suffisant pour comprendre l'évolution de l'état de précipitation. En effet, leurs résultats, illustrés figure 2.29, montrent qu'au cours d'un



essai de fluage à 600°C, le diamètre des particules commence par croître, puis rediminue dans la seconde moitié de la durée de vie. Cette évolution surprenante résulte de la compétition entre le phénomène "d'Oswald ripening" [Vengrenovich et al., 2002, Doi, 1996], qui gère la croissance des précipités, et la précipitation de nouvelles phases (phases de Laves). La distribution des tailles de précipités, qui est initialement d'allure lognormale et au sein de laquelle il n'est pas aisé de distinguer les  $MX$  des  $M_{23}C_6$ , semble fortement évoluer au cours du fluage comme le rapportent Cerri et al. [Cerri et al., 1998]. En effet, leurs résultats, illustrés figure 2.30, montrent la formation d'une distribution bimodale avec un premier mode centré autour de 20-30 nm ( $MX$ ) qui n'évolue quasiment pas et un autre mode qui passe de 70 à 114 nm environ ( $M_{23}C_6$ ). Cette distinction est d'autant plus marquée que la contrainte est basse.

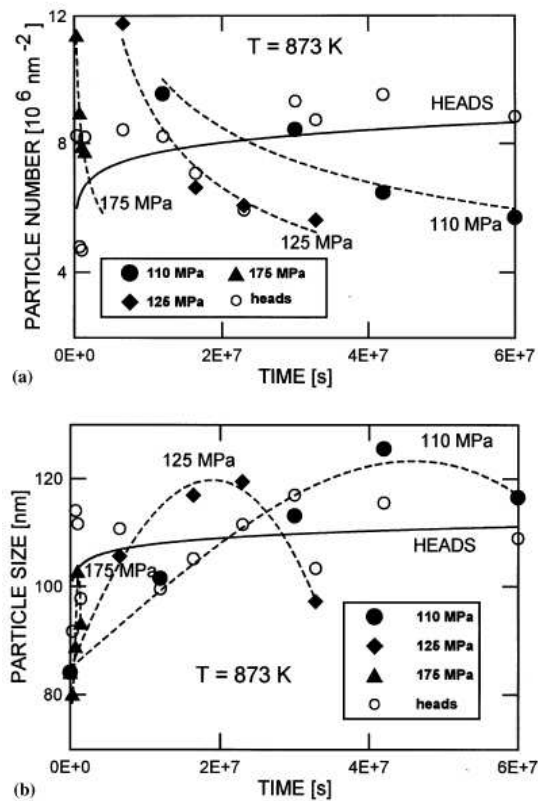


FIG. 2.29 : Evolution a) du nombre de particules et b) de leur diamètre moyen au cours du fluage à 600°C et plusieurs niveaux de contrainte pour un acier P91 [Orlova et al., 1998].

Du fait de la disparition de nombreux sous-joints (grossissement des sous-grains), la fraction des particules situées sur des joints de la microstructure diminue au cours du fluage [Cerri et al., 1998]. Eggeler [Eggeler, 1989] distingue d'ailleurs les  $M_{23}C_6$  situés le long des joints entre anciens grains austénitiques de ceux situés le long des autres joints de la microstructure. Comme l'illustre la figure 2.31, si les distributions après

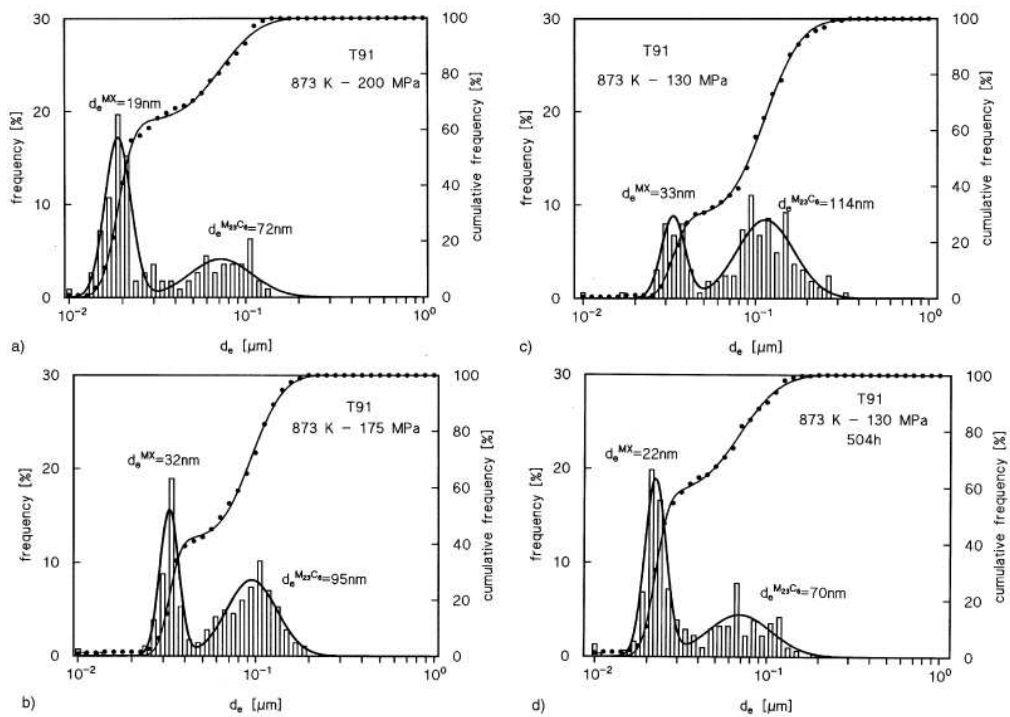
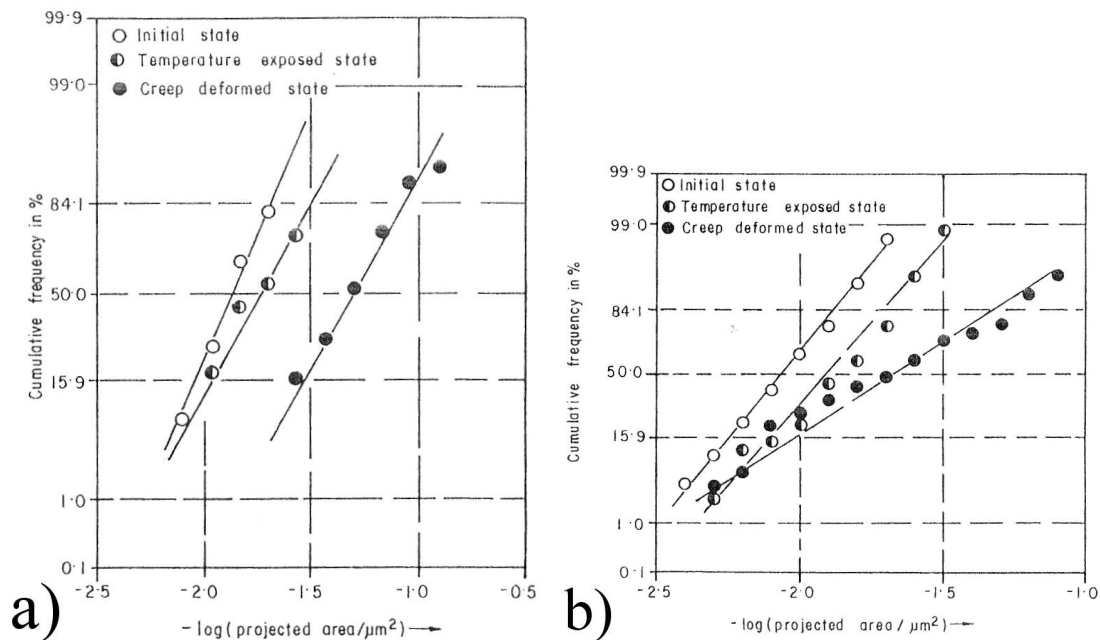


FIG. 2.30 : Evolution des distributions de tailles de précipités au cours du fluage à 600°C d'un acier T91 [Cerri et al., 1998]. après un essai de fluage a) 200MPa, b) 175MPa, c) 130MPa et d) après 504h à 130MPa.

fluage restent globalement d'allure lognormale, les particules situées le long des joints entre ex-grains  $\gamma$  sont nettement plus grosses que les autres. Ceci s'explique par le fait que les joints entre ex-grains  $\gamma$  sont généralement des chemins où la diffusion est encore plus rapide et qu'ils ne sont pas affectés (ils ne disparaissent pas) au cours du fluage. Par ailleurs, la même étude montre, dans le cas d'un acier à 12%Cr, l'apparition au cours du fluage de diverses nouvelles phases comme, par exemple, des  $Cr_7C_3$ ,  $Cr_3C_2$ ,  $M_6C$  ou encore des phases  $\sigma$ . De telles évolutions de composition des précipités sont aussi rapportées par Furtado et al. [Furtado et al., 2007] et Lundin et al. [Lundin et al., 2000] sur d'autres aciers à 9-12%Cr. Ces deux études proposent divers scénarios et discutent en détail la répartition et le rôle des divers éléments.



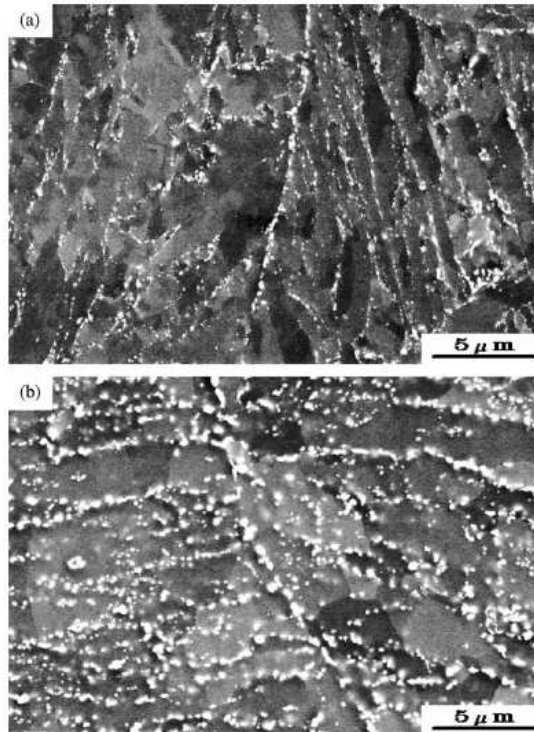
**FIG. 2.31 :** Evolution, au cours du fluage à 600°C d'un acier à 12%Cr, des distributions de tailles de  $M_{23}C_6$  situés a) le long des ex-grains austénitiques et b) le long des autres joints de la microstructure [Eggeler, 1989].

Par ailleurs, pour les essais à très longue durée ( $t \geq 20000h$  à 600°C [Suzuki et al., 2003] et  $t \geq 7700h$  à 650°C [Götz and Blum, 2003]), la précipitation de carbonitrides complexes, appelés phase Z (structure tétragonale et composition approximative  $(CrVNb)N$ ) est rapportée dans la littérature. Le tableau 2.4, extrait de [Gaffard, 2005], récapitule les différentes secondes phases apparaissant au cours du fluage ou d'un vieillissement et leur effet sur la tenue au fluage.

En fatigue et en fatigue-fluage, même si le grossissement des précipités est fréquemment évoqué comme source possible de l'adoucissement, aucune donnée quantitative concernant ce grossissement n'est, à ma connaissance, disponible dans la littérature. Seuls

Precipitates	Nucleation conditions	Precipitation zone	Growth and coalescence	Effect on Creep
$M_{23}C_6 - (Cr_{15}Fe_6Mo)C_6$ Fcc – a = 1.066 nm	Tempering, ageing and creep ageing conditions	At prior austenite, packet and lath boundaries	Coarsening is promoted by creep	Lose their pinning effect on dislocation leading to lath recovery
Z-phase - (CrVNb)N tetragonal – a = 0.286 nm c = 0.739 nm	Long term creep ageing conditions (larger than 30,000 hours)	At prior austenite, grain boundaries		At the expense of MX and $M_{23}C_6$ precipitates which leads to a loss of creep strength
Laves phase $Fe_2Mo$ hexagonal – a = 0.474 nm c = 0.773 nm	Ageing and creep ageing conditions	At prior austenite, packet and lath boundaries	Coarsening is promoted by creep	Diminishes molybdenum solid solution strengthening
$M_{23}C_6 - (CN)(VNb)$ Hexagonal a = 0.478 nm – c = 0.446 nm	Tempering, ageing and creep ageing conditions	At lath boundaries and within laths	Slow coarsening	Stabilise lath boundaries retarding recovery
$M_{23}C_6$	Long term ageing and creep ageing conditions	At prior austenite, packet and lath boundaries	Dissolve $M_{23}C_6$ particles. High coarsening rate	Lower precipitation strengthening
MX (NbC, NbN, VN, VC) fcc – a = 0.444 nm	Tempering, ageing and creep ageing conditions	At lath boundaries and within laths	Slow coarsening	Stabilise lath boundaries retarding recovery

**TAB. 2.4 :** Secondes phases apparaissant au cours du fluage ou du vieillissement et leur effet sur les propriétés en fluage [Gaffard, 2005].



**FIG. 2.32 :** Observation d'un acier à 9%Cr-3%W a) avant et b) après un essai de fatigue-relaxation (1024 cycles à  $\Delta\epsilon_f = 1\%$  et 3h de maintien) à 650°C [Kimura et al., 2006].

Kimura et al. [Kimura et al., 2006] illustrent de manière qualitative un tel grossissement lors de sollicitations de fatigue-relaxation à 650°C sur des aciers à 12%Cr-2%W et 9%Cr-3%W (figure 2.32). Néanmoins, à des températures inférieures, pour des essais de fatigue relativement courts, l'évolution de la précipitation peut être considérée comme négligeable devant l'évolution de la taille des sous-grains et des densités de dislocations.

### 2.1.3.3 Evolution de la densité de dislocations.

Outre le grossissement des sous-grains ainsi que des précipités, l'instabilité de la microstructure des aciers à 9-12%Cr se traduit aussi par la chute de sa densité de dislocations au cours de sollicitations mécaniques. En effet, que ce soit en fluage ou en fatigue, les dislocations mobiles, provenant initialement de la transformation martensitique, interagissent et s'annihilent entre elles. Ainsi la figure 2.33, tirée de [Ennis and Czyrska Filemonowicz, 2002], illustre la chute de cette densité de dislocations au cours du fluage pour un acier P92 à 600 et 650°C. De même, plusieurs études [Pesicka et al., 2003, Pesicka et al., 2004], s'appuyant sur les mesures des désorientations de sous-joints sur des aciers à 9-12%Cr montrent qu'en fluage, la densité de dislocations est divisée d'un facteur 3 à 9 par rapport à l'état trempé-revenu. Ceci va de concert avec la disparition des sous-joints évoquée précédemment, expliquant ainsi, au moins partiellement, l'adoucissement observé. En fatigue, Earthman et al. [Earthman et al., 1989] notent l'apparition d'une répartition très hétérogène des dislocations, avec la présence de zones de très fortes densités (comparées à des PSB) et d'autres zones quasiment vides de dislocations (voir aussi la figure 2.20 qui rapporte l'évolution, après chargement cyclique, de la distance moyenne entre dislocations).

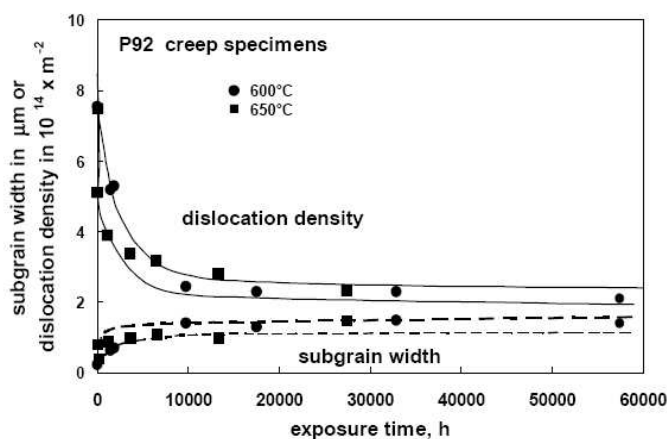


FIG. 2.33 : Evolution des densités de dislocations et des tailles de sous-grains en fluage à 600 et 650°C d'un acier P92 [Ennis and Czyrska Filemonowicz, 2002].

### 2.1.4 Conclusions partielles.

De cette synthèse bibliographique dédiée au comportement, en fatigue comme en fluage, ainsi qu'aux évolutions de microstructure des aciers à 9-12%Cr, on retiendra les points suivants :

- Les vitesses stationnaires de fluage dépendent fortement de la nuance d'acier étudiée ainsi que de son état microstructural initial.
- L'addition d'éléments comme le tungstène, le tantale, le vanadium et le cobalt tend à réduire ces vitesses de fluage.
- Deux régimes de fluage stationnaire peuvent être distingués en fonction de la contrainte appliquée à une température donnée. A forte contrainte, la déformation de fluage est gouvernée par le glissement des dislocations, alors qu'à faible contrainte, c'est la diffusion qui régit la déformation.

- Le comportement en fatigue se caractérise par un adoucissement continu (il ne sature pas au sens où un cycle stabilisé n'est jamais atteint).
- La composition de l'alliage ainsi que la taille des grains de la microstructure influencent l'amplitude et la cinétique d'adoucissement cyclique.
- Cet adoucissement est d'autant plus rapide et prononcé que la température ou le niveau de déformation sont élevés.

- Au cours d'un vieillissement, d'un essai de fluage, ou d'un essai de fatigue à haute température, la microstructure des aciers à 9-12%Cr obtenue après trempe et revenu est instable.
- Cette instabilité se traduit essentiellement par : une chute de la densité de dislocations, un grossissement de la taille des sous-grains (ou des lattes) menant à une microstructure plus équiaxe, une augmentation de taille des précipités  $M_{23}C_6$  et la précipitation de nouvelles phases.
- Ces phénomènes se produisent chronologiquement dans l'ordre où ils sont cités ci-dessus.
- Ces évolutions microstructurales sont fréquemment rapportées comme hétérogènes, ce qui se traduit par un élargissement des distributions de taille de sous-grain et la séparation en deux modes des distributions de tailles de précipités (en lien avec le phénomène de maturation de type "Ostwald ripening").
- De manière schématique on peut classer les sollicitations de la plus destructrice à la moins destructrice vis-à-vis de la stabilité de la microstructure :

$$\text{Fatigue-Fluage} \geq \text{Fatigue} \geq \text{Fluage} \geq \text{Vieillissement} \quad (2.5)$$

- C'est la combinaison entre une forte déformation viscoplastique et une température élevée (les données disponibles correspondent à  $550^{\circ}\text{C} \leq T \leq 650^{\circ}\text{C}$ ) qui est la plus pénalisante.
- Le grossissement des sous-grains correspond à une disparition de bon nombre de sous-joints (essentiellement les sous-joints les plus faiblement désorientés).
- Cette instabilité de la microstructure permet notamment d'expliquer le phénomène d'adoucissement cyclique (baisse du nombre d'obstacles permettant de minimiser le mouvement des dislocations) ainsi que l'effet d'un vieillissement sur la vitesse de fluage stationnaire.

## 2.2 Résultats des essais mécaniques.

Depuis les années 1980, de nombreux essais de fatigue pure (PF), fatigue-relaxation (RF) et fatigue-fluage (CF) ont été menés au sein du SRMA sur deux coulées d'acier P91 dont les caractéristiques sont données dans les tableaux 1.2 et 1.1. Au cours des trois dernières années j'ai complété cette base de données par quelques essais "classiques" supplémentaires, ainsi que par des expériences moins usuelles, visant à mieux comprendre le comportement des aciers à 9-12%Cr sous des sollicitations plus proches des conditions en service (très faibles niveaux de déformation cyclique, très longs temps de maintien).

### 2.2.1 Essais de fatigue pure (PF), fatigue-relaxation (RF), fatigue-fluage (CF).

L'ensemble des essais usuels de PF, RF et CF menés au SRMA, l'ont été sur des machines servo-mécaniques de type MAYES ESM100. Afin de tester une gamme de températures étendue, ces machines sont équipées de fours à résistance. La température est contrôlée à l'aide de trois thermocouples et le gradient de température maximal sur la partie utile de l'éprouvette est inférieur à 2°C. Les éprouvettes, dont le plan est donné figure 2.34, ont une section utile d'un diamètre de 8mm sur une longueur de 16mm. Cet élanement relativement faible permet notamment d'imposer des déformations de compression conséquentes sans risque de flambement. Leur état de surface est caractérisé par une rugosité inférieure à 0.8µm (paramètre  $R_a$ ). La déformation axiale est mesurée par un extensomètre capacitif directement posé sur la partie utile. Les deux bras de l'extensomètre sont distants de 10mm. L'allongement mesuré est précis à 0.5µm près ce qui permet de mener des essais de fatigue à très faible niveau de déformation ( $\Delta\epsilon_t \geq 0.1\%$ ). L'ensemble des essais menés ont été pilotés en déformation totale mesurée à l'aide de cet extensomètre. La vitesse de déformation est, sauf mention explicite du contraire, égale à  $\dot{\epsilon} = 2.10^{-3}\text{s}^{-1}$ . Les formes de cycle correspondant au trois types d'essais (PF, RF et CF) sont présentées figure 2.35. Les essais PF et RF sont pilotés en déformation totale durant tout le cycle. Lors de la phase de maintien, la déformation est maintenue constante et la contrainte se relaxe. Dans le cas des essais CF, le pilotage mis en oeuvre est plus complexe. En effet, durant la phase de cyclage, la machine est asservie sur la déformation totale, cependant une fois la déformation maximale atteinte, un changement d'asservissement est effectué et la contrainte est maintenue constante soit pendant une durée donnée, soit jusqu'à atteindre une déformation de fluage donnée. L'intérêt principal des essais de CF vis-à-vis des essais de RF est qu'ils permettent, pour une même durée de maintien, d'atteindre des déformations viscoplastiques par cycle bien supérieures, augmentant ainsi théoriquement la part de l'endommagement dû au fluage par rapport à l'endommagement dû à la fatigue (cette répartition théorique sera rediscutée en détail au chapitre suivant). Le système d'acquisition numérique permet d'enregistrer les contraintes minimales et maximales de chaque cycle ainsi que les formes de certains cycles. Les tableaux 2.5, 2.6, 2.7 et 2.8 présentent les essais PF, CF et RF menés au sein du SRMA. Des essais avec temps de maintien en compression ont aussi été conduits et seront présentés au sein du chapitre suivant.



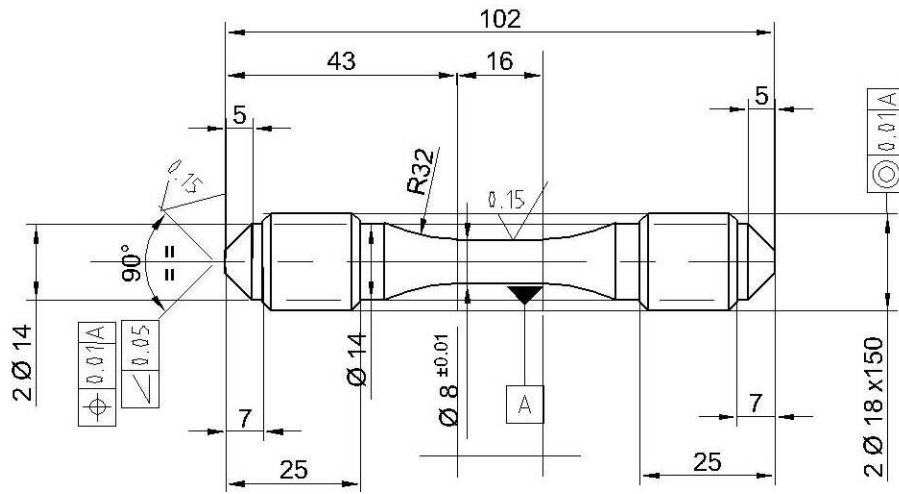


FIG. 2.34 : Schéma des éprouvettes utilisées lors des essais de PF, RF et CF menés au SRMA.

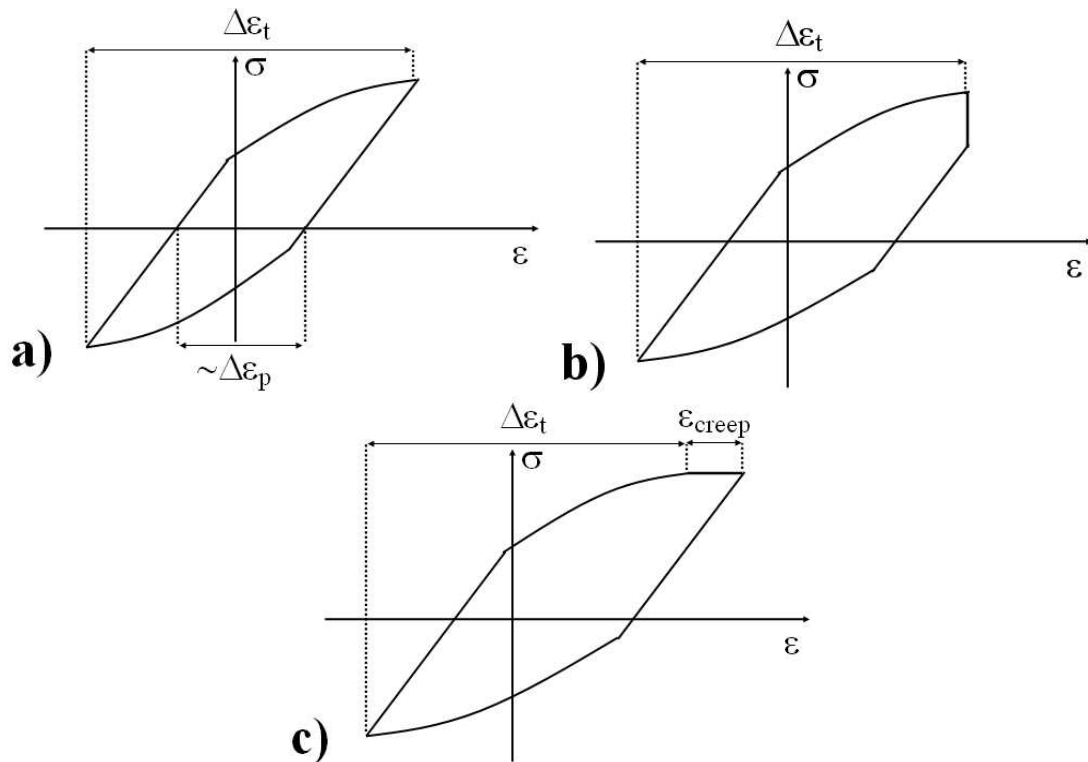


FIG. 2.35 : Schémas des formes de cycle dans le cas d'essais a) PF, b) RF et c) CF.

Essais de fatigue-fluage														
	$\epsilon_{creep}(\%)$							temps de maintien (min)						
$\Delta\epsilon_f(\%)$	0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.7	0.5	1	3	6	10	30	720
0.3	1 <sup>NR</sup>	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1 <sup>NR</sup>
0.4	6	1 (1400s)	0	1 <sup>NR</sup> (1800s)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0.5	3	2 (780s)	1 (1240s)	1 <sup>NR</sup> (1800s)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0.6	5	0	0	1 (583s)	0	1 (1813s)	0	0	0	0	0	0	0	0
0.7	3	1 (13s)	1 (47s)	1 (193s)	1 (487s)	1 (1070s)	0	1 (0.18%)	1 (0.22%)	1 (0.33%)	1 (0.37%)	1 (0.45%)	1 (0.7%)	0
1	5	2 (12s)	1 (17s)	1 (33s)	0	1 (109s)	1 (251s)	0	0	0	0	0	0	0

TAB. 2.5: Nombre d'essais CF menés à 550°C avec un maintien en traction. Lorsque le maintien est stoppé à une déformation de fluage donnée, la durée du maintien mesurée à  $N_{50}/2$  est indiquée entre parenthèses. Lorsque le maintien est stoppé au bout d'une durée donnée, la déformation de fluage mesurée à  $N_{50}/2$  est indiquée entre parenthèses. Le symbole <sup>NR</sup> indique que l'essai a été arrêté avant rupture.

$\Delta\varepsilon_t(\%)$	temps de maintien (min)				
	0.16	2	10	30	90
0.4	1	0	0	0	0
0.6	0	0	0	2	1
0.7	0	1	1	1	0
1	0	0	0	1	0

**TAB. 2.6 :** Nombre d'essais RF menés à 550°C avec un maintien en traction.

Cette vaste campagne d'essais cycliques explore une large gamme de températures (en fatigue pure), d'amplitudes de déformation et de temps de maintien. Elle nous a tout d'abord permis d'étudier les durées de vie des aciers à 9-12%Cr en fatigue, fatigue-fluage et fatigue-relaxation, étude primordiale pour les problématiques de dimensionnement, et qui sera détaillée au chapitre suivant. D'autre part, l'ensemble des données enregistrées fournissent de précieuses informations quant à l'influence des divers paramètres (température, niveau de déformation et temps de maintien) sur le comportement et plus particulièrement sur l'adoucissement des aciers en question. Cette perte de propriétés mécaniques, si elle n'est pas rédhibitoire, reste une préoccupation majeure pour l'utilisation de ces nuances. En effet, si les composants que l'on veut concevoir à l'aide de ces matériaux sont soumis à des sollicitations cycliques, les aciers dont ils sont faits vont perdre au fur et à mesure leurs propriétés mécaniques (résistance au fluage, écrouissage monotone,...). Il est donc primordial, dès l'étape de dimensionnement, de pouvoir prendre en compte ces propriétés "dégradées" qui seront celles du matériau après une certaine durée d'utilisation. Aussi riche que puisse être notre base de données, elle ne peut malheureusement pas couvrir le domaine des sollicitations qui seront imposées en service, pour les applications liées à l'énergie nucléaire (très faibles niveaux de déformation, temps de maintien de l'ordre du mois). De ce fait, il est nécessaire d'extrapoler les données que nous possédons. Afin de fiabiliser ces extrapolations, nous avons choisi de baser notre approche sur la compréhension des mécanismes physiques (à l'échelle du grain, voire des dislocations) responsables de l'adoucissement.

$\Delta\varepsilon_t$ (%)	type	$\varepsilon_{creep}$ (%)	$t_m$ (min)	$\Delta\varepsilon_p^{ini}$ (%)	$\Delta\varepsilon_p^{N_{50}/2}$ (%)	$\frac{\Delta\sigma^{ini}}{2}$ (MPa)	$\frac{\Delta\sigma^{N_{50}/2}}{2}$ (MPa)	$\sigma_{max}^{ini}$ (MPa)	$\sigma_{max}^{N_{50}/2}$ (MPa)	$N_{50}$	$t_{50}$ (h)
0.3	CF		720	0.1	NA	316	NA	243	NA	NA	NA
0.4	CF	0.1		0.15	0.24	301	236	294	179	8836	1066
0.4	CF	0.3		0.23	NA	339	NA	297	NA	>2315	>1167
0.5	CF	0.1		0.22	0.33	340	261	332	222	5250	130
0.5	CF	0.2		0.32	0.41	334	255	329	200	4032	721
0.5	CF	0.3		0.35	NA	356	NA	328	NA	>965	>484
0.6	CF	0.3		0.5025	0.6077	352	258	340	217	1730	1263
0.6	CF	0.5		0.6931	0.7824	348	261	344	212	918	408
0.6	RF		30	0.2663	0.3445	359	274	357	235	4594	2297
0.6	RF		90	0.2697	0.347	359	274	357	230	3248	4872
0.7	CF	0.1		0.66	0.78	395	300	360	264	1964	6.2
0.7	CF	0.2		0.75	0.88	397	301	366	255	1500	47.7
0.7	CF	0.3		0.84	0.97	398	304	362	243	1600	81.8
0.7	CF	0.5		1.05	1.18	396	298	355	227	750	242
0.7	CF	0.7		1.2061	1.3428	392	284	375	246	941	327
0.7	CF		0.5	0.4841	0.5675	351	277	351	241	2533	21.1
0.7	CF		1	0.537	0.5999	353	279	359	241	1900	31.7
0.7	CF		3	0.6895	0.7229	351	276	351	231	2050	102.5
0.7	CF		6	0.7634	0.759	354	279	354	233	1094	109.4
0.7	CF		10	0.7686	0.8257	360	278	360	230	1270	275
0.7	CF		30	0.9681	1.087	354	275	354	222	680	340
0.7	RF		2	0.33	0.43	371	273	371	260	5091	169.7
0.7	RF		10	0.3479	0.4598	365	278	365	260	2751	458.5
0.7	RF		30	0.3532	0.4219	369	278	369	255	3778	1889
1	CF	0.1		0.66	0.78	395	300	373	280	1280	2.5
<i>A suivre...</i>											

$\Delta\epsilon_t$ (%)	type	$\epsilon_{creep}$ (%)	$t_m$ (min)	$\Delta\epsilon_p^{ini}$ (%)	$\Delta\epsilon_p^{N_{50}/2}$ (%)	$\frac{\Delta\sigma^{ini}}{2}$ (MPa)	$\frac{\Delta\sigma^{N_{50}/2}}{2}$ (MPa)	$\sigma_{max}^{ini}$ (MPa)	$\sigma_{max}^{N_{50}/2}$ (MPa)	$N_{50}$	$t_{50}$ (h)
(suite)	(suite)	(suite)	(suite)	(suite)	(suite)	(suite)	(suite)	(suite)	(suite)	(suite)	(suite)
1	CF	0.2		0.75	0.88	397	301	376	277	993	4.8
1	CF	0.3		0.84	0.97	398	304	382	281	897	24
1	CF	0.5		1.05	1.18	396	298	378	264	874	31
1	CF	0.7		1.2061	1.3428	392	284	372	251	941	99
1	RF		30	0.64	0.72	395	285	390	270	1863	931.5

TAB. 2.7: Tableau récapitulatif des essais de fatigue avec temps de maintien menés à 550°C. NA : non atteint.

Température (°C)	$\Delta\epsilon_t(\%)$					
	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	1
20	0	2	0	2	0	2
400	0	3	0	2	0	2
550	1 <sup>NR</sup>	6	3	5	3	5

**TAB. 2.8 :** Nombre d'essais PF menés à 20, 400 et 550°C au sein du SRMA.

Les paragraphes qui suivent présentent les étapes successives que nous avons mis en oeuvre afin de mieux comprendre ce phénomène d'adoucissement cyclique. Dans un premier temps, l'exploitation des données macroscopiques de notre base d'essais nous a permis, d'une part, de mettre en évidence les paramètres les plus pertinents pour la description de l'adoucissement (par le dépouillement de l'évolution des contraintes extrêmes), et d'autre part, d'identifier les classes de mécanismes microstructuraux responsables de l'adoucissement (par le biais d'une étude des boucles d'hysteresis). Outre ces données macroscopiques, une étude microstructurale détaillée (microscopie optique, MET, EBSD,...) a été menée afin d'observer les évolutions de la structure de martensite revenue en fonction des sollicitations appliquées.

### 2.2.2 Etude de l'adoucissement : répartition entre contrainte isotrope, cinématique et visqueuse.

Cette première phase de notre étude a déjà été publiée dans deux articles parus dans Materials Science and Engineering A [Fournier et al., 2006a, Fournier et al., 2006b]. Ces deux articles proposent une étude détaillée de l'évolution des trois composantes de la contrainte cyclique, à savoir les contraintes isotrope ( $R$ ), cinématique ( $X$ ) et visqueuse ( $\sigma_v$ ). Pour obtenir l'évolution de ces contraintes, une nouvelle méthode statistique a été développée afin d'étudier la forme des boucles d'hysteresis. Dans la mesure où ces deux articles rapportent l'ensemble des éléments relatifs à cette phase de notre étude, j'ai pris le parti de les inclure sous forme d'annexe (annexes 1 et 2) et je me contenterai, dans le corps du manuscrit, de rappeler les principaux résultats obtenus :

- La méthode de dépouillement des boucles d’hysteresis développée au cours de cette étude est basée sur les concepts du Statistical Process Control [WESTERN ELECTRIC, 1956] (figure A.5). Cette assise statistique permet de tenir compte de la dispersion intrinsèque des mesures une fois celle-ci évaluée. De fait, les résultats obtenus sont beaucoup plus reproductibles (on obtient les mêmes résultats pour deux essais similaires) et robustes (le bruit de mesure influence peu les résultats).
- Cette méthode permet, par ailleurs, de suivre l’évolution du module de Young (figure A.11).
- A 550°C l’adoucissement mesuré en PF, RF et CF est principalement dû à une perte de contrainte cinématique, et ce, quel que soit le niveau de déformation appliqué. Ceci implique donc que l’adoucissement cyclique est lié à la disparition d’obstacles directionnels et à longue portée, responsables de la contrainte cinématique (figures A.12 et B.5).
- La contrainte isotrope, quant à elle, ne semble influencée ni par le niveau de déformation cyclique, ni par la présence d’un temps de maintien. Elle décroît légèrement au fil des cycles (figure A.12).
- En fatigue-pure à fort niveau de déformation, les trois composantes de la contrainte macroscopique représentent chacune environ un tiers de la contrainte totale (figure A.12).
- La contrainte visqueuse  $\sigma_v$  est une fonction croissante de la déformation cyclique appliquée ( $\Delta\varepsilon_t$ ) en PF (figure A.12). Cependant en présence d’un temps de maintien (de fluage ou de relaxation),  $\sigma_v$  décroît de manière drastique (des chutes de 130MPa ont pu être mesurées pour des maintiens d’à peine 20s) (figure B.7). Ceci est lié aux vitesses de déformation très faibles mises en jeu lors des phases de maintien.
- A 400°C et 20°C cette contrainte visqueuse devient négligeable alors que la majeure partie de la contrainte totale est portée par la composante cinématique. L’adoucissement est, là encore, principalement dû à une chute de contrainte cinématique (figure A.17).
- La mesure de la contrainte visqueuse lors des essais de CF permet d’évaluer le volume d’activation du fluage primaire et de la déformation de fatigue. Ces derniers sont respectivement égaux à  $230b^3$  et  $26b^3$  (figure B.14). Ceci confirme que les phénomènes liés à la viscosité se déroulent à de très petites échelles.
- En fatigue-fluage à fort niveau de déformation (par exemple  $\Delta\varepsilon_t = 1\%$ ), l’évolution de l’amplitude de contrainte  $\Delta\sigma/2$  suit une courbe maîtresse : à  $\Delta\varepsilon_t$  donné quel que soit le temps de maintien appliqué, la relation  $\Delta\sigma/2 = f(\varepsilon_{vp}^{cum})$  est la même (avec  $\varepsilon_{vp}^{cum}$  la déformation viscoplastique cumulée). Cette unicité n’est plus observée à faible niveau de déformation (figure B.3).
- Le paramètre le plus pertinent pour décrire l’adoucissement est donc bien la déformation (visco)plastique cumulée.

- L'effet d'un temps de maintien sur la valeur de la contrainte cinématique est complexe. Pour de forts niveaux de déformation ( $\Delta\varepsilon_t \geq 0.7\%$ ), l'application d'un temps de maintien augmente la valeur initiale de  $X$ . A l'inverse, pour les faibles niveaux de déformation ( $\Delta\varepsilon_t \leq 0.5\%$ ) l'effet inverse est observé. On peut corrélérer cette évolution à la vitesse de déformation viscoplastique (voir figure B.15). La valeur initiale de la contrainte cinématique semble en effet gouvernée par deux mécanismes antagonistes. Aux fortes vitesses de déformation (PF et CF), l'augmentation de la déformation viscoplastique provenant de la phase de maintien accroît les hétérogénéités intergranulaires et donc la contrainte cinématique intergranulaire. Aux plus faibles vitesses de déformation (RF et CF longue durée), divers mécanismes d'accommodation (montée, glissement dévié,...) pourraient réduire les contraintes cinématiques intergranulaires aussi bien qu'intragranulaires. Il apparaît donc que les maintiens de fluage et de relaxation ont une influence différente sur l'adoucissement, puisqu'ils entraînent des déformations viscoplastiques dont la vitesse diffère de plusieurs ordres de grandeur. Les mécanismes microstructuraux peuvent ainsi être significativement différents en fonction du type de maintien, ce qui souligne l'importance de bien les identifier afin de pouvoir extrapoler le comportement mesuré aux vitesses de sollicitation en service (très lentes).

### 2.2.3 Etude des phases de fluage et de relaxation.

L'étude bibliographique proposée au début de ce chapitre a mis en évidence la forte dépendance de la vitesse de fluage stationnaire vis-à-vis de la microstructure initiale de l'acier à 9-12%Cr étudié. En effet, les résultats rapportés soulignent l'accélération de la vitesse de fluage secondaire suite à un vieillissement prolongé à 650°C [Sklenicka et al., 2003] ou encore après une sollicitation de fatigue pure [Dubey et al., 2005]. Ces accélérations de la vitesse de fluage sont à corrélérer avec le grossissement de la microstructure lui aussi rapporté dans la littérature et consécutif aux sollicitations de fatigue ou aux vieillissements à très haute température. Les essais CF offrent l'occasion d'étudier, au cours du cyclage, l'évolution des phases de fluage. L'une des données primordiales dans une optique de dimensionnement est, bien sûr, la relation entre vitesse de déformation stationnaire  $\dot{\varepsilon}_s$  et niveau de contrainte appliquée. Dans la mesure où les phases de fluage imposées sont de relativement courte durée, il reste difficile d'affirmer être parvenu au stade de fluage secondaire. La figure 2.36 montre l'évolution des vitesses de fluage mesurées au premier cycle et à  $\frac{N_{50}}{2}$  pour les essais avec la plus longue phase de fluage disponibles à chaque niveau de déformation testé. On constate que pour  $\Delta\varepsilon \leq 0.5\%$  les essais CF disponibles semblent avoir atteint la vitesse de fluage minimale aussi bien au premier cycle qu'à mi-durée de vie. Pour les niveaux de déformation plus élevés, la vitesse minimale atteinte surestime probablement la vitesse de fluage stationnaire. On note, par ailleurs, que la vitesse de fluage initiale (au tout début du primaire) dépend très faiblement du niveau de contrainte. Les niveaux de contrainte élevés, appliqués à chaque



cycle, impliquent qu'il s'agit uniquement du régime de fluage dislocations.

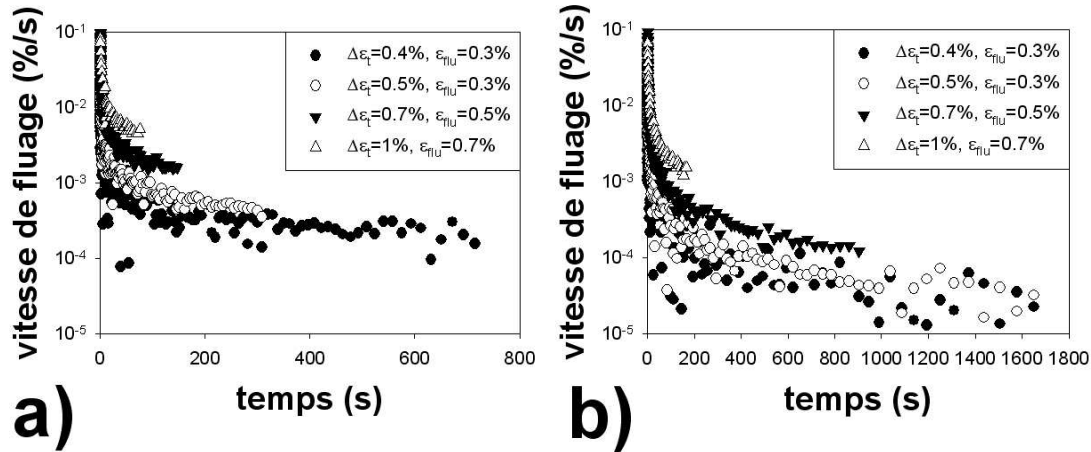


FIG. 2.36 : Vitesses de déformation de fluage, au cours des essais CF à divers niveaux de déformation de fatigue, mesurées a) au premier cycle et b) à  $\frac{N_{50}}{2}$  (T=550°C).

La figure 2.37 présente l'évolution, au cours des cycles, de cette vitesse de fluage minimale atteinte lors des essais CF. On constate que, pour les essais à faible niveau de déformation (où l'on est le plus proche de la vitesse de fluage stationnaire), la vitesse de fluage diminue rapidement lors des premiers cycles puis réaugmente à partir du centième cycle environ. Pour les essais à plus fort niveau de déformation ( $\Delta\epsilon \geq 0.7\%$  : on est encore en fluage primaire), une décroissance continue de la vitesse de fluage minimale est observée. Pour tous ces essais la contrainte appliquée décroît constamment au fil des cycles. Ainsi, pour les essais à faible niveau de déformation, la vitesse de fluage atteinte (à une déformation de fluage donnée) commence par décroître (avec la contrainte) puis réaugmente pour quasiment retrouver sa valeur initiale (alors que la contrainte, quant à elle, décroît toujours). Lors des premiers cycles la chute de contrainte entraîne un ralentissement du fluage. Cependant, les évolutions de la microstructure du matériau lors du cyclage finissent par être suffisantes pour réaccélérer le fluage. Ce résultat, pour le moins surprenant, suggère que le matériau a perdu, du fait des sollicitations de fatigue, une bonne partie de sa résistance au fluage.

Cette conclusion s'impose d'autant plus au vu de la figure 2.38 qui compare les vitesses de fluage minimales atteintes lors des essais CF présentés figure 2.36 au premier cycle et à mi-durée de vie et ce, en fonction de la contrainte appliquée. La courbe de dimensionnement fournie par le RCCMR (et établie à partir d'assez peu de données toutes situées entre 180 et 230MPa) ainsi que les vitesses de fluage secondaire mesurées sur des essais de fluage pur sont aussi portées sur cette figure. On constate tout d'abord que les vitesses de fluage atteintes au premier cycle, même pour seulement 0.1% de déformation, sont proches des vitesses stationnaires réelles. L'étude des courbes de fluage pur (non fournies ici) montre que la vitesse mesurée à  $\epsilon_{creep} = 0.1\%$  surestime la vitesse

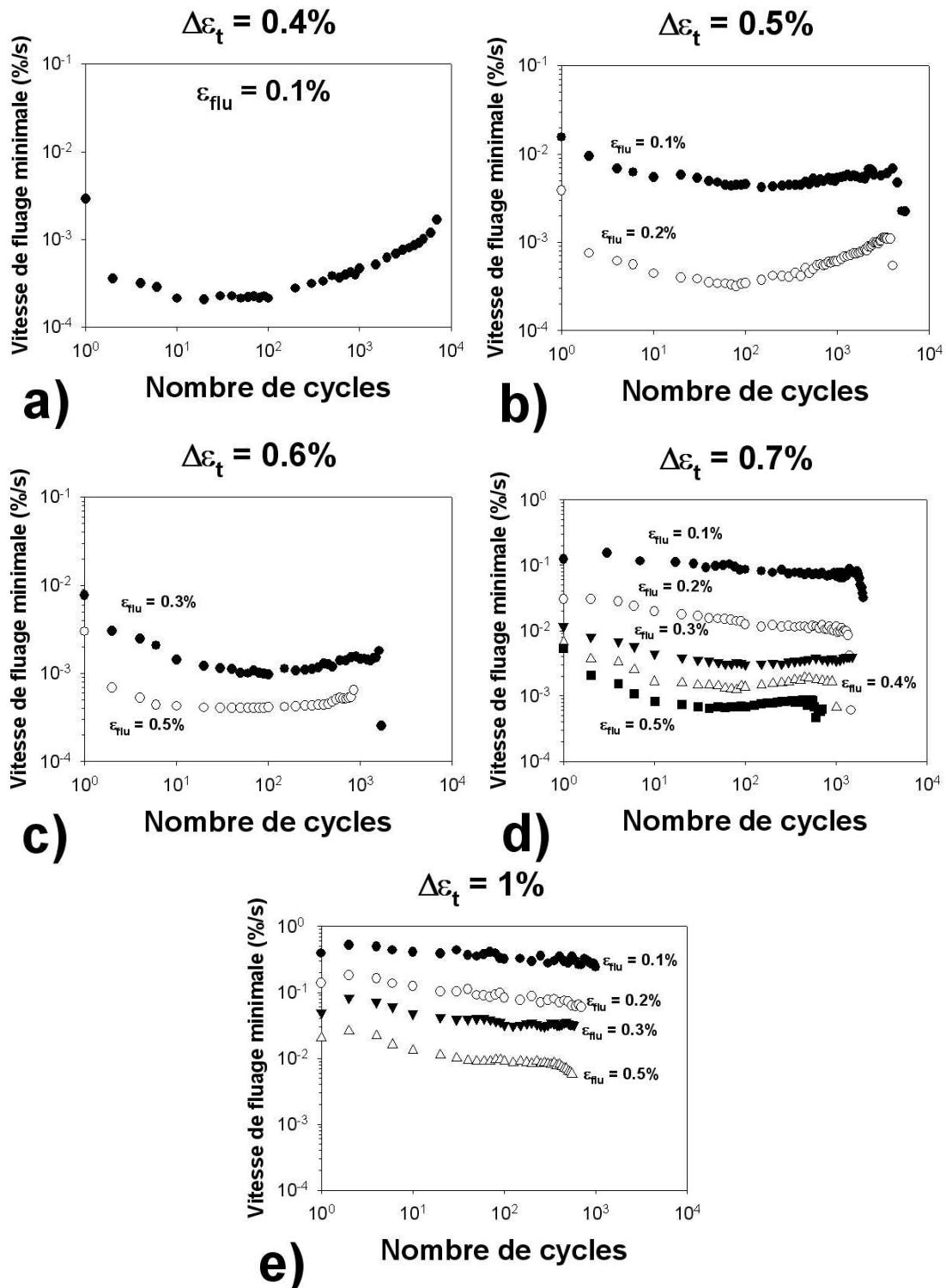
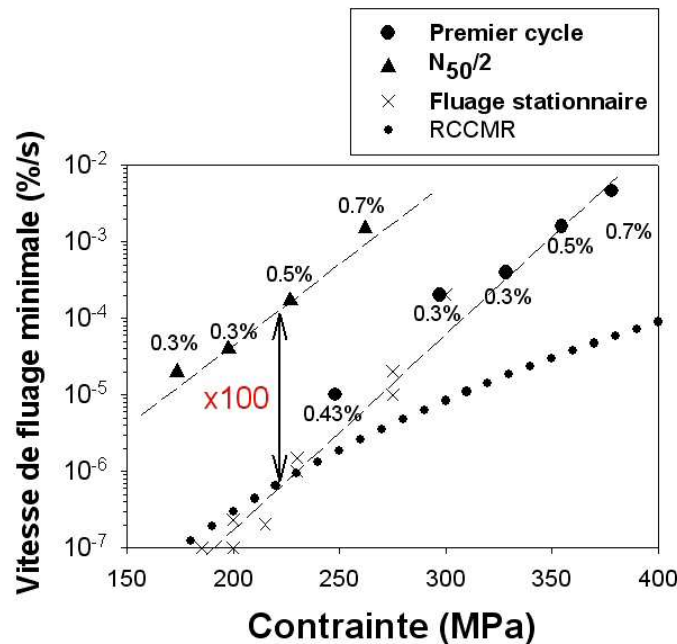


FIG. 2.37 : Vitesses de fluage minimales en fonction du nombre de cycles pour divers niveaux de déformation de fatigue et de fluage ( $T=550^\circ\text{C}$ ).

de fluage stationnaire au plus d'un facteur 10 (on pourra remarquer ici que la courbe du RCCMR, lorsqu'elle est extrapolée aux fortes contraintes, sous-estime fortement la vitesse de fluage réelle). Ces vérifications faites, on peut constater qu'à une contrainte donnée, la vitesse de fluage après fatigue (à mi-durée de vie) est bien supérieure à celle obtenue avec le matériau à l'état de réception. La relation  $\dot{\epsilon}_s = f(\sigma)$  est donc significativement différente pour un matériau fatigué. Ce résultat est en effet évident, notamment pour  $\sigma \simeq 250\text{MPa}$  où la vitesse de fluage à mi-durée de vie est plus de 100 fois supérieure à celle mesurée sur le matériau à l'état de réception. Cette accélération de la déformation de fluage, suite à une déformation cyclique, est beaucoup plus prononcée que celle résultant d'un vieillissement à  $650^\circ\text{C}$  rapportée par Sklenicka [Sklenicka et al., 2003] (voir figure 2.3).



**FIG. 2.38 :** Vitesses de fluage minimales pour des essais CF, à divers niveaux de déformation mesurées au premier cycle et à  $\frac{N_{50}}{2}$ . Les lignes en pointillés schématisent la relation  $\dot{\epsilon}_s = f(\sigma)$ . La courbe de dimensionnement du RCCMR ainsi que les vitesses de fluage stationnaire mesurées lors d'essais de fluage pur sont aussi rapportées ( $T=550^\circ\text{C}$ ).

Tous ces résultats montrent bien que des évolutions microstructurales significatives ont lieu du fait des sollicitations cycliques imposées et que la microstructure résultante résiste beaucoup moins bien au fluage que la martensite revenue initiale.

### 2.2.4 Essais séquentiels.

Outre les essais de PF, RF et CF rapportés dans les paragraphes précédents, divers types d'essais séquentiels ont été menés afin de mieux appréhender l'influence du fluage et de la fatigue sur le comportement cyclique. Le premier type d'essais séquentiels est exploité dans l'article [Fournier et al., 2006b] reproduit en annexe 2. Il s'agit d'essais de fatigue pure ( $\Delta\varepsilon_t = 0.7\%$ ) comportant une unique phase de relaxation d'une durée de 15 jours située soit au premier cycle, soit au bout de 500 cycles. Ils permettent notamment de montrer que les méthodes utilisées pour extraire les composantes isotropes, cinématiques et visqueuses, des boucles d'hysteresis de fatigue pure, mènent à une sous-estimation de ces valeurs lorsqu'on les applique à des essais avec temps de maintien (voir figure B.10). La figure 2.39 montre, par ailleurs, que l'influence d'une phase de relaxation initiale de 15 jours n'est mesurable que lors des premiers cycles suivants cette phase et qu'après une centaine de cycles ces essais ne se distinguent plus d'un essai de PF classique. Pour davantage de détails sur la procédure expérimentale se référer à l'annexe 2.

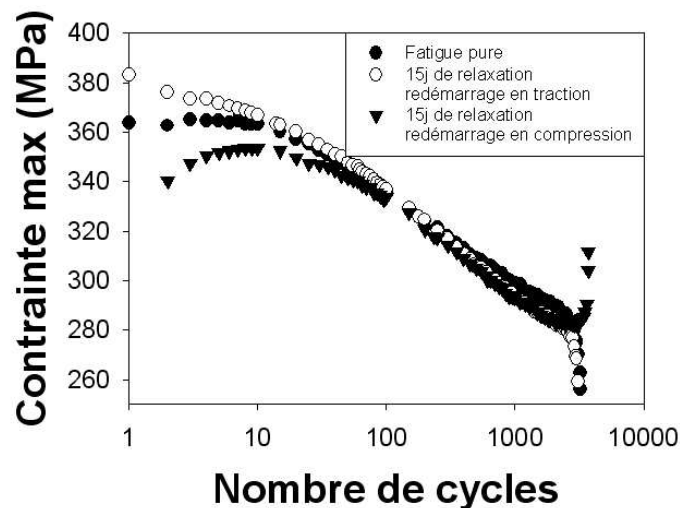


FIG. 2.39 : Evolution de la contrainte maximale lors d'essais PF ( $\Delta\varepsilon_t = 0.7\%$ ) menés soit directement, soit après 15 jours de relaxation à 550°C.

Un second type d'essais séquentiels a plus récemment été mené, séparant une phase de fluage et une phase de fatigue (ou de fatigue-fluage). Dans le premier cas une éprouvette de fatigue a préalablement subi 15 jours de fluage à 550°C sous une contrainte de 230MPa (la durée de vie correspondante en fluage est d'environ 50 jours). L'éprouvette est ensuite déchargée jusqu'à contrainte nulle, puis un essai de fatigue pure est mené à  $\Delta\varepsilon_t = 0.7\%$ . Cette fois encore, la prédéformation de fluage n'entraîne que très peu de différence sur le comportement en fatigue. La seule différence notable semble être un démarrage de l'adoucissement dès les premiers cycles alors qu'en fatigue pure sans prédéformation, la contrainte est quasi constante durant les 10 premiers cycles. L'adoucissement démarrant légèrement plus tôt (mais avec la même cinétique), à nombre

de cycles égal, la contrainte maximale pour l'essai séquentiel est légèrement inférieure à celle de l'essai PF classique. Dans la mesure où la prédéformation de fluage imposée est de courte durée et à contrainte élevée, il est probable, au vu des résultats de la littérature, que la microstructure a peu évolué lors de cette phase de fluage (cf figure 2.15). On peut donc raisonnablement conclure que seules des phases de fluage beaucoup plus longues (ou à bien plus haute température) modifient sensiblement le comportement en fatigue.

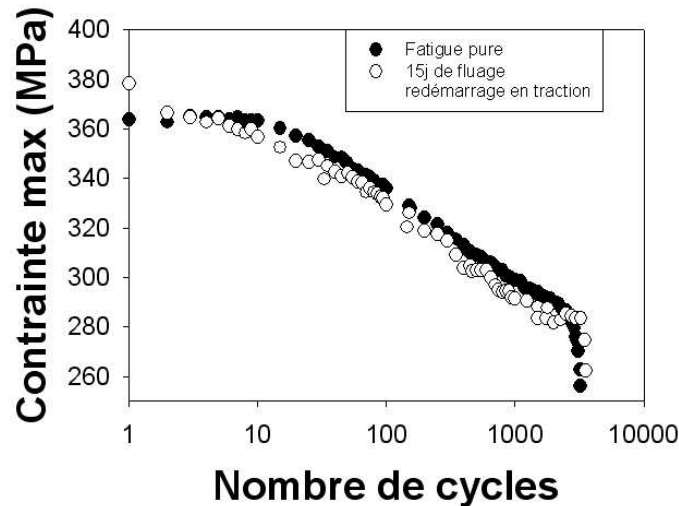
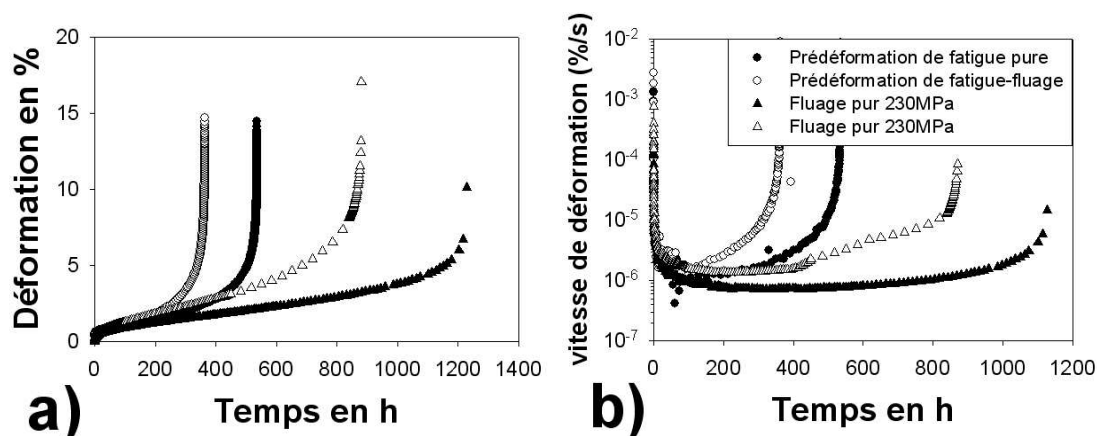


FIG. 2.40 : Evolution de la contrainte maximale lors d'essais PF ( $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ ) menés soit directement, soit après 15 jours de fluage à  $550^\circ\text{C}$  et  $\sigma = 230\text{MPa}$ .

La configuration inverse a par ailleurs été testée : une prédéformation en fatigue (ou fatigue-fluage) suivie d'un essai de fluage. Deux essais ont jusqu'à présent été menés. Dans les deux cas un essai de fluage à  $550^\circ\text{C}$  et  $\sigma = 230\text{MPa}$  a été conduit suite à une phase de déformation cyclique. La première éprouvette a été sollicitée en PF durant 10000 cycles à  $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$  et la seconde prédéformée en CF pendant 100 cycles à  $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$  et  $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ . Ce qui mène dans les deux cas à un adoucissement conséquent et à une contrainte proche de la contrainte finale, tout en ne représentant qu'une faible proportion de la durée de vie totale, afin de ne pas entraîner l'amorçage de fissures macroscopiques. D'un point de vue expérimental, il s'agit de deux éprouvettes de fatigue (plan de la figure 2.34). Une fois prédéformées, les éprouvettes sont démontées de la machine de fatigue, puis grossièrement repolies, afin d'enlever la couche d'oxyde qui s'est formée et de vérifier qu'aucune fissure macroscopique n'est déjà visible. Elles sont ensuite montées sur une machine de fluage classique. Dans la mesure où il ne s'agit pas d'éprouvettes de fluage usuelles, la seule extensométrie disponible permet de mesurer l'allongement de l'ensemble de l'éprouvette (conçus et têtes compris). Il est évident que, pour une campagne d'essais plus systématique, il serait sage de réuser, au sein de l'éprouvette préfatiguée, une éprouvette de fluage classique permettant de ne mesurer que la déformation de la partie utile. Ainsi, afin de comparer les résultats obtenus avec ceux de fluage déjà en notre possession, il a fallu évaluer la vraie longueur utile de nos

éprouvettes de fatigue, montées sur les machines de fluage.<sup>2</sup>

Les résultats obtenus sont représentés figure 2.41 et comparés à deux essais (afin d'illustrer la dispersion en fluage pur) de fluage standard dans les mêmes conditions (550°C et 230MPa) sur le matériau à l'état de réception. On peut constater que la phase de fluage primaire n'est quasiment pas influencée par la prédéformation cyclique. En revanche, si l'on atteint bien une vitesse de fluage minimale proche de celle des essais de fluage standard (de l'ordre de  $10^{-6}\% \cdot s^{-1}$ , même s'il faut toutefois se rappeler que cette vitesse est sous-estimée dans le cas des essais séquentiels (voir note 2)), la phase de fluage secondaire est beaucoup plus courte pour l'essai ayant subi une prédéformation de fatigue et plus encore lorsqu'il s'agit d'une prédéformation de fatigue-fluage. En effet, alors qu'en fluage pur on observe un plateau sur la courbe de vitesse de fluage, cette dernière est beaucoup plus incurvée après une prédéformation cyclique. La phase de fluage stationnaire étant quasi inexistante, la durée de vie finale est beaucoup plus faible lors de ces essais séquentiels (la durée de vie est réduite d'un facteur 2 à 3). Ces résultats concordent avec les résultats de la littérature [Dubey et al., 2005] et soulignent l'influence nocive des sollicitations cycliques sur la tenue au fluage.



**FIG. 2.41 :** Comparaison des essais de fluage menés après une prédéformation de fatigue (10000 cycles à  $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$ ) et de fatigue-fluage (100 cycles à  $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$  et  $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ ) avec des essais de fluage standard menés à la même contrainte de 230MPa et 550°C en termes a) de déformation et b) de vitesse de déformation.

<sup>2</sup>Le plan de la figure 2.34 montre que le fût de ces éprouvettes présente un diamètre uniforme sur 16mm. Si, en élasticité, il est aisé de calculer la longueur d'un cylindre équivalent à notre éprouvette pour une charge donnée, le fait que la déformation de fluage ne correspond pas à un comportement linéaire, et que la vitesse de déformation dépend fortement du temps, complique significativement les choses. Ainsi, en première approximation, je considèrerai une longueur effective de 43mm, ce qui correspond à une zone où la contrainte est comprise entre 230 et 115MPa. On peut raisonnablement supposer que cette longueur surestime largement la longueur utile réelle, car entre 230 et 115MPa, la vitesse de fluage stationnaire diffère de plusieurs ordres de grandeur... On peut donc considérer que cette approche sous estime la déformation réelle de l'éprouvette.

### 2.2.5 Essais de fluage cycliques.

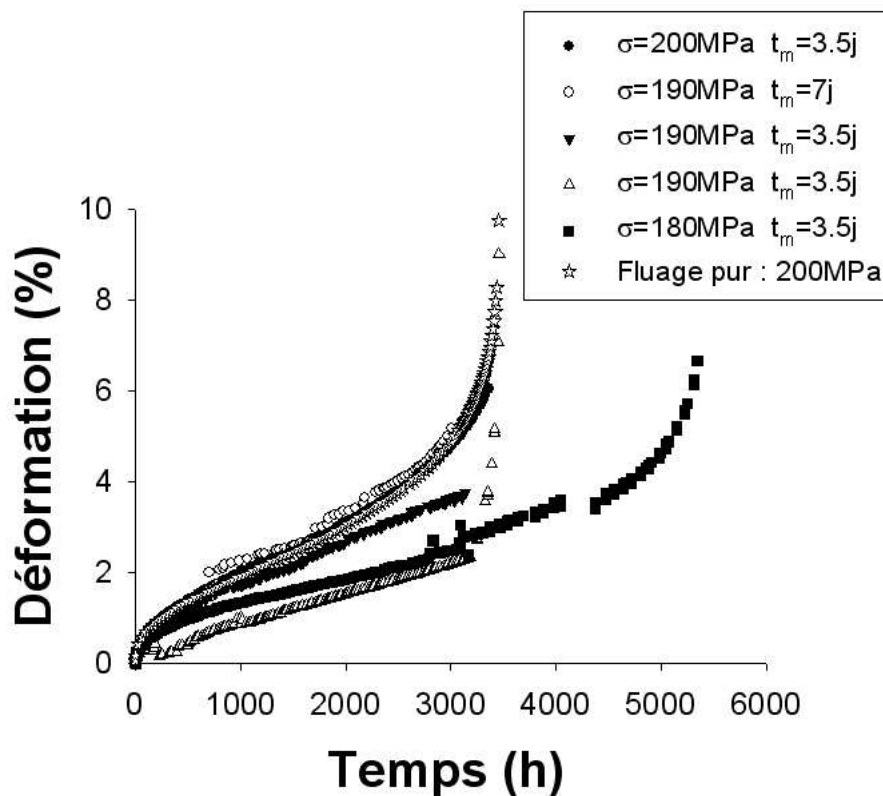
L'ensemble des essais CF et RF qui ont été menés jusqu'à présent au sein du SRMA sur des machines de fatigue conventionnelles, ont permis de tester des temps de maintien d'au plus 90min. Dans la littérature, seules quelques rares études rapportent des données RF pour des temps de maintien supérieurs. Comme le nombre de machines de fatigue dont nous disposons est limité (trois machines capables de mener des essais RF, dont une seule équipée pour mener des essais CF) et qu'il serait prohibitif, en termes de durée, de monopoliser ces machines sur des essais de plusieurs années, nous avons choisi d'explorer le domaine des très longs temps de maintien par le biais de machines de fluage (le SRMA possède un parc de fluage comprenant plus de 100 machines, ce qui nous a permis de lancer aisément cinq essais en parallèle).

Les machines de fluage ne permettant pas d'appliquer des charges de compression et de traction au cours d'un même essai, nous ne pouvons mener des essais CF identiques à ceux conduits sur machine de fatigue. Nous avons donc, en première approche, décidé de mener des essais de fluage sur éprouvettes lisses qui sont déchargées (ramenées à contrainte nulle) puis aussitôt rechargées et ce, à des intervalles de temps donnés. Ces essais se rapprochent donc des essais rapportés dans [Vasina et al., 1995] pour  $R \approx 0$ . Nos essais sont pilotés en contrainte et la déformation est enregistrée au fil du temps. Dans la mesure où les machines de fluage ne sont pas prévues pour ce type d'utilisation cyclique, les phases de déchargement et rechargement nécessitent une intervention humaine. En pratique, lors des déchargements, la contrainte n'est jamais ramenée totalement à 0, afin d'éviter des problèmes de rattrapage de jeu. La contrainte résiduelle à la fin de chaque décharge est comprise entre 5 et 20 MPa (ici encore, dans la mesure où cette étape de cyclage n'est pas automatisée, la remise en charge se fait manuellement, et donc jamais exactement à la même contrainte, ni à la même vitesse). Les essais menés selon ce protocole expérimental sont décrits dans le tableau 2.10. Les courbes de fluage correspondantes sont tracées figure 2.42 et comparées avec un essai de fluage pur à même température et sous une contrainte de 200MPa. Les résultats obtenus montrent que, autant en termes de durée de vie qu'en termes de vitesse de déformation, l'ajout de ces phases de cyclage ne modifie que peu le comportement en fluage. En effet, pour  $\sigma \geq 190MPa$ , les durées de vie enregistrées se situent toutes dans la dispersion des durées de vie obtenues en fluage conventionnel, même s'il est vrai qu'elles s'approchent à chaque fois de la borne inférieure de cet intervalle. Par ailleurs, en termes de vitesse de fluage et de forme de courbe (présence des trois stades de fluage : primaire, secondaire et tertiaire), aucune différence notable n'est observée (l'essai de fluage pur à 200MPa et l'essai cyclique à même contrainte se superposent quasiment parfaitement). Dans le cas de l'essai à 180MPa, il est cependant vrai que la durée de vie enregistrée est notablement hors de la dispersion évaluée jusqu'à présent, ce qui suggérerait qu'un endommagement supplémentaire, dû aux phases de cyclage, est apparu.

Plusieurs explications peuvent être apportées à ce faible effet du cyclage sur ces essais

$\sigma$ (MPa)	T(°C)	Durée du maintien (jours)	$t_R$ (h)	nombre de cycles	$t_R$ ref (h)
180	550	3.5	5387	64	[10860,30700]
190	550	3.5	3612	43	[3000,25000]
190	550	3.5	3440	41	[3000,25000]
190	550	7	3024	18	[3000,25000]
200	550	3.5	3450	41	[2400,22000]

**TAB. 2.10 :** Liste des essais de fluage cyclique menés au SRMA. La dernière colonne ( $t_R$  ref) donne l'intervalle de temps à rupture pour des essais de fluage pur menés dans le cadre du programme ECCC.



**FIG. 2.42 :** Evolution de la déformation en fonction du temps pour les essais de fluage cyclique décrits dans le tableau 2.10 et comparaison avec un essai de fluage pur à 550°C.



de fluage. Tout d'abord, on notera que le nombre de cycles reste très faible à chaque fois, ce qui limite de facto l'endommagement de fatigue infligé aux éprouvettes. Par ailleurs, lors de ces phases de déchargement-rechargement, comme la contrainte reste toujours positive, quasiment aucune déformation plastique, due au cyclage, n'est appliquée sur l'éprouvette. Or, comme nous le verrons au chapitre suivant, la durée de vie en fatigue et en fatigue-fluage est très liée à l'amplitude de déformation plastique appliquée à chaque cycle.

L'utilisation de machines de fluage conventionnelles pour explorer les très longs temps de maintien, bien que fastidieuse, s'est révélée être une méthodologie prometteuse. Les premiers essais effectués montrent que l'ajout de phases de cyclage, allant de trois jours et demi à une semaine, et n'entraînant pas ou peu de déformation plastique supplémentaire, influence très peu la durée de vie et le comportement par rapport au fluage conventionnel. Les synergies entre endommagements de fluage et de fatigue semblent donc n'opérer que lorsque ces deux sollicitations entraînent une déformation plastique du matériau. Afin d'atteindre ce type de sollicitations tout en conservant le même protocole expérimental, l'une des solutions consiste à utiliser non plus des éprouvettes de fluage conventionnelles, comme ce fut le cas ici, mais des éprouvettes entaillées. Si la sollicitation macroscopique reste, du fait du type de machine utilisé, uniquement en traction, la géométrie spécifique des éprouvettes entaillées permet de créer, en fond d'entaille, une zone déformée en compression. Ce type d'éprouvettes, utilisé de longue date au Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris, est notamment décrit dans [Gaffard, 2005].

### 2.2.6 Conclusions partielles.

L'ensemble des essais menés au sein du SRMA sur le comportement cyclique du P91 et son interaction avec les sollicitations de fluage a apporté de nombreuses données nouvelles. Le dépouillement des essais PF, RF et de ceux, moins communs, de CF a conduit aux conclusions suivantes :

- Conformément aux résultats de la littérature, la base de données rassemblée lors de cette étude confirme que les aciers martensitiques de la famille des aciers à 9-12%Cr s'adoucissent cycliquement, et ce, d'autant plus vite que le niveau de déformation imposé est élevé.
- Par ailleurs, cet adoucissement, même s'il ralentit considérablement au fil des cycles ne semble jamais atteindre une situation de cycle stabilisé (même au bout  $2,5 \cdot 10^6$  cycles à  $\Delta\epsilon_t = 0.3\%$  la contrainte diminue toujours cycle à cycle).
- A déformation totale donnée ( $\Delta\epsilon_t \geq 0.7\%$ ), l'ajout de maintiens de fluage ou de relaxation ne modifie pas la vitesse d'adoucissement : l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction de la déformation viscoplastique cumulée se situe sur une même courbe maîtresse pour tous les essais.
- La déformation (visco)plastique cumulée est donc l'un des paramètres pertinents pour la description de l'adoucissement cyclique.
- L'étude des boucles d'hysteresis, par le biais d'une nouvelle méthode de dépouillement basée sur des concepts statistiques, a permis de corrélérer l'adoucissement macroscopique à la chute de la contrainte cinématique. Cette dernière peut s'interpréter comme la disparition des obstacles microstructuraux de nature directionnelle et à longue portée, que sont typiquement les joints de la microstructure.
- L'ajout de temps de maintien montre que la vitesse de déformation viscoplastique influence significativement la valeur de la contrainte cinématique, celle-ci étant gouvernée autant par des phénomènes intragranulaires qu'intergranulaires.
- L'étude des phases de fluage des essais CF a montré que ces dernières sont aussi rapides à la fin de l'essai qu'au tout début, et ce malgré la chute de contrainte (de plus de 100MPa dans certains cas) entre le premier cycle et la fin de l'essai. L'évolution en cloche de la vitesse de fluage "stationnaire" montre bien que les évolutions microstructurales, responsables de l'adoucissement, accélèrent fortement le fluage.
- Ceci souligne le fait que, dans les procédures d'évaluation des endommagements respectifs de fluage et de fatigue (type RCCMR ou ASME : voir chapitre suivant), l'endommagement de fluage est parfois significativement sous-estimé. En effet, les résultats obtenus ici montrent qu'à mi-durée de vie, le matériau flue beaucoup plus vite que le matériau à l'état de réception, alors que les codes ne considèrent que les propriétés en fluage du matériau initial.

Plusieurs essais séquentiels alternant une longue et unique phase de maintien (de fluage ou de relaxation) et une phase de cyclage (PF ou CF) ont conduit aux conclusions suivantes :

- Deux semaines de fluage ou de relaxation à 550°C n’influent que très peu sur le comportement en fatigue pure consécutif à cette phase de maintien. Ceci suggère que les modifications microstructurales responsables de l’adoucissement nécessitent beaucoup plus de temps en fluage et en relaxation pour influencer significativement sur le comportement cyclique.
- A l’inverse, une prédéformation de fatigue, et plus encore de fatigue-fluage, réduit fortement la durée de vie en fluage en raccourcissant drastiquement (s’il ne s’agit pas d’une disparition complète...) la phase de fluage stationnaire. Il semble donc que les changements microstructuraux rapportés dans la littérature suite aux essais de fluage, se produisent beaucoup plus vite sous sollicitation cyclique. Ceci est à relier à la déformation viscoplastique cumulée très élevée imposée lors d’un essai de fatigue, voire de fatigue-fluage.
- Ces résultats suggèrent que conduire une campagne d’essais de fluage sur des éprouvettes préalablement déformées cycliquement (en fatigue, ou, mieux encore, en fatigue-fluage), permettrait d’obtenir des bornes inférieures pour les propriétés en fluage des aciers à 9-12%Cr. Ceci permettrait d’estimer rapidement (une prédéformation de fatigue-fluage suffisante peut être atteinte en quelques jours) la perte de propriétés mécaniques due à l’instabilité de la microstructure (en termes de taille de sous-grains et de densité de dislocations), et ainsi de mieux évaluer l’endommagement de fluage dans les codes de dimensionnement.
- Afin d’explorer le domaine des très longs temps de maintien, des essais de fluage cycliques ont été menés avec des durées de maintien allant de 3.5 à 7 jours. Les résultats obtenus se rapprochent fortement des résultats de fluage pur, notamment du fait du faible nombre de cycles appliqués, mais aussi car les cycles (à contrainte toujours positive) n’entraînent que très peu de déformation plastique supplémentaire. Il serait donc intéressant de poursuivre cette campagne d’essais, mais cette fois sur éprouvettes entaillées, afin de créer, à l’aide de machines de fluage simples, des cycles de fatigue faisant apparaître, localement, des déformations de compression, et augmenter ainsi la déformation plastique due au cyclage. Cette méthodologie ouvre la voie à l’exploration de temps de maintien jusqu’à lors inaccessibles en fatigue-fluage. Il faut néanmoins souligner que la mise en oeuvre d’éprouvettes entaillées nécessite une étape de dimensionnement par éléments finis afin de connaître les amplitudes de déformation réellement appliquées en fond d’entaille. De tels calculs supposent de disposer d’une loi de comportement fiable et implémentée dans un code de calculs par éléments finis.

## 2.3 Observation des évolutions microstructurales.

L’étude bibliographique de ce début de chapitre a montré qu’en fluage, de nombreux auteurs ont observé et quantifié des changements microstructuraux majeurs (grossis-

sement de la taille de sous-grains, grossissement des précipités, chute de la densité de dislocations,...) au sein des aciers martensitiques de la famille des aciers à 9-12%Cr. Cette instabilité microstructurale, bien que fréquemment mentionnée et observée sous sollicitations cycliques, a bien plus rarement été quantifiée. Cependant, l'adoucissement cyclique observé en fatigue ainsi que la forte détérioration des propriétés en fluage suite à une prédéformation de fatigue (ou de fatigue-fluage), laissent supposer que ce grossissement microstructural se produit encore plus rapidement en PF, CF et RF qu'en fluage. Afin d'essayer de quantifier cette évolution de la microstructure en fonction de la sollicitation appliquée et d'essayer de mieux comprendre à quelle échelle microstructurale elle se produit (sous-grains, lattes, blocs, paquets, ex-grains austénitiques,...), une étude microstructurale détaillée a été entreprise.

Cette dernière s'est déroulée en plusieurs étapes. Nous avons tout d'abord entamé une campagne d'observations au Microscope Electronique à Transmission (MET) ce qui semble, au vu de la finesse de la microstructure<sup>3</sup>, l'unique moyen de la caractériser finement à l'échelle des sous-grains. Dans un second temps, afin de relier les observations faites à l'échelle du MET à l'orientation cristallographique, et ce, sur de larges plages statistiquement représentatives, nous avons, à l'instar de l'équipe d'Eggeler [Dronhofer et al., 2003] tenté de caractériser le matériau, à différents états, par le biais de mesures EBSD (Electron BackScatter Diffraction). Si cette technique permet bel et bien d'obtenir des informations complémentaires, la résolution spatiale des MEB conventionnels n'offre malheureusement pas la possibilité de mesurer finement le grossissement microstructural observé au MET. De ce fait, une troisième campagne d'observations a été lancée, afin de mesurer, de manière automatique, l'orientation cristalline, et ce, à l'échelle du MET.

### 2.3.1 Observations en MET.

Dans un premier temps, j'ai mené une série d'observations au Microscope Electronique à Transmission (MET) sur quatre lames minces prélevées sur divers échantillons :

- Le matériau de référence.
- Un échantillon de fatigue pure ( $T=550^{\circ}\text{C}$ ,  $\Delta\varepsilon_t = 0.3\%$ ).
- Un échantillon de fatigue-fluage à faible niveau de déformation ( $T=550^{\circ}\text{C}$ ,  $\Delta\varepsilon_t = 0.4\%$ ,  $\varepsilon_{creep} = 0.1\%$ ).
- Un échantillon de fatigue-fluage à fort niveau de déformation ( $T=550^{\circ}\text{C}$ ,  $\Delta\varepsilon_t = 0.7\%$ ,  $\varepsilon_{creep} = 0.5\%$ ).

Toutes ces lames ont été prélevées dans une section perpendiculaire à l'axe de sollicitation située suffisamment loin de la surface de rupture pour n'être pas, ou peu

<sup>3</sup>Le premier chapitre a détaillé les différentes échelles de la martensite revenue. Ces dernières sont, en résumé :  $300 \leq d_{\text{sous-grain}} \leq 500\text{nm}$ ,  $2 \leq d_{\text{bloc}} \leq 4\mu\text{m}$ ,  $d_{\text{paquet}} \geq 4\mu\text{m}$ ,  $d_{\text{grain}\gamma} \approx 20\mu\text{m}$

influencée par la rupture finale. <sup>4</sup>

Précédemment au début de cette thèse, plusieurs observations au MET avaient déjà été menées au SRMA sur des échantillons de fatigue pure et de fatigue-relaxation [Brillet, 2003, Sauzay et al., 2005]. Ces premières observations avaient déjà permis d'observer qualitativement le grossissement des sous-grains, ainsi que la chute de la densité de dislocations (voir tableau 2.13). Par ailleurs, l'observation conjointe des têtes et des fûts des éprouvettes sollicitées cycliquement (les têtes sont soumises au même chargement thermique que le reste de l'éprouvette, cependant leur forte section mène à un chargement mécanique négligeable devant celui de la partie utile), a mis en évidence que ce grossissement microstructural ne pouvait être uniquement expliqué par un phénomène de restauration<sup>5</sup> thermique. En effet, alors que le fût des éprouvettes présente un net grossissement microstructural, aucune différence entre la microstructure observée dans les têtes et sur le matériau dans son état initial n'a pu être observée. Ceci vient confirmer les résultats de la littérature, mentionnés au début de ce chapitre, montrant qu'un simple vieillissement thermique ne modifiait significativement la microstructure qu'à partir de 600°C [Gieseke et al., 1993].

Echantillon	densité de dislocations en $m^{-2}$
Etat de réception	$1,1.10^{14} \leq \rho \leq 1,6.10^{14}$
Tête d'une éprouvette de RF ( $\Delta\varepsilon_t = 0.6\%$ et $t_m = 90\text{min}$ )	$1,4.10^{14} \leq \rho \leq 1,8.10^{14}$
PF $\Delta\varepsilon_t = 0.6\%$	$5,4.10^{13} \leq \rho \leq 6,8.10^{13}$
RF ( $\Delta\varepsilon_t = 0.6\%$ et $t_m = 90\text{min}$ )	$2,8.10^{13} \leq \rho \leq 3,4.10^{13}$

**TAB. 2.13 :** Densités de dislocations mesurées lors du stage d'Hélène Brillet [Brillet, 2003].

La figure 2.43 illustre, de manière qualitative, les différences de microstructure entre les quatre échantillons observés. Le grossissement des tailles de sous-grain ne fait aucun doute et sera quantitativement abordé dans les paragraphes suivants. Outre ce grossissement, la très forte densité de dislocations mesurée initialement (figure 2.44) diminue drastiquement, certaines zones (a priori des ex-blocs de lattes) étant totalement

<sup>4</sup>A ce propos, il faut noter que seules des observations sur éprouvettes menées à rupture ont été effectuées. Ces dernières fournissent, comme nous allons le voir, de précieuses informations, néanmoins, afin de mieux appréhender la cinétique du grossissement microstructural, il faudra, à l'avenir, mener des campagnes similaires sur des éprouvettes provenant d'essais interrompus à diverses fractions de la durée de vie.

<sup>5</sup>J'emploierai tout au long de ce chapitre le terme de "restauration", aussi impropre soit-il, afin de désigner le grossissement des sous-grains et la chute de densité de dislocations observés.

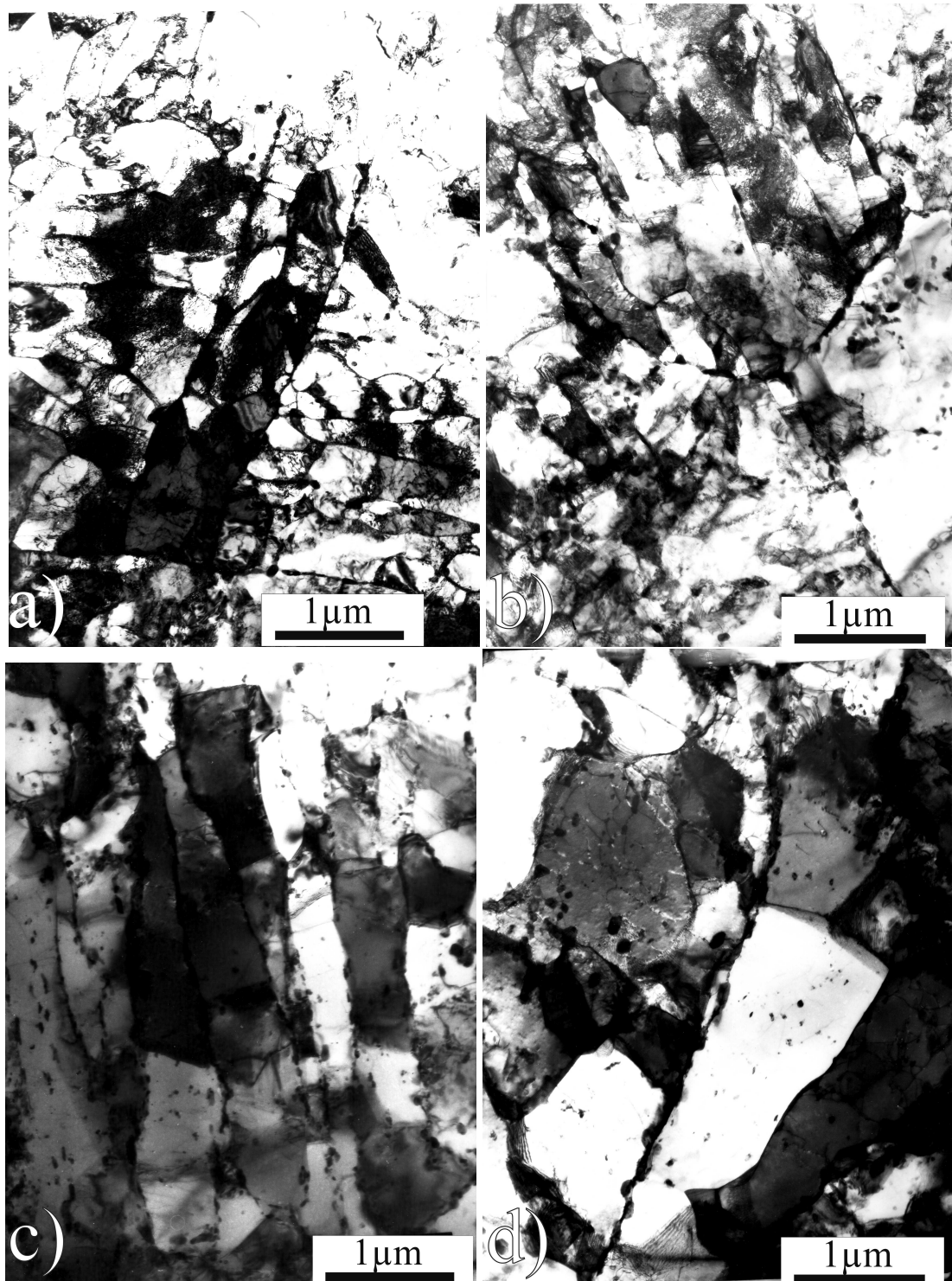


FIG. 2.43 : Observation au MET de la microstructure des quatre lames minces mentionnées : a) état initial, b) sur un échantillon PF  $\Delta\epsilon_t = 0.3\%$ , et deux échantillons CF c)  $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$ ,  $\epsilon_{creep} = 0.1\%$  et d)  $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ ,  $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ .

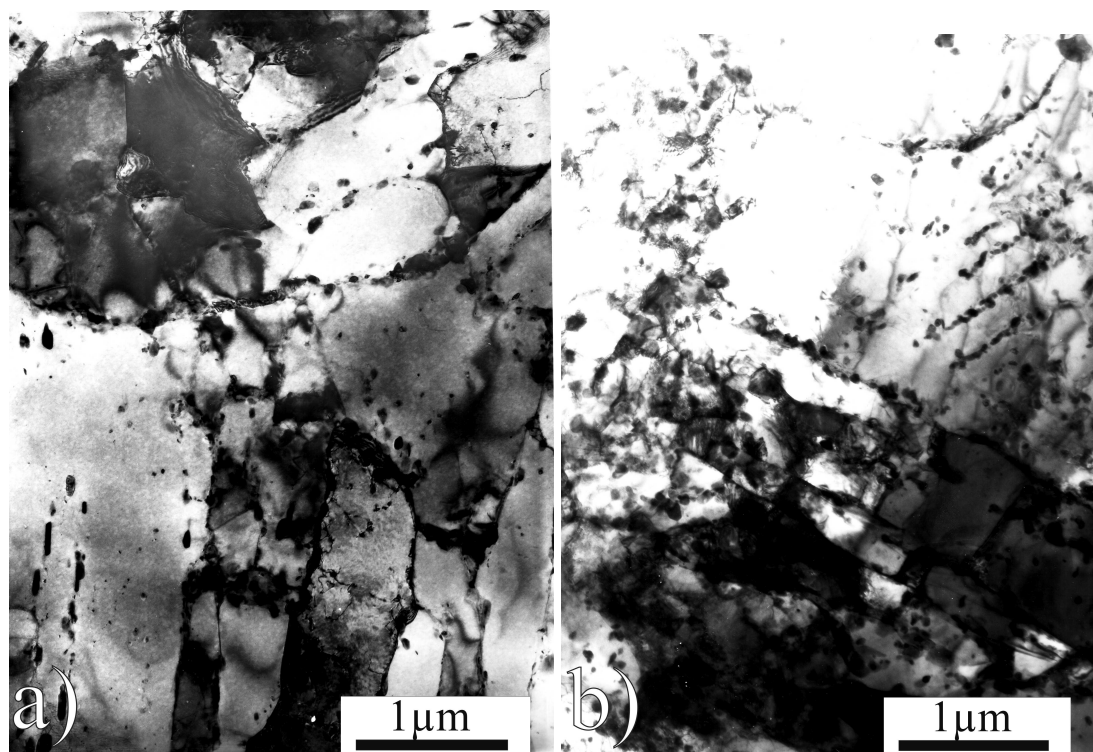
vierges de dislocations (figure 2.43.d). Cette chute de la densité de dislocations est d'autant plus prononcée que la déformation viscoplastique appliquée à chaque cycle est élevée.



**FIG. 2.44 :** Observations au MET de la forte densité de dislocations présente dans le matériau à l'état de réception.

Un autre indice du grossissement des sous-grains est visible sur la figure 2.45. On observe des alignements de précipités, alors que le joint sur lequel ils se sont formés a disparu après sollicitation. Ce sont donc bien les joints entre lattes et entre sous-grains qui ont disparu, et ce, alors que les précipités qui les ancrèrent sont toujours présents. Si aucune mesure quantitative de la densité de précipités n'a été menée au cours de cette étude, le nombre et la taille de ces derniers semblent plutôt stables après fatigue et fatigue-fluage à 550°C (figure 2.46). Ceci est cohérent avec les observations de

la littérature, soulignant que les phénomènes de croissance de précipités nécessitent beaucoup plus de temps pour se produire à 550°C que les quelques semaines à quelques mois des essais PF et CF réalisés (voir paragraphe 2.1.3.2).

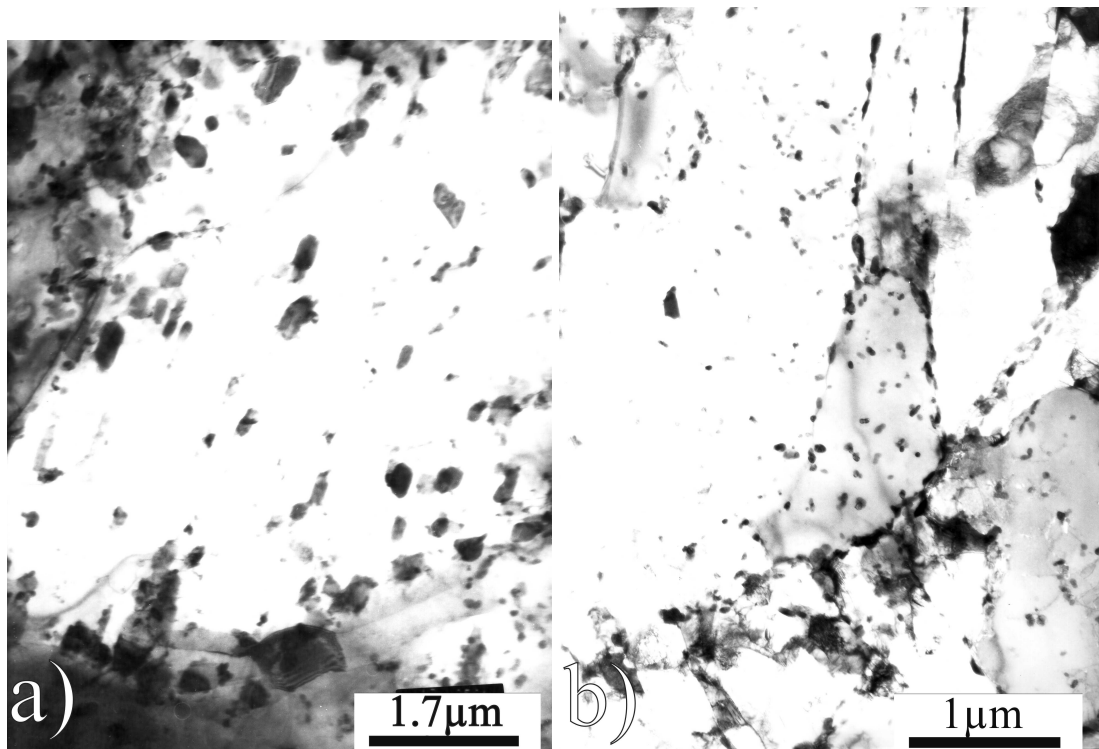


**FIG. 2.45 :** Observations au MET de l'échantillon de CF  $\Delta\varepsilon_t = 0.7\%$ ,  $\varepsilon_{creep} = 0.5\%$ . Zones restaurées présentant des alignements de précipités qui témoignent de la position initiale des sous-joints (de lattes ou de sous-grains).

La campagne d'observations au MET menée au cours de cette étude n'avait pas pour but d'observer dans le détail les interactions entre dislocations ni le déplacement de ces dernières. Cependant, la faible densité de dislocations encore présentes après les essais de CF permet d'obtenir quelques indices sur leur comportement. On notera d'une part que, lorsque des lattes de martensite sont encore observables, de nombreuses dislocations partiellement "accrochées" à un joint de latte sont visibles. C'est ce qu'illustre la figure 2.47. Il peut soit s'agir de dislocations partiellement annihilées au cours de la sollicitation et dont des débris restent liés au joint, soit du phénomène de "détricotage" proposé par Eggeler [Eggeler et al., 1987]. Ce dernier consisterait en fait en la destruction progressive du joint de latte, les dislocations le composant s'échappant progressivement sous l'effet de la sollicitation.

Des indices de l'existence de phénomènes thermiquement activés (phénomènes de glissement dévié, de formation de crans,...) sont aussi donnés par la forme des





**FIG. 2.46 :** Observations au MET de l'échantillon a) PF  $\Delta\varepsilon_t = 0.3\%$  et b) CF  $\Delta\varepsilon_t = 0.7\%$ ,  $\varepsilon_{creep} = 0.5\%$ . Zones restaurées permettant de constater qu'après essai aucune croissance significative des précipités n'est observable.



**FIG. 2.47 :** Observations au MET de dislocations interagissant avec un joint de latte après un essai CF  $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$ ,  $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ .

dislocations observables après essai (figure 2.48). Il est cependant évident qu'une étude bien plus approfondie est nécessaire pour conclure quant aux phénomènes impliqués ou pour essayer de quantifier la fréquence du glissement dévié.

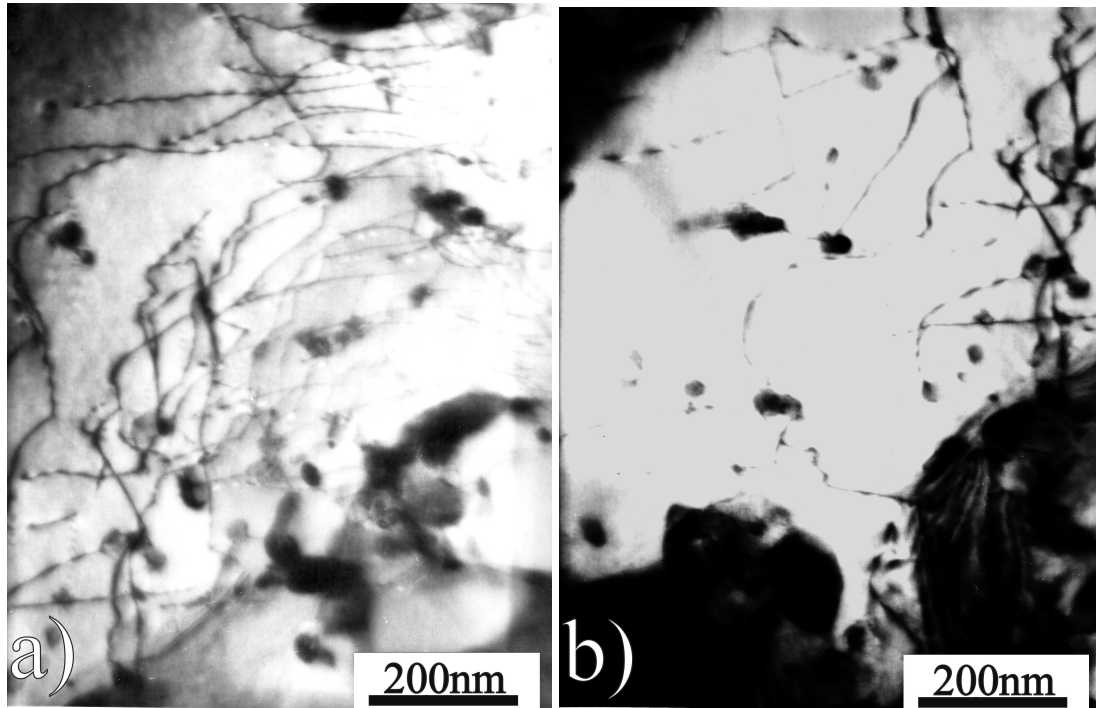


FIG. 2.48 : Observations au MET de dislocations dont les formes suggèrent l'existence de phénomènes de glissement dévié (essai CF  $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ ,  $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ ).

Outre ces diverses observations qualitatives, une quantification de la taille des sous-grains pour ces divers échantillons a été entreprise. La première étape fut de photographier de larges plages sur chaque lame mince afin d'obtenir des mesures statistiquement représentatives. Pour obtenir à la fois un grandissement suffisant à l'observation des tailles de sous-grains et une surface observée la plus grande possible, de nombreuses photos ont été prises avec recoupement. La seconde étape consista donc à recoller ces photos les unes aux autres. Par la suite, plusieurs procédures d'analyse d'images faites directement sur ces photos MET ont été testées afin d'essayer d'obtenir des mesures granulométriques fiables et reproductibles. Cependant, même si, pour chaque photographie prise séparément, il semble possible de trouver une suite d'opérations (seuillages, ouvertures, fermetures,...) morphologiques adéquate et ainsi d'obtenir la distribution des tailles de sous-grains, la diversité des contrastes, des luminosités, la présence de plus ou moins de précipités ou de dislocations d'une photo à l'autre, ne m'a pas permis d'appliquer une seule et unique procédure d'analyse à l'ensemble des images. De ce fait, afin de "garantir" la comparabilité des diverses mesures (ce qui n'est pas le cas avec une analyse d'images effectuée directement sur les photos MET,

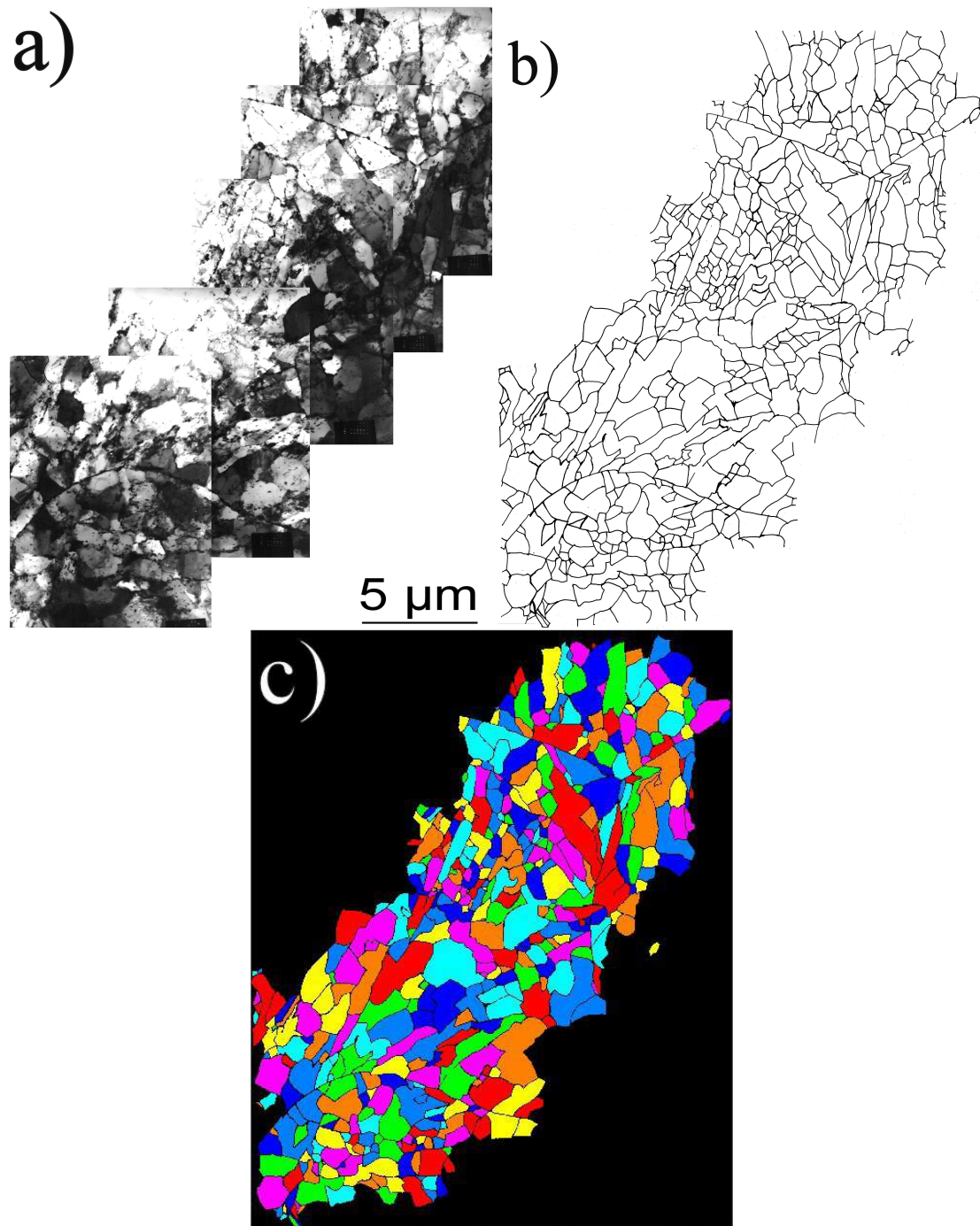
puisqu'on ne peut utiliser la même procédure pour toutes les images), j'ai finalement opté pour une méthodologie de mesure beaucoup moins moderne. Aussi subjectif que puisse être l'oeil humain (et plus particulièrement le regard de l'expérimentateur...), je suis d'abord passé par une phase manuelle de détection de grains. Plus précisément, je me suis attelé à décalquer ce que je considère, sur les images en champ clair, comme un joint de la microstructure. Cette étape longue, et pour le moins ophtalmologiquement pénible, m'a permis d'obtenir des squelettes de la microstructure. Ces squelettes ont ensuite été numérisés, puis les images obtenues très facilement seuillées afin d'obtenir un squelette en noir et blanc, correspondant aux deux phases suivantes : les joints et la matrice. L'utilisation du logiciel d'analyse d'images Visilog m'a ensuite permis d'obtenir par des opérations morphologiques très simples la distribution des tailles de sous-grains. Les différentes étapes de cette étude sont illustrées sur la figure 2.49.

Tout d'abord, d'un point de vue qualitatif, la figure 2.50 présente quatre squelettes de microstructure extraits des quatre échantillons décrits précédemment. Malgré son manque d'esthétisme évident, cette représentation présente ces quatre images avec exactement la même échelle afin de faciliter la comparaison. Cette figure montre ainsi que, plus le niveau de déformation imposé par cycle est élevé, plus le grossissement semble homogène et prononcé.

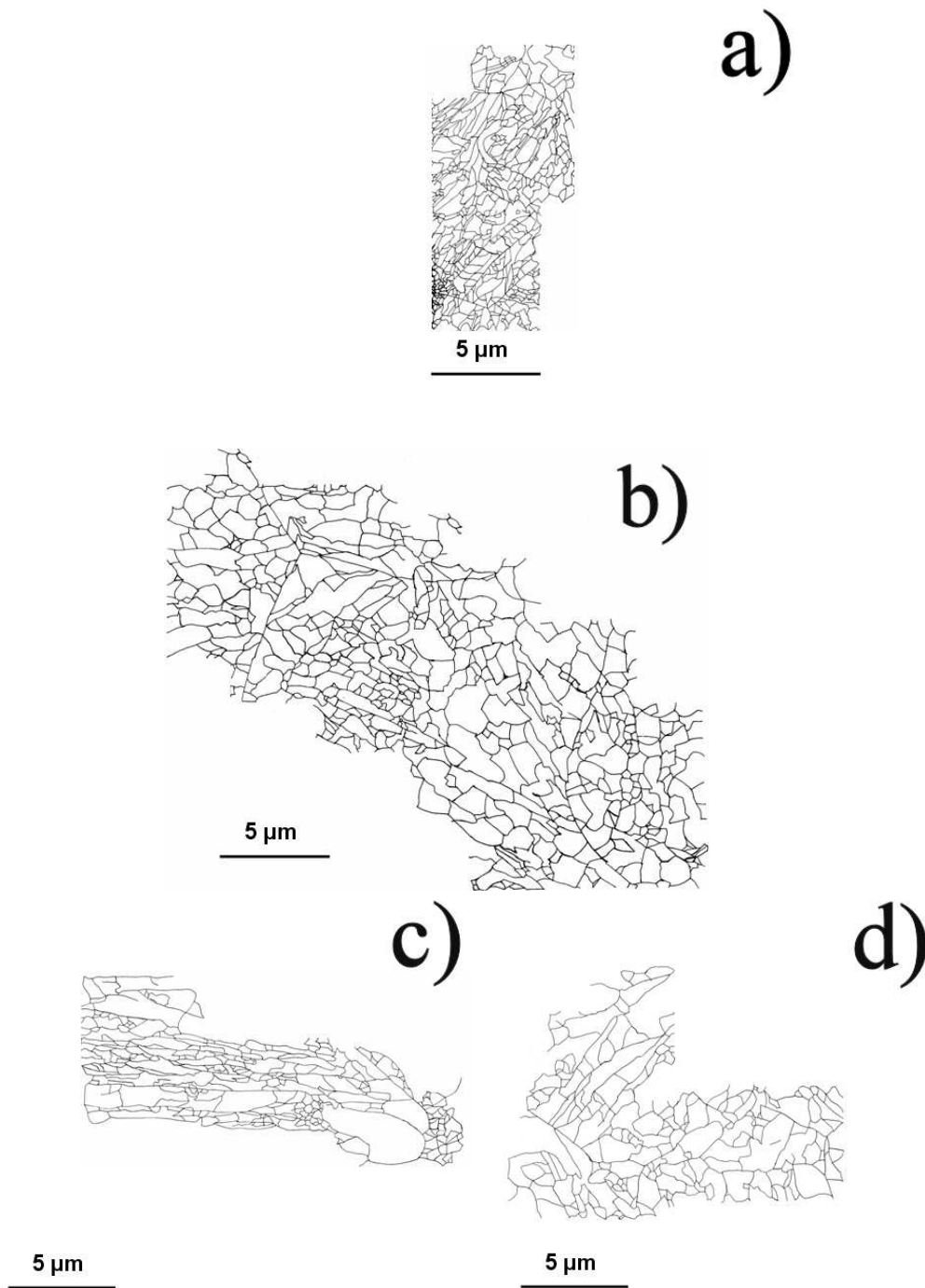
D'un point de vue quantitatif, ce sont entre 580 et 1100 sous-grains qui ont été mesurés sur chacun de ces échantillons. Le tableau 2.14 récapitule les principales caractéristiques des distributions de taille et de forme des sous-grains obtenues au MET. On constate que le diamètre moyen est d'autant plus grand que la déformation viscoplastique par cycle est élevée. En termes de forme, cependant, aucune différence notable ne distingue les quatre lames observées, le facteur de forme moyen est d'environ 2, ce qui correspond à des sous-grains faiblement allongés.

Le diamètre moyen mesuré à l'état initial ( $0.37\mu\text{m}$ ) est tout à fait cohérent avec les valeurs relevées dans la littérature dans le cas du P91 et rapportées au tableau 1.3 ( $0.3 \leq \bar{d} \leq 0.5\mu\text{m}$ ). En termes de grossissement microstructural, les données de la littérature rassemblées au sein du tableau 2.3 concernent essentiellement des températures de sollicitation de 600 et 650°C. La seule valeur de grossissement disponible à 550°C, en fluage, reste très faible ( $\times 1.2$ ). A 600 et 650°C pour les aciers à 9-12%Cr en fluage, le facteur de grossissement mesuré est généralement compris entre 1.4 et 4. Ceci signifie que le grossissement observé ici en CF à 550°C est du même ordre que celui observé 100° plus haut en fluage. Par ailleurs le diamètre moyen observé en CF à 550°C ( $1.1\mu\text{m}$ ) est similaire à celui rapporté en RF à 593°C par Kim et Weertman [Kim and Weertman, 1988] pour le P91, ainsi que par Kunz et Lukas à 600°C [Kunz and Lukas, 2001].

Ces résultats tendent à suggérer que les sollicitations de CF à forte amplitude de déformation permettent de restaurer tout autant la microstructure que le fluage et les essais de RF menés à des températures supérieures de 50 à 100°. Les essais CF permettent donc



**FIG. 2.49** : Echantillon de fatigue-fluage ( $\Delta\varepsilon_t = 0.4\%$ ,  $\varepsilon_{creep} = 0.1\%$ ). a) Image MET en champ clair de la microstructure, b) extraction des joints et c) reconnaissance des sous-grains par analyse d'images.



**FIG. 2.50 :** Squelettes extraits de l'observation de quatre zones sur a) le matériau à l'état de réception, b) après un essai de fatigue-fluage tel que  $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$ ,  $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ , c) après un essai de fatigue pure à  $\Delta\epsilon_t = 0.3\%$ , et d) de fatigue-fluage tel  $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ ,  $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ .

de dégrader la microstructure martensitique, en un temps beaucoup plus court que des essais RF ou de fluage.

Echantillon	nombre de sous-grains mesurés	diamètre moyen ( $\mu m$ )	ratio $\frac{d_{final}}{d_{initial}}$	facteur de forme moyen
Etat initial	717	0.372	1	2.08
PF $\Delta\epsilon_t = 0.3\%$	1098	0.695	1.87	1.97
CF $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$ et $\epsilon_{creep} = 0.1\%$	879	0.802	2.16	1.83
CF $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ et $\epsilon_{creep} = 0.5\%$	580	1.108	2.98	1.88

**TAB. 2.14 :** Analyse quantitative des tailles et formes de sous-grains des microstructures observées sur quatre échantillons.

Outre ces valeurs moyennes, la figure 2.51 compare les distributions de diamètre et de facteur de forme de ces quatre échantillons. On constate qu'en termes de facteur de forme les quatre distributions sont quasiment superposées, montrant ainsi que l'application d'une sollicitation mécanique entraîne un grossissement des sous-grains sans pour autant modifier leur forme. Les distributions de taille, si elles sont toutes quatre d'allure lognormale (on ne peut que parler d'allure puisqu'un sous-grain ne peut en aucun cas avoir une taille infinie, comme cela est possible dans le cas d'une distribution lognormale), sont très nettement distinctes, d'une part en termes de valeur moyenne comme le rapportait le tableau 2.14, mais aussi en termes de valeurs extrêmes. Si la microstructure a seulement grossi d'un facteur 1.9 en moyenne après  $2,5 \cdot 10^6$  cycles à  $\Delta\epsilon_t = 0.3\%$ , la distribution est nettement plus dispersée et dissymétrique que les trois autres. En effet, on peut constater que la queue de distribution (à droite) est fort étendue : il existe quelque très gros "sous-grains" entourés de multiples sous-grains quasiment identiques aux sous-grains initiaux. Ceci souligne que, pour ce très faible niveau de déformation en PF, le grossissement de la microstructure n'est pas uniforme : quelques sous-grains grossissent très fortement alors que beaucoup n'évoluent que très peu. Dans le cas de l'essai CF à  $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$  et  $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ , si le diamètre moyen est supérieur à celui de l'essai PF précédent, les plus gros "sous-grains" restent de taille plus modeste (que ceux observés sur l'échantillon PF). Le grossissement microstructural est donc en moyenne plus prononcé, et plus homogène : tous les sous-grains grossissent. Enfin l'échantillon CF à  $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$  et  $\epsilon_{creep} = 0.5\%$  présente un grossissement encore plus prononcé, et là aussi homogène.

Comme nous l'avons vu, le grossissement microstructural observé à  $550^\circ C$  sur les aciers à 9-12%Cr est le fruit de l'association d'une température élevée avec une déformation (visco)plastique. Ceci permet d'expliquer, au moins partiellement, les résultats obtenus en termes de taille de microstructure. En effet, à  $\Delta\epsilon_t = 0.3\%$ , la déformation

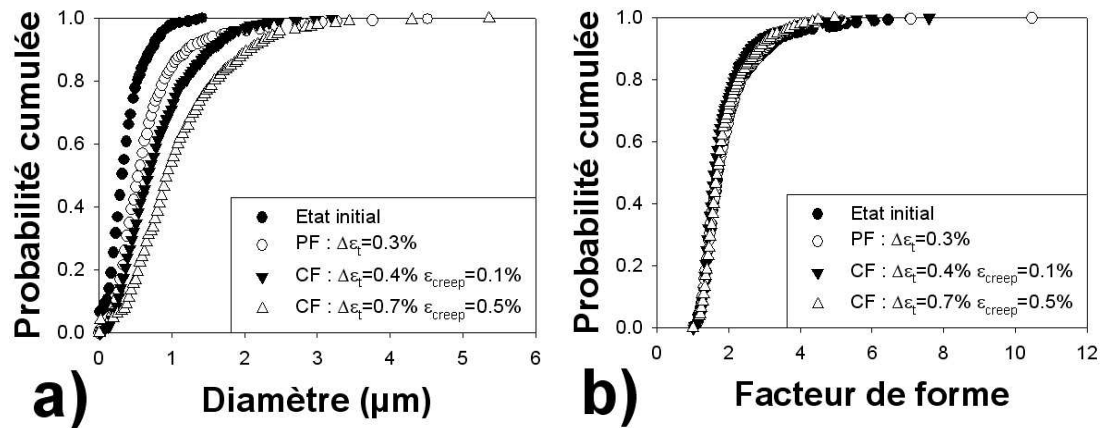


FIG. 2.51 : Comparaison des distributions a) de diamètre et b) de facteur de forme entre les quatre états du matériau observés au MET.

plastique appliquée à chaque cycle est extrêmement faible : il est raisonnable de supposer que seule une partie des "grains" (j'utilise ici des guillemets autour du terme générique de "grain" car à ce stade, l'analyse effectuée ne permet pas d'affirmer qu'il s'agit de blocs, de paquets, de grains...) de la microstructure sont entrés dans le domaine plastique. Seuls ces "grains" contiennent donc des dislocations mobilisées par la déformation appliquée. De ce fait, seuls ces derniers sont soumis au phénomène de restauration observé. Dans la mesure où très peu de "grains" sont déformés plastiquement, mais qu'un très grand nombre de cycles a été appliqué, ces "grains" ont donc été restaurés jusqu'à atteindre leur taille maximale (un diamètre de 5 à  $6\mu\text{m}$ ), ce qui permet d'expliquer le caractère hétérogène de la microstructure résultante. A l'inverse, lors de l'essai CF  $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$  et  $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ , même si la déformation plastique de fatigue reste encore faible, l'application d'un temps de maintien rajoute une déformation irréversible substantielle et accroît aussi la mobilité globale des dislocations (phénomènes de glissement dévié et de montée plus probables). De ce fait, l'ensemble des grains se déforment plastiquement et sont restaurés. Le même phénomène se produit dans le cas du dernier échantillon, mais de façon encore plus prononcée car la déformation viscoplastique appliquée est encore plus élevée. Il s'agit évidemment d'une simple interprétation qu'il faut étayer par des observations plus précises, afin d'essayer de relier le grossissement de la microstructure à l'orientation cristalline locale (directement liée à la l'entrée en plasticité).

Cette quantité de déplacement accrue des dislocations lors de sollicitations cycliques (PF et surtout CF) permet de mieux comprendre pourquoi ces essais mènent à un grossissement microstructural beaucoup plus rapide qu'en fluage. Ceci suggère, par ailleurs, que le phénomène de grossissement des sous-grains est directement relié à la quantité de dislocations mobiles, à leur distance parcourue, mais aussi au nombre de systèmes de glissement activés.



### 2.3.2 Observations EBSD.

Afin d'essayer de mieux appréhender le lien entre grossissement microstructural et sollicitation mécanique, une campagne de mesures EBSD (Electron Back Scattered Diffraction) a été menée sur un MEB conventionnel au SRMA ainsi que sur un MEB FEG (à effet de champ) au CEA Grenoble et au Centre des Matériaux de l'ENSMP. Cet outil permet de caractériser l'orientation cristallographique et ce, sur des plages beaucoup plus vastes qu'au MET. La résolution spatiale du MEB conventionnel permet d'indexer la microstructure avec un pas de  $0.5\mu\text{m}$  (au mieux  $0.2\mu\text{m}$ ), alors que la résolution du MEB FEG permet de descendre à un pas de  $20\text{nm}$ . L'ensemble des zones observées sont décrites dans le tableau 2.15.

Echantillon	zone observée	dispositif utilisé	pas de balayage (nm)	dimensions de la zone observée $\mu\text{m} \times \mu\text{m}$
Etat initial		MEB	200	$78 \times 58$
Etat initial		MEB FEG	500	$44 \times 85$
Etat initial		MEB FEG	20	$26 \times 19$
PF $\Delta\epsilon_t = 1\%$	partie utile	MEB	200	$70 \times 73$
PF $\Delta\epsilon_t = 0.6\%$	partie utile	MEB	500	$195 \times 120$
PF $\Delta\epsilon_t = 0.6\%$	tête de l'éprouvette	MEB	500	$157 \times 188$
RF $\Delta\epsilon_t = 0.6\%$ $t_m = 30\text{min}$	partie utile	MEB	500	$256 \times 206$
RF $\Delta\epsilon_t = 0.6\%$ $t_m = 30\text{min}$	tête de l'éprouvette	MEB	500	$163 \times 155$
CF $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ $t_m = 30\text{min}$	partie utile	MEB	500	$180 \times 119$
CF $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ $t_m = 30\text{min}$	tête de l'éprouvette	MEB	500	$188 \times 159$

**TAB. 2.15 :** Descriptif des mesures EBSD menées sur différents échantillons de P91.

Les figures 2.52 à 2.57 présentent les six plus grandes cartographies obtenues au MEB conventionnel. Sur chacune de ces figures, les figures de pôles (zones d'isodensité) ainsi que la cartographie sont reproduites, les couleurs de cette dernière correspondant à celles du triangle standard représenté.

On constate, tout d'abord, qu'aucune différence évidente ne distingue l'ensemble de

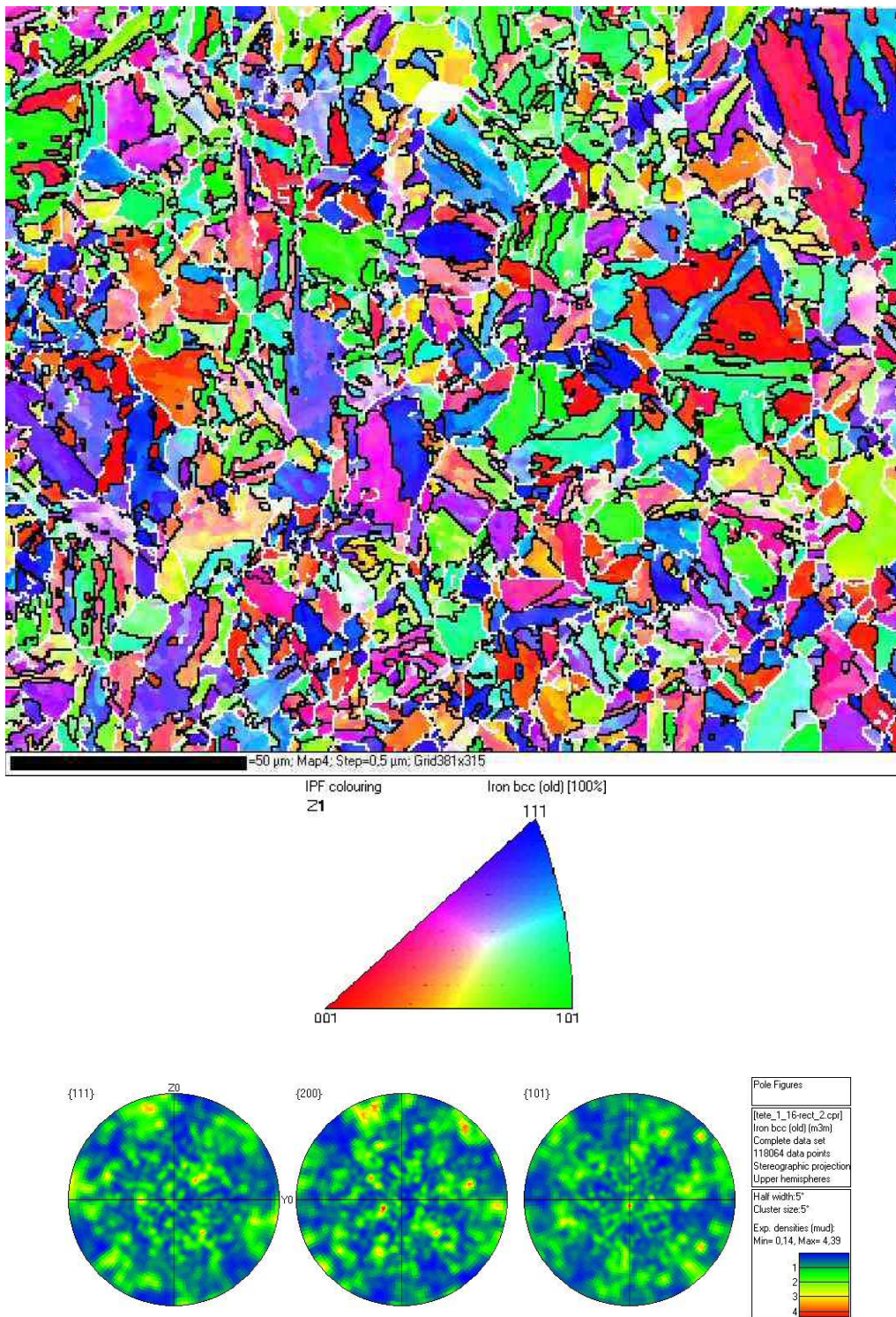
ces cartographies. Bien que relativement grandes et a priori non texturées (on retrouve bien la distribution de désorientations de McKenzie), ces différentes zones mesurées restent trop petites pour mener à des figures de pôles parfaitement uniformes. Cet effet d'échantillonnage est le plus prononcé sur la figure 2.57 où la présence de quelques très gros grains est visible. Compte tenu de la résolution spatiale sur MEB conventionnel, il est impossible de distinguer les lattes ou encore les sous-grains de la microstructure.

Le logiciel d'analyse EBSD (CHANNEL5) dispose de procédures de détection de grains basées sur un angle de désorientation seuil. Toute succession continue de points désorientés de plus de cette valeur seuil est donc détectée comme le contour d'un grain. Les relations d'orientation (Kurdjumov-Sachs, Nishiyama-Wasserman), ainsi que la nature des interfaces (joints de lattes, de blocs), détaillées au premier chapitre, suggèrent que la plus faible désorientation théorique entre deux blocs de lattes est de  $10.53^\circ$  (désorientation minimale entre deux variants de martensite). Le seuil de désorientation pour la détection des grains (qui seront en fait, dans notre cas, des blocs de lattes) a donc été pris à  $10^\circ$ .

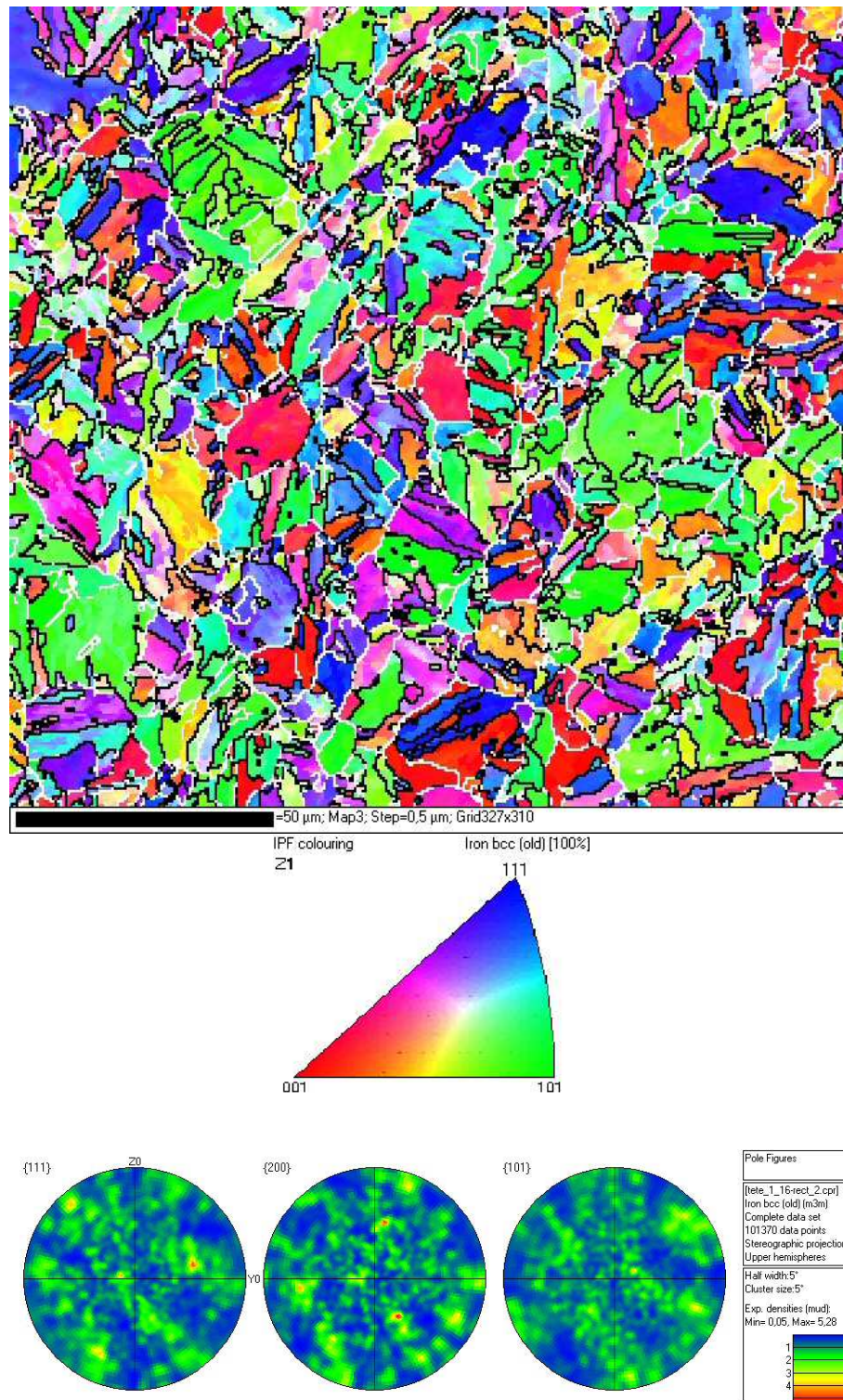
Le logiciel CHANNEL5 permet alors d'étudier la distribution des tailles, formes et désorientations moyennes de ces blocs de lattes. La figure 2.58.a compare les distributions des diamètres de blocs sur les trois têtes d'éprouvette (aucune différence avec la microstructure initiale n'a pu être observée au MET pour les têtes d'éprouvette). On constate que les trois distributions sont quasiment confondues, ce qui permet d'affirmer que les zones observées sont suffisamment étendues pour correctement évaluer la taille de blocs. Ces trois distributions sont concaténées et comparées (sous la dénomination "Etat de référence") avec les distributions des tailles de blocs obtenues au sein de la partie utile des trois éprouvettes sollicitées en PF, RF et CF sur la figure 2.58.b. La distribution de référence ainsi obtenue est correctement approchée par une distribution lognormale de paramètres  $m=0.247$  et  $s=0.889$ . Là encore, quelle que soit la sollicitation appliquée, la distribution des tailles de blocs reste quasi inchangée. Ceci montre bien que le grossissement observé au MET se situe uniquement à l'échelle des sous-grains et des lattes, et qu'il ne touche pas l'échelle des blocs de lattes.

Ce résultat est confirmé par l'étude des distributions de facteurs de forme de ces mêmes blocs illustrée figure 2.59. Cette fois encore, aucune modification de la géométrie des blocs n'est observée. On notera cependant que, si la majorité des blocs ont un facteur de forme inférieur à trois, il existe quelques blocs très allongés pour chaque échantillon.

Si l'on se penche maintenant sur les désorientations, plusieurs quantités sont à analyser. On peut, tout d'abord, considérer l'ensemble des désorientations "2 à 2" des points mesurés. Ainsi, pour chaque point indexé, on peut calculer quatre désorientations avec ses quatre plus proches voisins, et ce, indépendamment de l'étape de détection de grains effectuée précédemment. On peut ainsi obtenir la distribution présentée figure 2.60 sur les têtes d'éprouvettes. Cette courbe est en fait l'enveloppe de l'histogramme

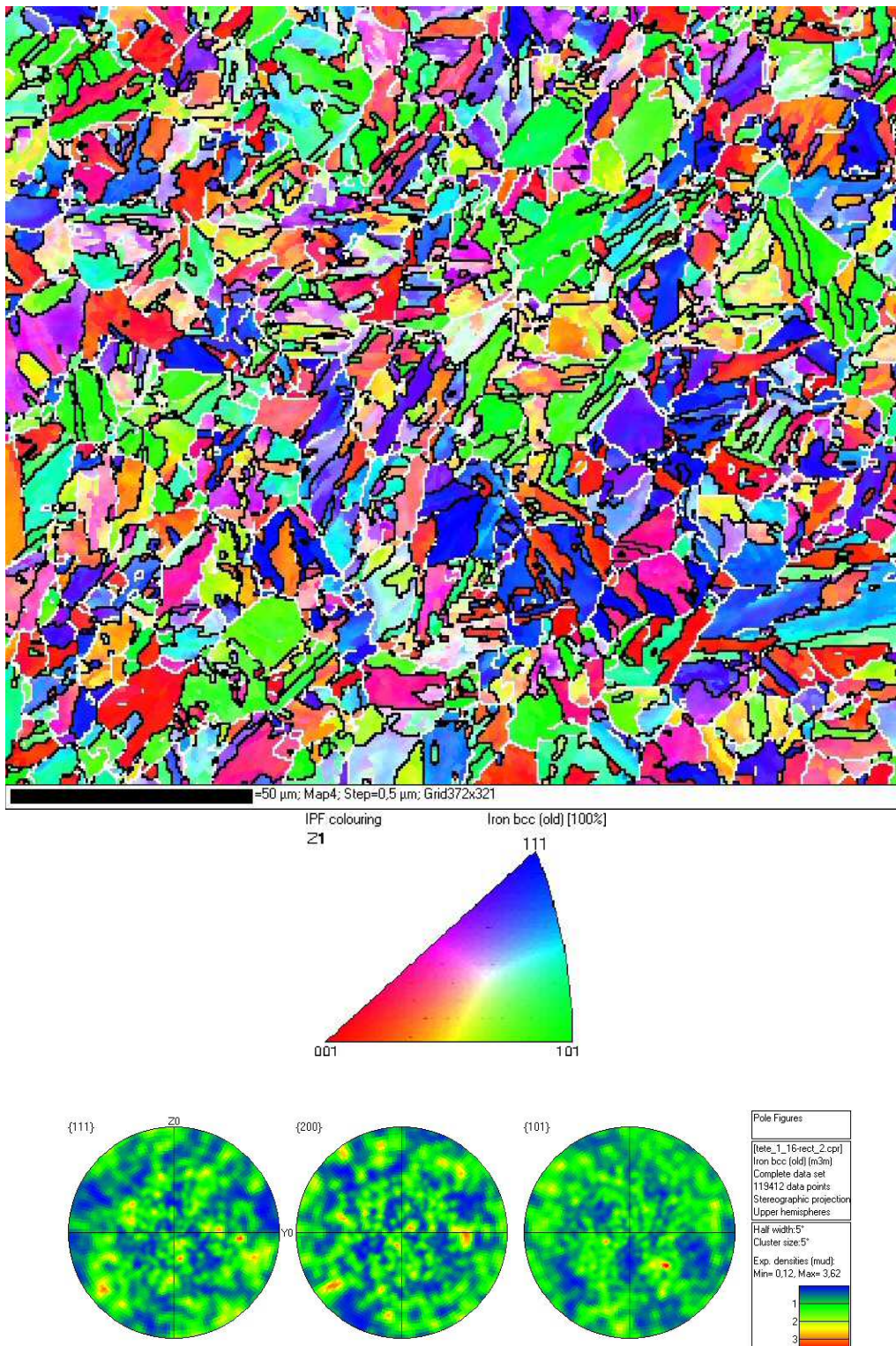


**FIG. 2.52 :** Cartographie d'orientations, obtenue par EBSD, de la tête d'une éprouvette sollicitée en fatigue pure à 550°C ( $\Delta\epsilon_t = 0.6\%$ ), en noir apparaissent les joints désorientés de plus de 50° et en blanc ceux de plus de 10° (les couleurs correspondent aux orientations telles qu'indiquées dans le triangle standard). Trois projections stéréographiques usuelles sont fournies en bas de la figure.



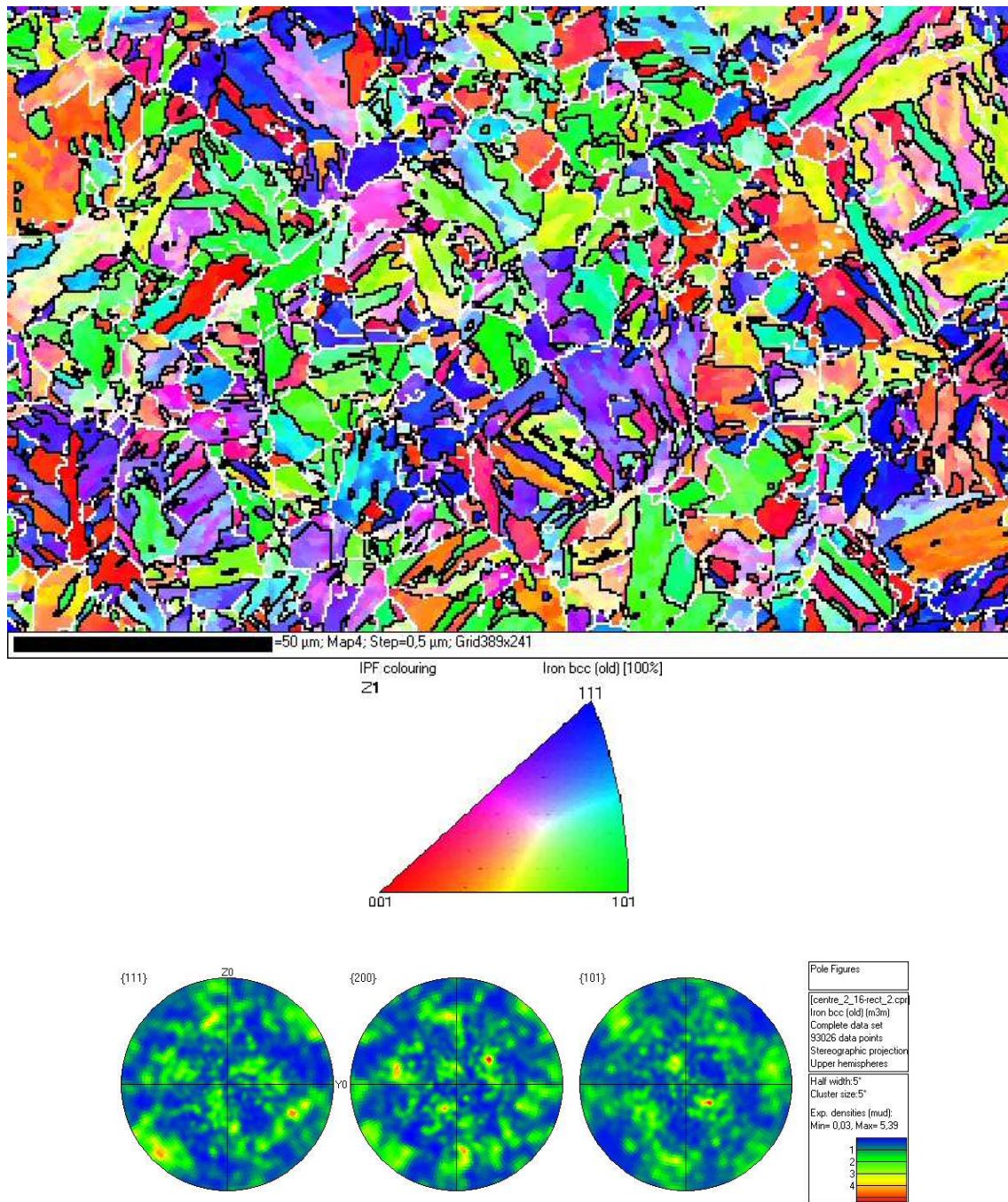
**FIG. 2.53 :** Cartographie d'orientations, obtenue par EBSD, de la tête d'une éprouvette sollicitée en fatigue-relaxation à 550°C ( $\Delta\epsilon_t = 0.6\%$  et 30 minutes de maintien), en noir apparaissent les joints désorientés de plus de 50° et en blanc ceux de plus de 10° (les couleurs correspondent aux orientations telles qu'indiquées dans le triangle standard).

Trois projections stéréographiques usuelles sont fournies en bas de la figure.

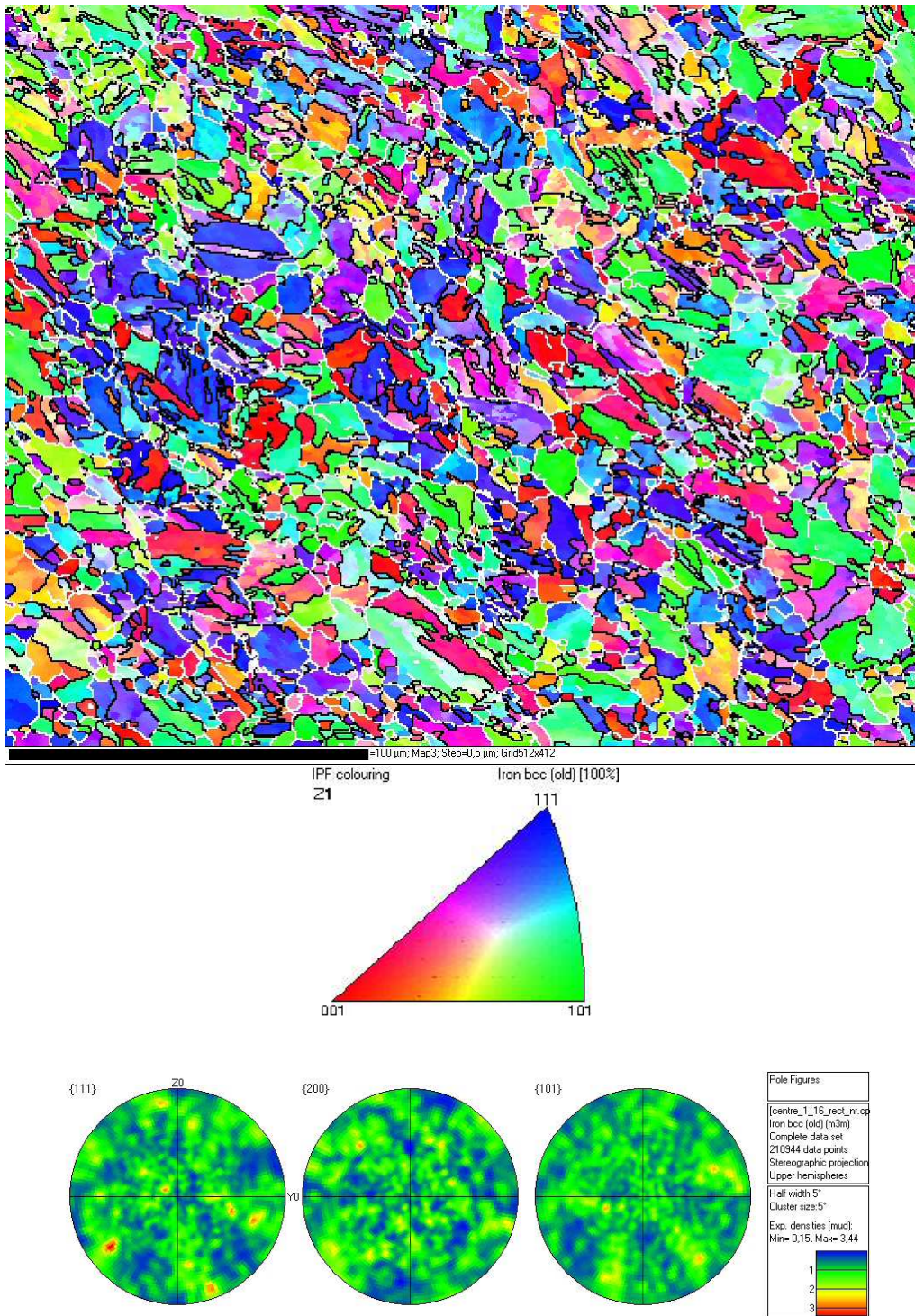


**FIG. 2.54** : Cartographie d'orientations, obtenue par EBSD, de la tête d'une éprouvette sollicitée en fatigue-fluage à 550°C ( $\Delta\varepsilon_t = 0.7\%$  et 30 minutes de maintien), en noir apparaissent les joints désorientés de plus de 50° et en blanc ceux de plus de 10° (les couleurs correspondent aux orientations telles qu'indiquées dans le triangle standard). Trois projections stéréographiques usuelles sont fournies en bas de la figure.

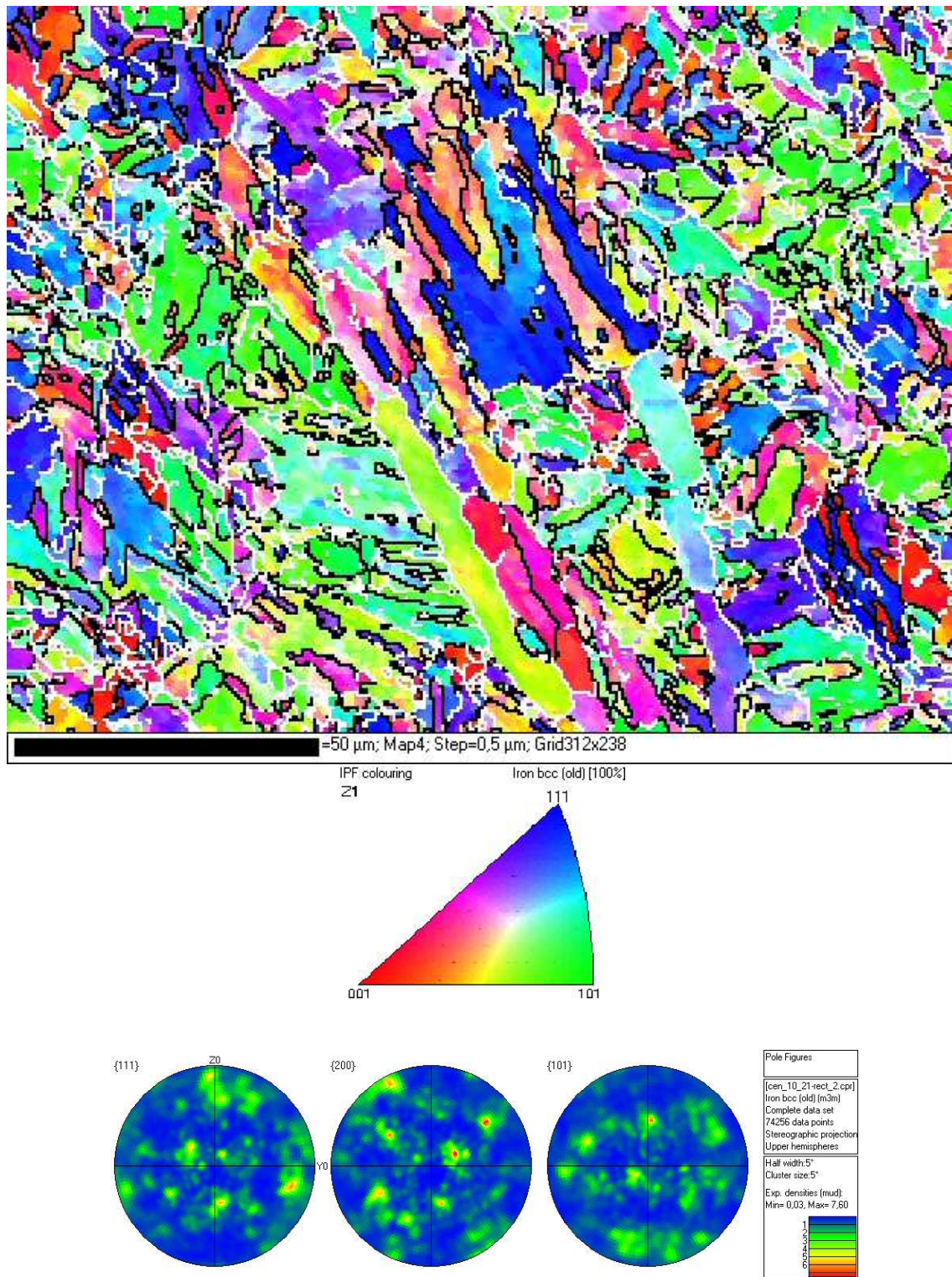
*Fatigue-fluage des aciers martensitiques à 9-12%Cr*



**FIG. 2.55 :** Cartographie d'orientations, obtenue par EBSD, du fût d'une éprouvette sollicitée en fatigue pure à 550°C ( $\Delta\epsilon_t = 0.6\%$ ), en noir apparaissent les joints désorientés de plus de 50° et en blanc ceux de plus de 10° (les couleurs correspondent aux orientations telles qu'indiquées dans le triangle standard). Trois projections stéréographiques usuelles sont fournies en bas de la figure.



**FIG. 2.56** : Cartographie d'orientations, obtenue par EBSD, du fût d'une éprouvette sollicitée en fatigue-relaxation à 550°C ( $\Delta\epsilon_t = 0.6\%$  et 30 minutes de maintien), en noir apparaissent les joints désorientés de plus de 50° et en blanc ceux de plus de 10° (les couleurs correspondent aux orientations telles qu'indiquées dans le triangle standard). Trois projections stéréographiques usuelles sont fournies en bas de la figure.



**FIG. 2.57 :** Cartographie d'orientations, obtenue par EBSD, du fût d'une éprouvette sollicitée en fatigue-fluage à 550°C ( $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$  et 30 minutes de maintien), en noir apparaissent les joints désorientés de plus de 50° et en blanc ceux de plus de 10° (les couleurs correspondent aux orientations telles qu'indiquées dans le triangle standard). Trois projections stéréographiques usuelles sont fournies en bas de la figure.

*Fatigue-fluage des aciers martensitiques à 9-12%Cr*



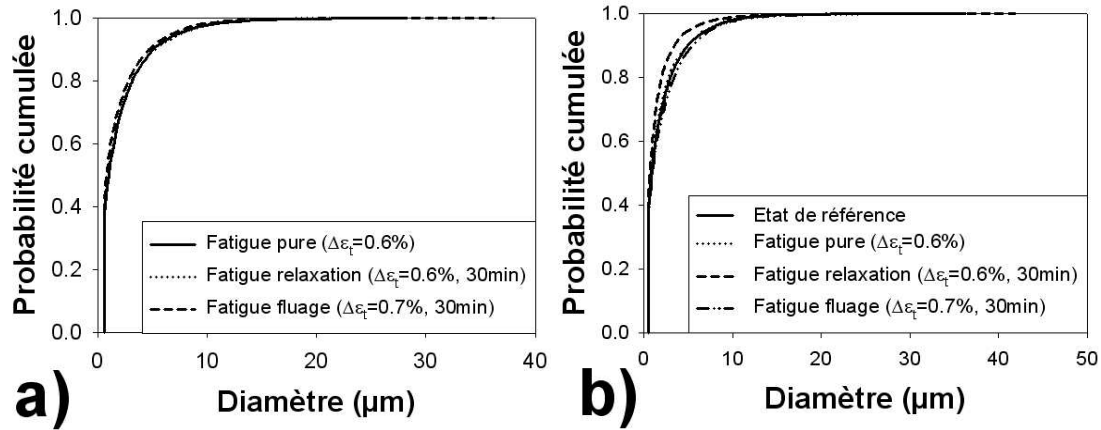


FIG. 2.58 : Distribution des diamètres de bloc mesurés sur a) les têtes des éprouvettes observées. L'ensemble des données de ces trois distributions est ensuite utilisé pour construire la distribution de référence. Cette dernière est comparée avec b) les distributions obtenues sur les fûts des éprouvettes observées.

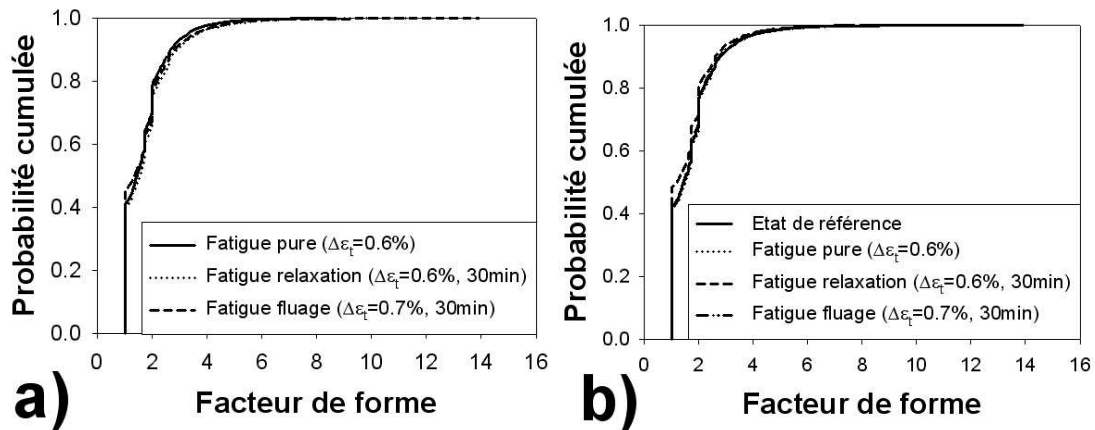


FIG. 2.59 : Distribution des facteurs de forme de bloc mesurés sur a) les têtes des éprouvettes observées. L'ensemble des données de ces trois distributions est ensuite utilisé pour construire la distribution de référence. Cette dernière est comparée avec b) les distributions obtenues sur les fûts des éprouvettes observées.

des désorientations non nulles avec une largeur de classe de  $0.5^\circ$ . En effet, comme l'état de surface des échantillons n'est jamais parfait et que les joints produisent des clichés de diffraction imbriqués, un certain nombre de points ne sont pas indexés sur chaque cartographie. Dans notre cas, le nombre de points non indexés varie entre 5 et 20% du nombre de points total. Pour obtenir les images des figures 2.52 à 2.57, ces points se voient allouer l'orientation moyenne de leurs plus proches voisins indexés. Cette étape de "remplissage" induit un grand nombre de désorientations nulles parfaitement artificielles. On constate, sur la figure 2.60, qu'il existe un très grand nombre de très faibles désorientations ( $\theta \leq 5^\circ$ ). Les pics situés autour de  $50^\circ$  et  $60^\circ$  sont en bon accord avec les désorientations théoriques prévues par la relation de Kurdjumov Sachs. A l'inverse, seule une très faible probabilité est observée autour de  $10^\circ$ , ce qui est moins en accord avec les valeurs théoriques. Peu de problèmes d'indexation (indétermination entre  $30^\circ$  et  $60^\circ$  autour de  $\langle 111 \rangle$ ) sont à noter. Au final, on retrouve une distribution de désorientations similaire à ce que des études précédentes ont pu rapporter, notamment sur de l'Eurofer [Barcelo, 2003].

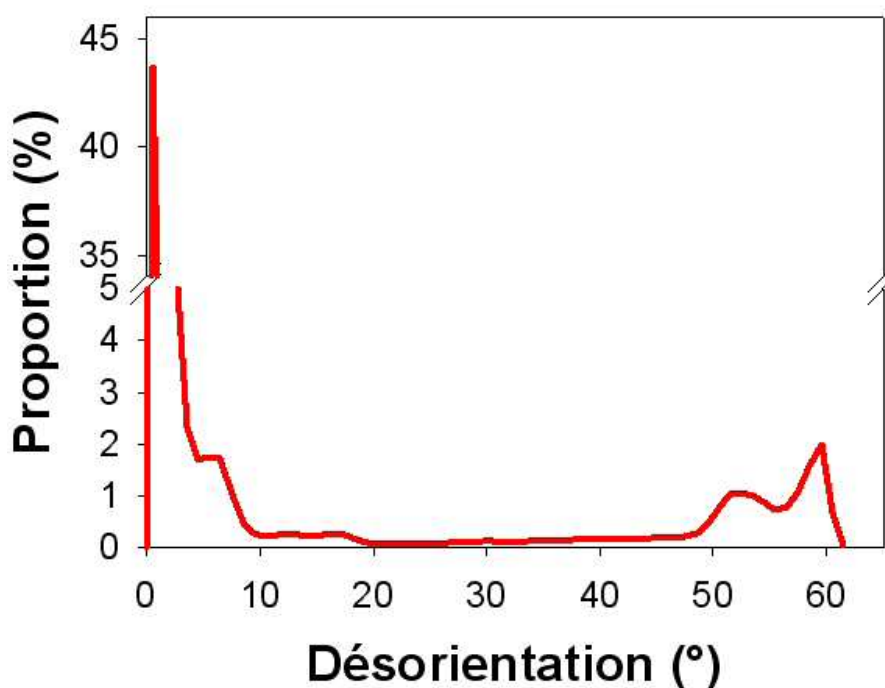


FIG. 2.60 : Distribution de l'ensemble des désorientations mesurées sur les têtes des différentes éprouvettes.

Après sollicitations cycliques, cette même distribution est comparée sur la figure 2.61. On ne constate aucune différence significative aux faibles angles quel que soit l'état de sollicitation, si ce n'est une proportion de désorientations très faibles ( $\theta \leq 1^\circ$ ) légèrement supérieure après PF, RF et CF qu'à l'état initial. Les pics situés autour de  $50^\circ$  et  $60^\circ$  existent aussi après sollicitation. On note, cependant, que le pic proche de  $60^\circ$  est

notablement plus bas pour l'échantillon de fatigue-relaxation. Ceci provient cette fois d'un plus grand nombre de mauvaises indexations (indétermination entre 30 et 60° autour de  $\langle 111 \rangle$ ) : en effet pour cette distribution particulière, un pic est visible autour de 30°.

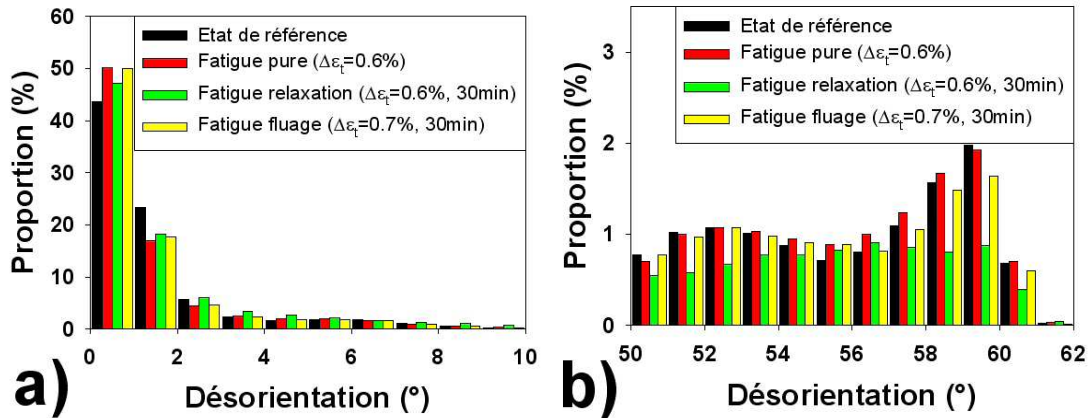


FIG. 2.61 : Comparaison des distributions de désorientations mesurées après diverses sollicitations entre a) 0 et 10° et b) 50 et 62°.

La distribution des désorientations des joints entre blocs est représentée figure 2.62. Si l'on retrouve bien la présence de pics autour des valeurs prédites par la relation de Kurdjumov-Sachs, la hauteur de ces derniers reste néanmoins très différente de la distribution théorique (cette dernière est rapportée dans le tableau 2.16). Cette différence provient notamment du fait qu'une partie des joints détectés sont en fait des joints entre ex-grains austénitiques, ces derniers ayant une désorientation parfaitement aléatoire (distribution uniforme), ce qui expliquerait la présence de désorientations comprises entre 20 et 50°.

Dans un second temps, afin d'essayer de quantifier l'évolution de la microstructure à l'intérieur des blocs, on peut étudier la désorientation moyenne de ces derniers. Celle-ci est une mesure indirecte de l'hétérogénéité intrabloc : la présence d'un grand nombre de joints de lattes ou de sous-grains devrait mener à une désorientation intrabloc forte, alors qu'un bloc restauré présente, a priori, une désorientation moyenne proche de 0. La figure 2.63 compare ces désorientations moyennes au sein des blocs précédemment détectés. On constate cette fois une très nette différence entre l'état initial et les états CF et RF. En effet, après ces sollicitations, plus des deux tiers des blocs présentent une désorientation moyenne comprise entre 0 et 1°. Dans la mesure où la précision angulaire de l'indexation est de l'ordre du degré, ceci signifie que près des deux tiers des blocs sont quasi parfaitement restaurés. A l'inverse, la proportion de désorientations moyennes comprises entre 1 et 5° a chuté par rapport à l'état de référence. Ce constat s'applique aussi à l'échantillon de fatigue pure, mais dans une moindre mesure. Ceci confirme les résultats de Dronhofer et al. [Dronhofer et al., 2003] sur un acier à 12%Cr en fluage à 650°C. La proportion de très faibles désorientations ( $\theta \leq 1^\circ$ ) obtenue ici en

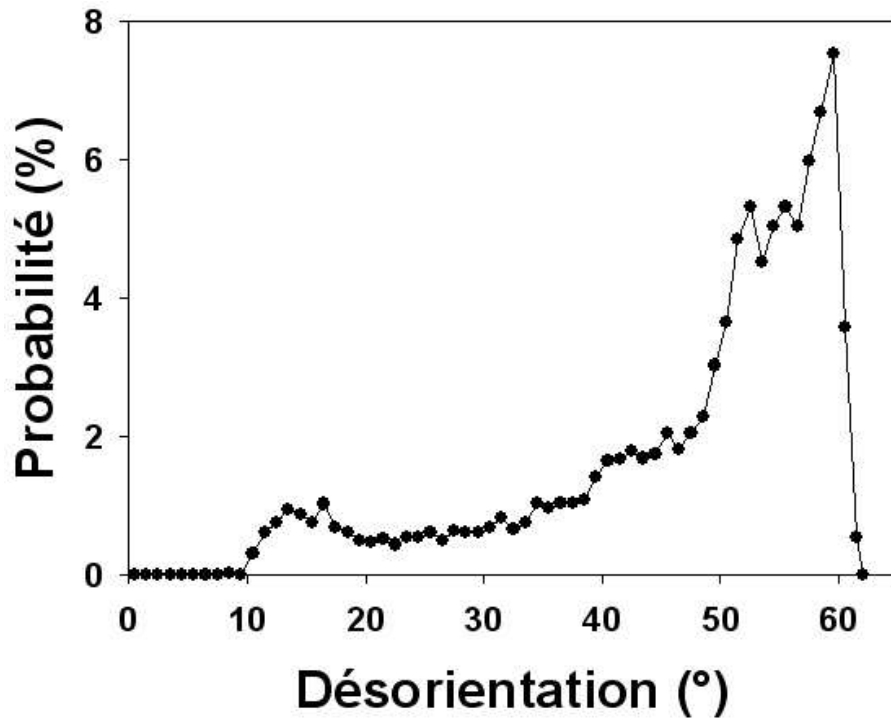


FIG. 2.62 : Distribution des désorientations le long des joints entre les blocs de lattes.

Angle de désorientation (°)	probabilité (%)
10.53	8.7
14.88	8.7
20.61	8.7
21.06	4.35
47.11	8.7
49.47	8.7
50.51	17.4
51.73	4.35
57.21	17.4
60	13

TAB. 2.16 : Désorientations théoriques entre variants de martensite prédites par la relation de Kurdjumov-Sachs. Les probabilités associées sont obtenues en faisant l'hypothèse de l'équiprobabilité de chaque variant [Barcelo, 2003].

fatigue-fluage et fatigue-relaxation à 550°C est similaire à celle obtenue après 8% de fluage à une contrainte de 120MPa et une température de 650°C (voir figure 2.23). Ceci tend à nouveau à prouver que les sollicitations cycliques de type RF et CF sont tout aussi délétères, en termes de stabilité microstructurale, que du fluage mené à une température nettement supérieure, et ce en un temps beaucoup plus court.

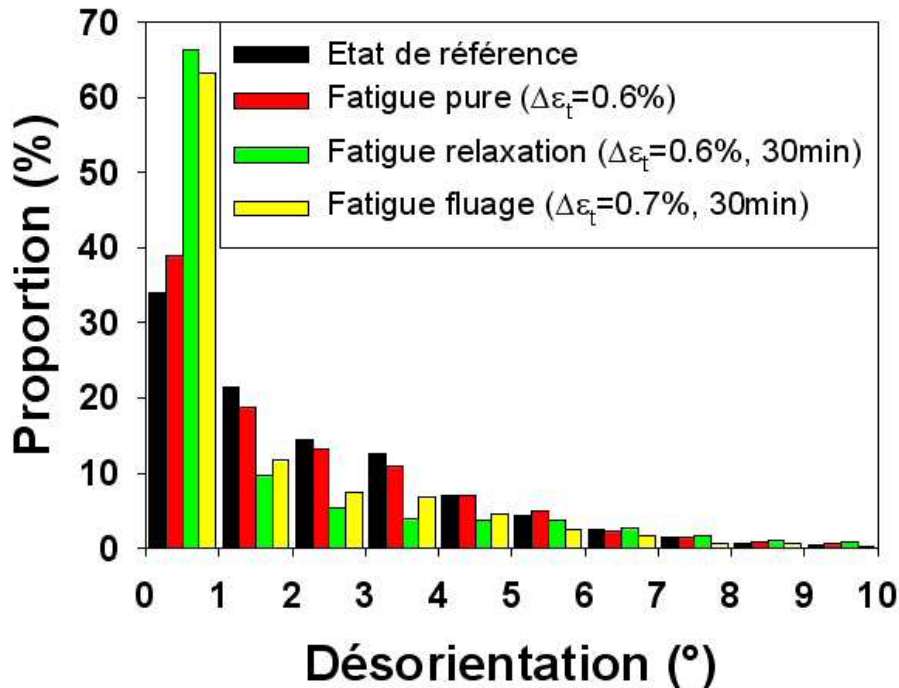


FIG. 2.63 : Distribution des désorientations moyennes au sein des blocs de lattes.

La figure 2.64 montre cependant qu'il n'existe aucune corrélation entre la taille des blocs, le facteur de forme et la désorientation moyenne. On peut affirmer que les évolutions de microstructure observées au MET se cantonnent à l'intérieur des blocs de lattes. Ceci suggère qu'il existe une taille maximale de grain restauré : la taille de bloc. Le tableau 2.17 récapitule les valeurs moyennes des différentes grandeurs étudiées ci-dessus.

Qu'il s'agisse des observations au MET ou des présentes mesures EBSD, il semble donc que, plus la déformation viscoplastique appliquée par cycle est élevée, plus le phénomène de restauration est intense. L'une des hypothèses permettant d'expliquer cette tendance consiste à supposer que le phénomène de grossissement des sous-grains procède par l'annihilation des sous-joints du fait d'interactions avec les dislocations mobiles. Plus la déformation viscoplastique imposée à chaque cycle est élevée, plus le nombre de systèmes de glissement actifs l'est aussi. Une manière indirecte d'estimer ce nombre de systèmes activés est de calculer le facteur de Schmid associé à chaque orientation. Ce

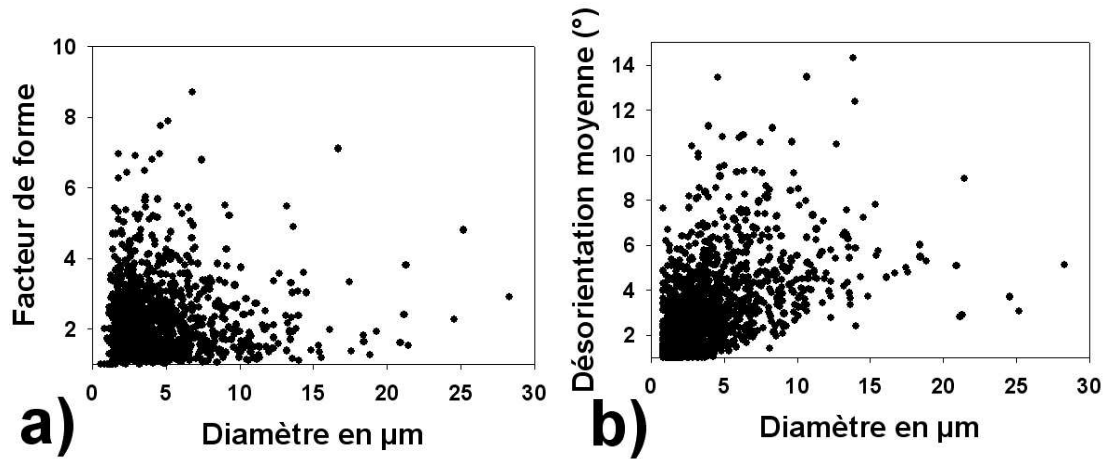


FIG. 2.64 : Recherche de corrélation entre a) le diamètre de bloc et son facteur de forme et b) entre le diamètre de bloc et sa désorientation moyenne.

Echantillon	diamètre moyen ( $\mu\text{m}$ )	facteur de forme moyen	$\bar{\theta}$
Etat initial	2.0	2.34	1.36
PF $\Delta\varepsilon_t = 0.6\%$	1.6	2.28	1.37
RF $\Delta\varepsilon_t = 0.6\%$ $t_m = 30\text{min}$	2.2	2.11	1.26
CF $\Delta\varepsilon_t = 0.7\%$ $t_m = 30\text{min}$	1.6	2.72	1.44

TAB. 2.17 : Valeurs moyennes des caractéristiques des blocs détectés en EBSD.  $\bar{\theta}$  désigne la valeur moyenne de la moyenne des désorientations intrabloc.

dernier, noté  $S$ , est défini par l'équation suivante :

$$S^s = (\underline{m}^s \cdot \underline{t}) \cdot (\underline{n}^s \cdot \underline{t}) \quad (2.6)$$

où  $\underline{m}^s$ ,  $\underline{n}^s$  et  $\underline{t}$  sont respectivement la direction de glissement, la normale au plan de glissement du système  $s$  et la direction de sollicitation. Dans le cas d'une structure cubique centrée, il existe en tout 24 systèmes de glissement principaux ( $\langle 111 \rangle (110)$  et  $\langle 111 \rangle (112)$ ). Le vecteur  $\underline{t}$  est connu dans le repère de l'échantillon, alors que  $\underline{m}^s$  et  $\underline{n}^s$  sont exprimés dans le repère du cristal. Ainsi, pour calculer le facteur de Schmid de chaque bloc, il faut d'abord exprimer la direction  $\underline{t}$  dans le repère du cristal, ce qui se fait par le biais de la matrice de passage  $\underline{g}$  suivante :

$$\underline{g} = \begin{pmatrix} -\sin \Phi \sin \Psi - \cos \Phi \cos \Psi \cos \Theta & \sin \Phi \cos \Psi - \cos \Phi \sin \Psi \cos \Theta & \cos \Phi \sin \Theta \\ \cos \Phi \sin \Psi - \sin \Phi \cos \Psi \cos \Theta & -\cos \Phi \cos \Psi - \sin \Phi \sin \Psi \cos \Theta & \sin \Phi \sin \Theta \\ \cos \Psi \sin \Theta & \sin \Psi \sin \Theta & \cos \Theta \end{pmatrix}$$

avec  $\Phi$ ,  $\Theta$  et  $\Psi$  les trois angles d'Euler (convention de Bunge) donnés par la mesure EBSD. On obtient alors 24 valeurs de facteur de Schmid. En première approche, on considèrera uniquement la valeur maximale  $S_{max} = \max_{i=1}^{24} |S^i|$ , qui correspond au premier système de glissement activé. La distribution du facteur de Schmid ainsi obtenue est illustrée figure 2.65, toutes les cartographies présentées précédemment mènent à des distributions quasiment identiques.

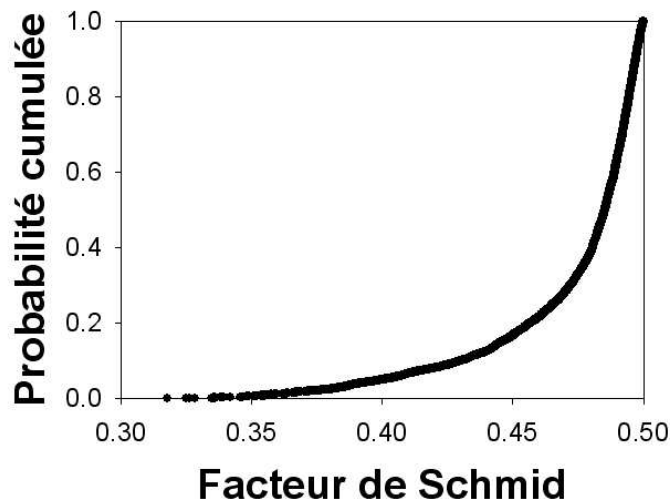
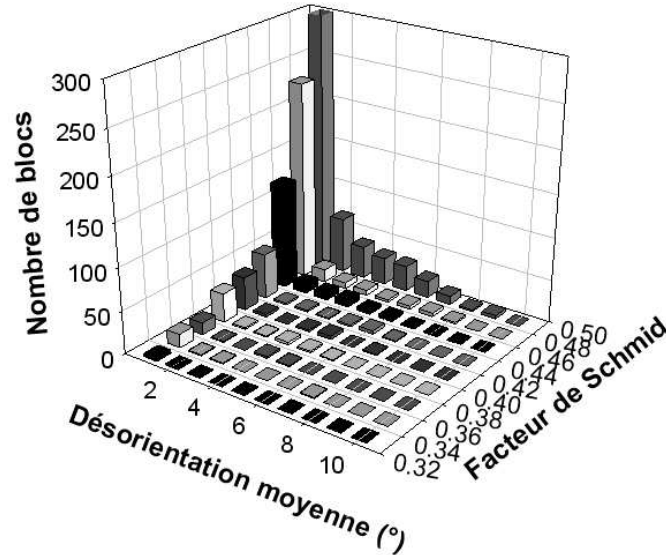


FIG. 2.65 : Distribution du facteur de Schmid mesuré sur les cartographies EBSD.

On peut ensuite essayer de corrélérer la désorientation moyenne  $\theta$  avec la valeur du facteur de Schmid  $S_{max}$ . Si l'on trace directement la proportion de bloc dans un plan  $(\theta, S_{max})$ , on obtient la figure 2.66. Il apparaît clairement que les blocs restaurés (très faible désorientation moyenne) correspondent pour la plupart aux blocs ayant le facteur

de Schmid le plus élevé. Cependant, la distribution des facteurs de Schmid présentée figure 2.65 montre que les fortes valeurs sont aussi les plus probables, il faut donc décorréler le nombre de blocs ayant un facteur de Schmid donné de la probabilité d'obtenir ce facteur de Schmid.



**FIG. 2.66 :** Corrélation entre désorientation moyenne et facteur de Schmid pour un échantillon testé en PF ( $\Delta\varepsilon_t = 0.6\%$ ). La figure est tronquée : la barre située la plus haute regroupe plus de 800 blocs.

La figure 2.67 présente un nombre de blocs pondéré correspondant à chaque couple  $(\theta, S_{max})$ . D'un point de vue pratique, la hauteur des barres de ces graphiques correspond à  $N_{pond}$  défini tel que :

$$N_{pond} = N_{\theta}^{S_{max}} \times \frac{\max(P(S_{max}))}{P(S_{max})} \quad (2.7)$$

avec  $N_{\theta}^{S_{max}}$  le nombre de blocs ayant une désorientation moyenne de valeur  $\theta$  et un facteur de Schmid de valeur  $S_{max}$  donnés,  $P(S_{max})$  la probabilité d'occurrence de la valeur  $S_{max}$  et  $\max(P(S_{max}))$  la probabilité maximale des valeurs de facteur de Schmid échantillonnées (en pratique j'ai choisi des classes de facteur de Schmid de largeur 0.02, et  $\max(P(S_{max}))$  correspond à la probabilité pour un bloc donné d'avoir un facteur de Schmid compris entre 0.48 et 0.5). Les trois graphiques de la figure 2.67 sont tronqués, les barres correspondant à des désorientations moyennes inférieures à  $1^\circ$  culminant au delà de 1000. Pour ces très faibles désorientations, aucune différence significative n'est visible en fonction de la valeur du facteur de Schmid, ce qui signifie qu'un bloc ayant un facteur de Schmid élevé n'aura pas davantage de chances d'être restauré sous sollicitation cyclique. Il semble cependant que, parmi les grains non (ou moins intensément) restaurés (i.e. ayant une désorientation moyenne supérieure à  $1^\circ$ ), la probabilité que ces derniers



aient un facteur de Schmid élevé est plus faible. Concrètement ceci signifie que tous les blocs sont susceptibles d'être restaurés sous sollicitations cycliques (indépendamment de leur orientation cristallographique), mais que l'absence de restauration est plus probable lorsque les blocs sont mal orientés pour le glissement plastique (faible facteur de Schmid).

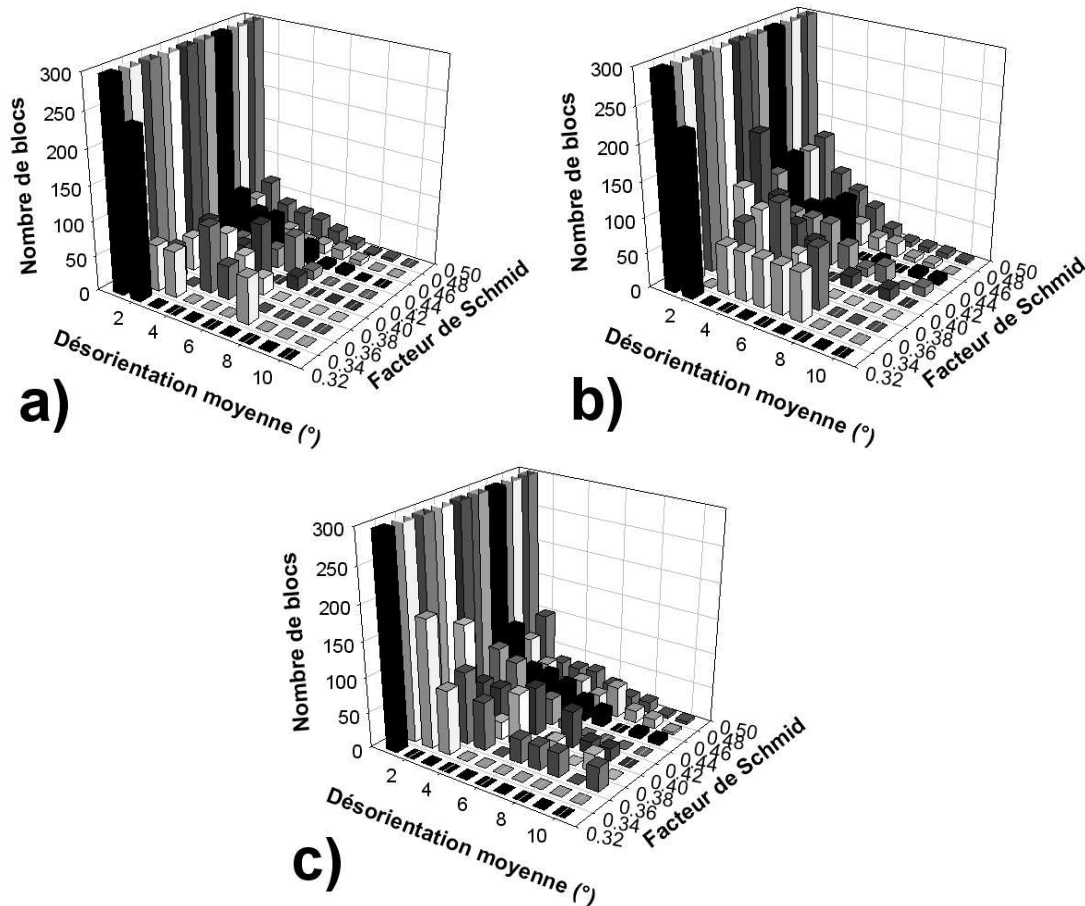


FIG. 2.67 : Distribution des valeurs de désorientation moyenne par bloc en fonction du facteur de Schmid du bloc pour un échantillon a) de PF  $\Delta\epsilon_t = 0.6\%$ , b) de RF  $\Delta\epsilon_t = 0.6\%$ ,  $t_m = 30\text{min}$  et c) de CF  $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ ,  $t_m = 30\text{min}$ .

### 2.3.3 Cartographies d'orientations sur MET.

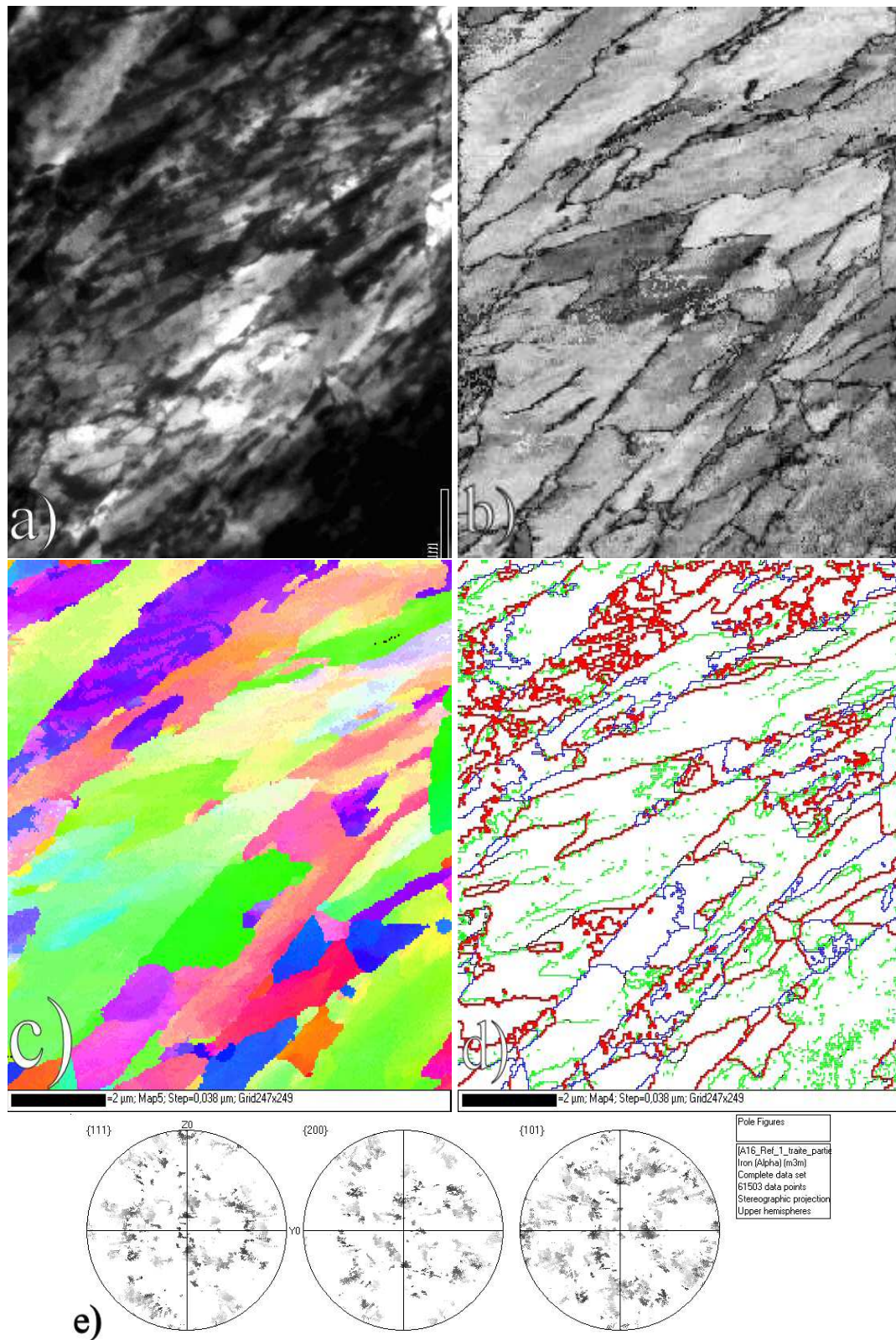
Les observations au MET nous ont, jusqu'à présent, permis de quantifier l'évolution microstructurale en termes de grossissements des sous-grains et des lattes de martensite. Ce serait la disparition des multiples joints et sous-joints de la microstructure initiale qui expliquerait donc la perte de résistance mécanique (effet Hall-Petch) observée par le biais de l'adoucissement cyclique. Les mesures EBSD montrent que ce grossissement se cantonne à l'intérieur des blocs, les joints de bloc étant, quant à eux, intacts après

fatigue. La résolution spatiale disponible avec de l'EBSD pratiqué sur un MEB classique reste cependant trop grossière pour réussir à relier directement le grossissement des sous-grains à l'orientation cristalline, si une telle relation existe. Par ailleurs, les joints intrablocs sont généralement décrits comme des joints de faible désorientation ( $\theta \leq 5^\circ$ ). Néanmoins, la valeur de cette désorientation détermine, au moins partiellement, la résistance des obstacles que sont ces joints entre sous-grains.

J'ai donc essayé de mesurer les désorientations entre les sous-grains visibles au MET. Dans un premier temps, au SRMA, et grâce à Alexandra Renault, l'orientation des sous-grains présents sur deux zones distinctes d'un échantillon CF ( $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$ ,  $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ ) a été mesurée. Cependant, l'acquisition et l'indexation des lignes de Kikuchi doit se faire de manière manuelle et point par point sur le dispositif actuel, ce qui limite fortement l'étendue des zones mesurables (indexer complètement une vingtaine de points prend environ une journée). Ces pointés nous ont cependant permis de constater que des sous-grains, nettement distincts en champ clair (présence d'un joint apparaissant distinctement), peuvent n'être que très faiblement désorientés ( $\theta \leq 1^\circ$ ).

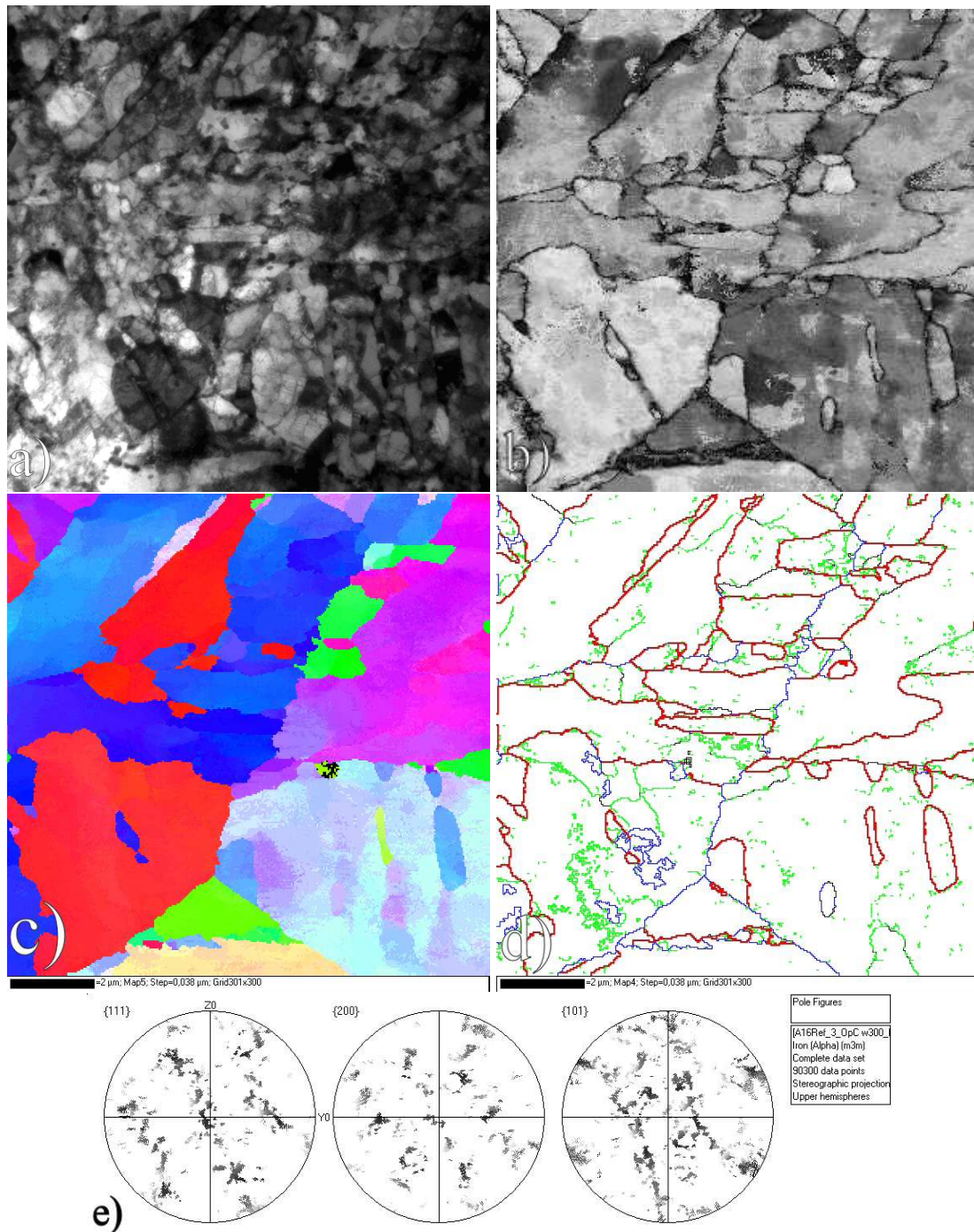
C'est au GPM2 à Grenoble que ce travail s'est poursuivi, grâce au dispositif mis au point par Edgar Rauch et Laurent Dupuy. Initialement intéressés par l'étude des matériaux très fortement déformés (ECAP) et cherchant à caractériser leur microstructure, ces derniers ont développé une technique d'indexation d'orientation cristallographique à partir des clichés de points obtenus au MET en mode diffraction. En effet, dans le cas de matériaux présentant une très forte densité de dislocations, les lignes de Kikuchi utilisées en EBSD sont généralement assez floues et l'indexation résultante, lorsqu'elle est possible, perd de sa précision. Le recours à l'utilisation d'un MET permet, d'une part de s'intéresser à des matériaux à grains très fins (voire nanométriques, le pas d'indexation est typiquement de l'ordre de  $35nm$ ), et d'autre part, de s'appuyer directement sur les clichés de diffraction, beaucoup moins perturbés par la présence de dislocations. La technique d'indexation a déjà été présentée en détail et mise en oeuvre dans plusieurs travaux [Mathis and Rauch, 2007, Shigesato and Rauch, 2007, Rauch and Dupuy, 2005, Rauch and Vernon, 2005, Dupuy and Rauch, 2005]. Plusieurs logiciels, pour le pilotage du faisceau, l'acquisition des clichés de diffraction, leur indexation ainsi que le post-traitement ont été développés par Edgar Rauch au cours des dernières années.

Les quatre échantillons précédemment observés au MET, et décrits au début du paragraphe 2.3.1, ont été cartographiés à l'aide de cette technique. Les cartographies obtenues couvrent des zones d'environ  $10\mu m \times 10\mu m$ . Pour chaque échantillon entre 3 et 6 cartographies ont été faites. Dans la mesure où l'acquisition des clichés de diffraction et l'indexation de ces derniers sont deux étapes strictement indépendantes, la durée de manipulation (présence sur le MET) nécessaire à l'obtention d'une telle cartographie est de l'ordre de l'heure (acquisition d'environ 25 points par seconde). La phase d'indexation consiste ensuite à trouver, pour chaque cliché de diffraction enregistré, le cliché théorique (au sein d'une base de données générée au préalable pour le cristal étudié) le plus proche.

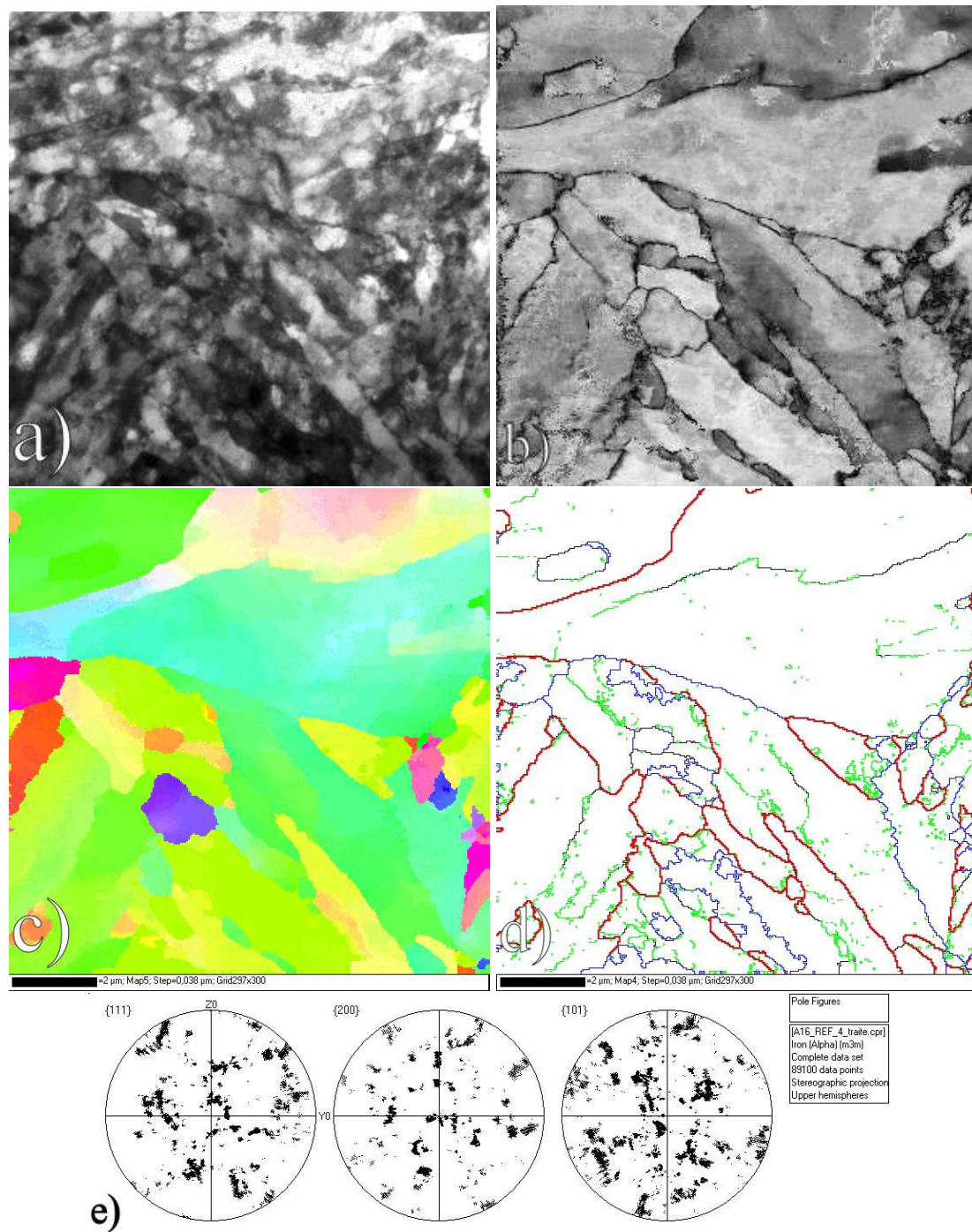


**FIG. 2.68 :** a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone du matériau à l'état de réception.

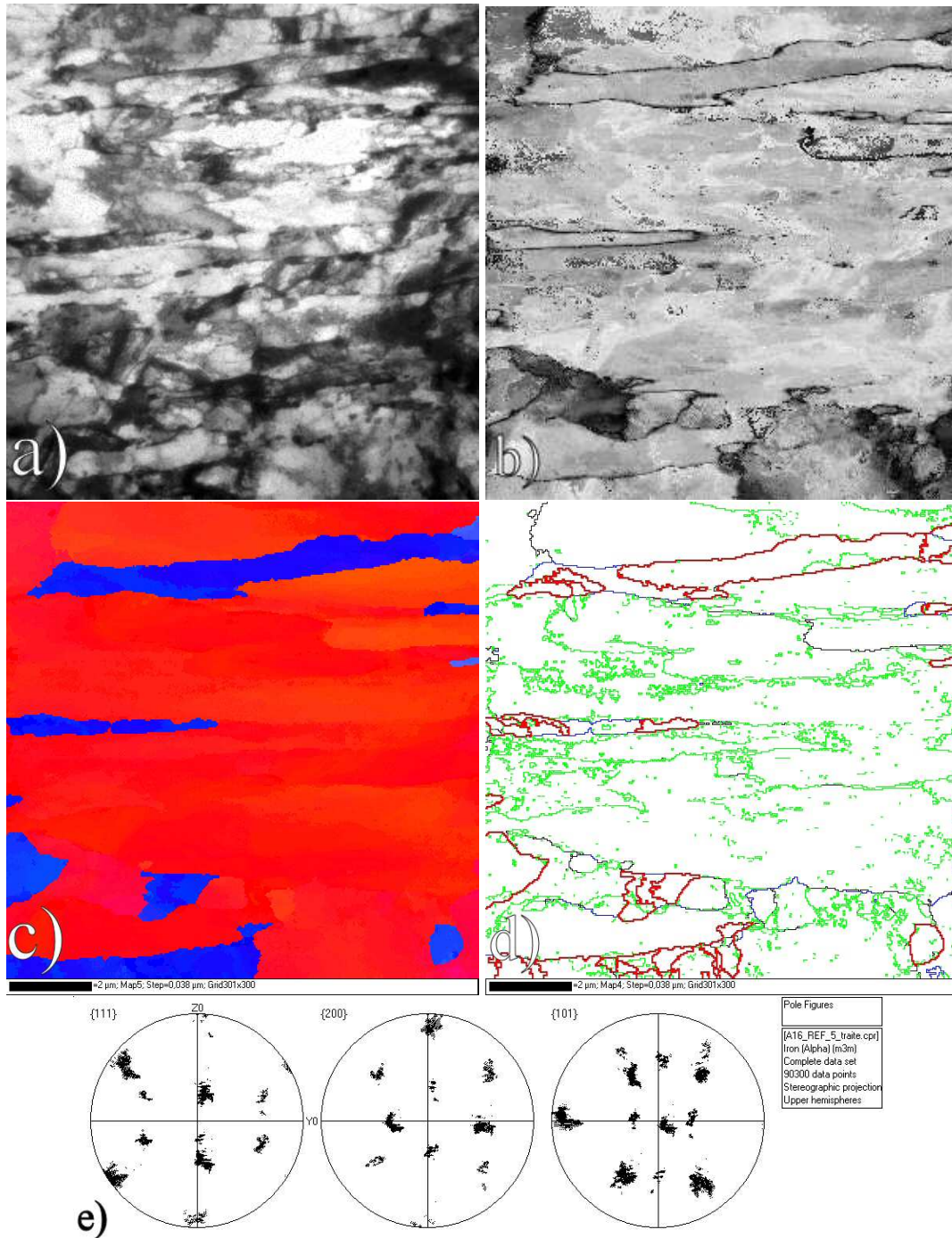
*Fatigue-fluage des aciers martensitiques à 9-12%Cr*



**FIG. 2.69 :** a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone du matériau à l'état de réception.



**FIG. 2.70 :** a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone du matériau à l'état de réception.



**FIG. 2.71 :** a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone du matériau à l'état de réception.

Cette étape de minimisation implique la définition d'une norme pour calculer la distance entre cliché théorique et cliché réel. Au final, contrairement au logiciel d'indexation EBSD utilisé au SRMA (CHANNEL5), qui n'indexe un point que si la qualité des lignes de Kikuchi observées est supérieure à une valeur seuil<sup>6</sup>, la technique décrite ici propose une orientation pour tous les points. En fonction du résultat de l'étape de minimisation (la distance minimale obtenue), il est alors possible de proposer un indice de qualité pour chaque point indexé. L'intensité du faisceau transmis permet, par ailleurs, de reconstruire une image en champ clair à partir des clichés enregistrés. Afin de détecter les cas où plusieurs indexations sont à peu près équivalentes (présence de plusieurs minima locaux sur la surface de réponse) pour un cliché de diffraction donné, un indice de robustesse (construit comme le ratio entre la valeur des deux minima [Dupuy and Rauch, 2005]) est aussi calculé. Ce type d'indice est particulièrement utile pour détecter des joints de grains. En effet, à la traversée d'un joint, le cliché de diffraction observé est généralement composé des deux clichés valides de chaque côté de ce joint, l'indice de robustesse sera donc, a priori, très mauvais.

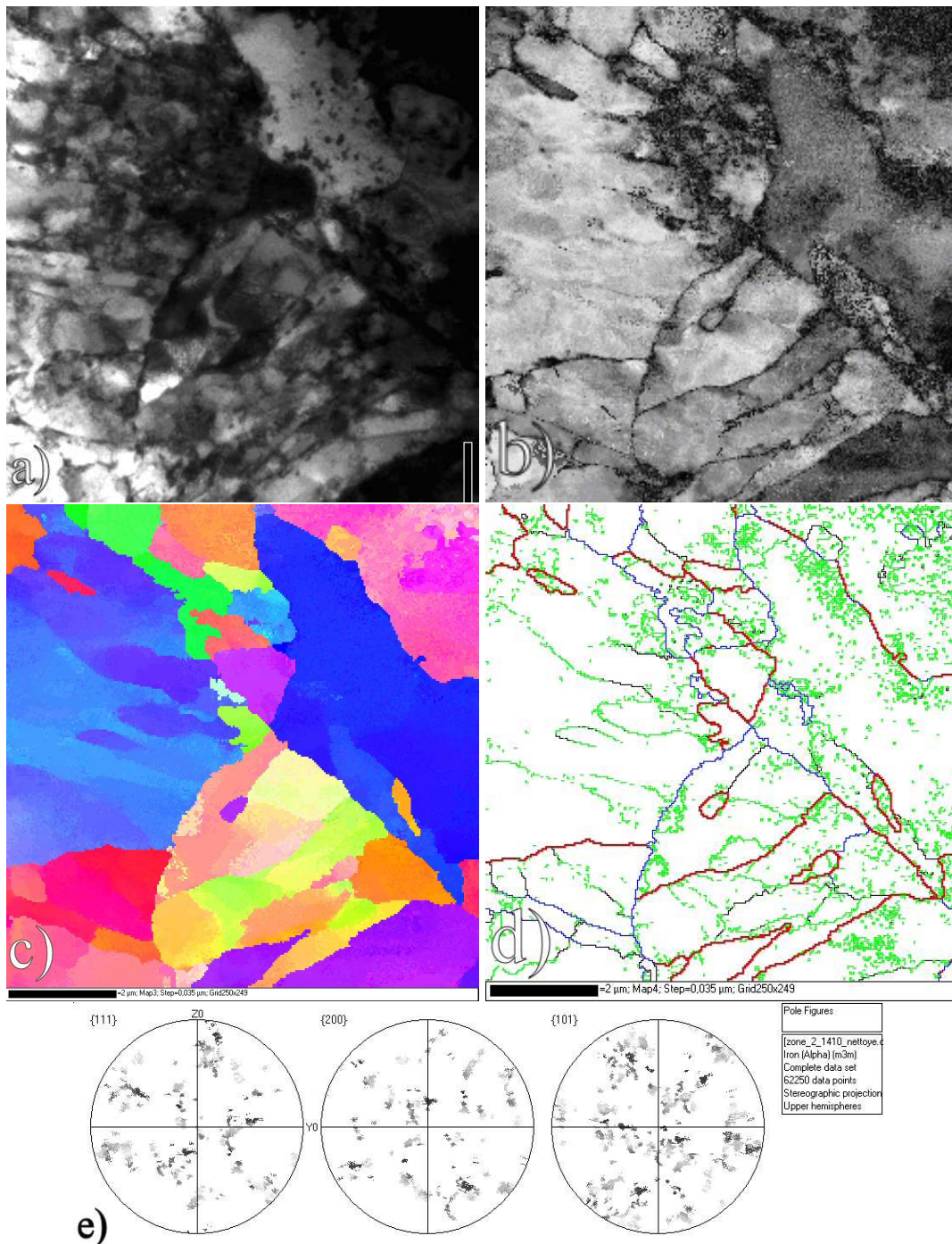
Les figures 2.68 à 2.71 présentent les cartographies obtenues sur le matériau à l'état de réception. Les figures 2.72 à 2.74 concernent celles de l'échantillon de PF ( $\Delta\epsilon_t = 0.3\%$ ). Les figures 2.75 à 2.78, quant à elles, illustrent la microstructure de l'échantillon CF ( $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$ ,  $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ ). Enfin les figures 2.79 à 2.84 se rapportent à l'échantillon CF ( $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ ,  $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ ).

Sur chacune de ces figures, l'image en champ clair est présentée ainsi que la cartographie des indices de robustesse (obtenue avec le logiciel MapViewer développé par E. Rauch). La cartographie d'orientations (obtenue avec le logiciel CHANNEL5) obéit au même code de couleur que celui utilisé pour les figures 2.52 à 2.57. Enfin un squelette présentant les désorientations de plus de 2, 5, 10 et 50°, ainsi que les figures de pôles sont elles aussi extraites du logiciel CHANNEL5.

Tout comme en EBSD classique, il existe des indéterminations dans l'indexation d'un cliché de diffraction : un même cliché peut correspondre à deux orientations différentes. Ce type de problèmes a tendance à brüiter significativement les cartographies obtenues. Afin d'éliminer le bruit résultant de ces indéterminations, j'ai pris le parti d'utiliser le logiciel CHANNEL5. Le principe est simple : détecter les très petits grains (quelques pixels) et les éliminer, ces derniers correspondant généralement à des sauts, pixel à pixel entre les deux solutions possibles dans un cas d'indétermination. Les sauts les plus fréquemment observés correspondent, dans notre cas, à des désorientations de 60° autour de  $\langle 111 \rangle$ . Pour nettoyer les cartographies obtenues, j'ai donc utilisé le protocole suivant :

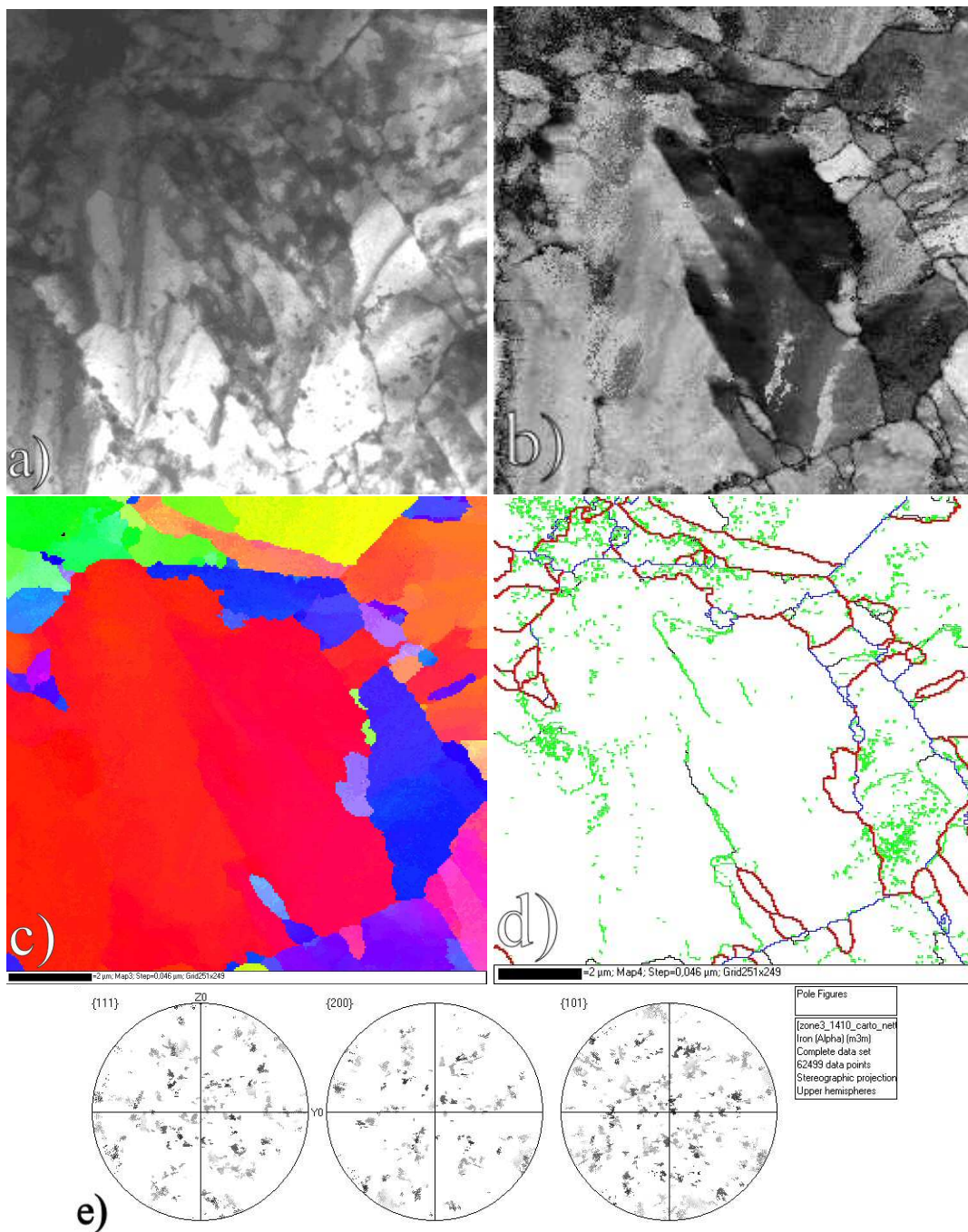
- Détection et suppression de tous les "grains" désorientés de plus de 50° et de dia-

<sup>6</sup>Un critère supplémentaire, lié à l'angle entre les lignes de Kikuchi mesurées et les lignes théoriques pour l'orientation obtenue, est aussi utilisé en pratique.

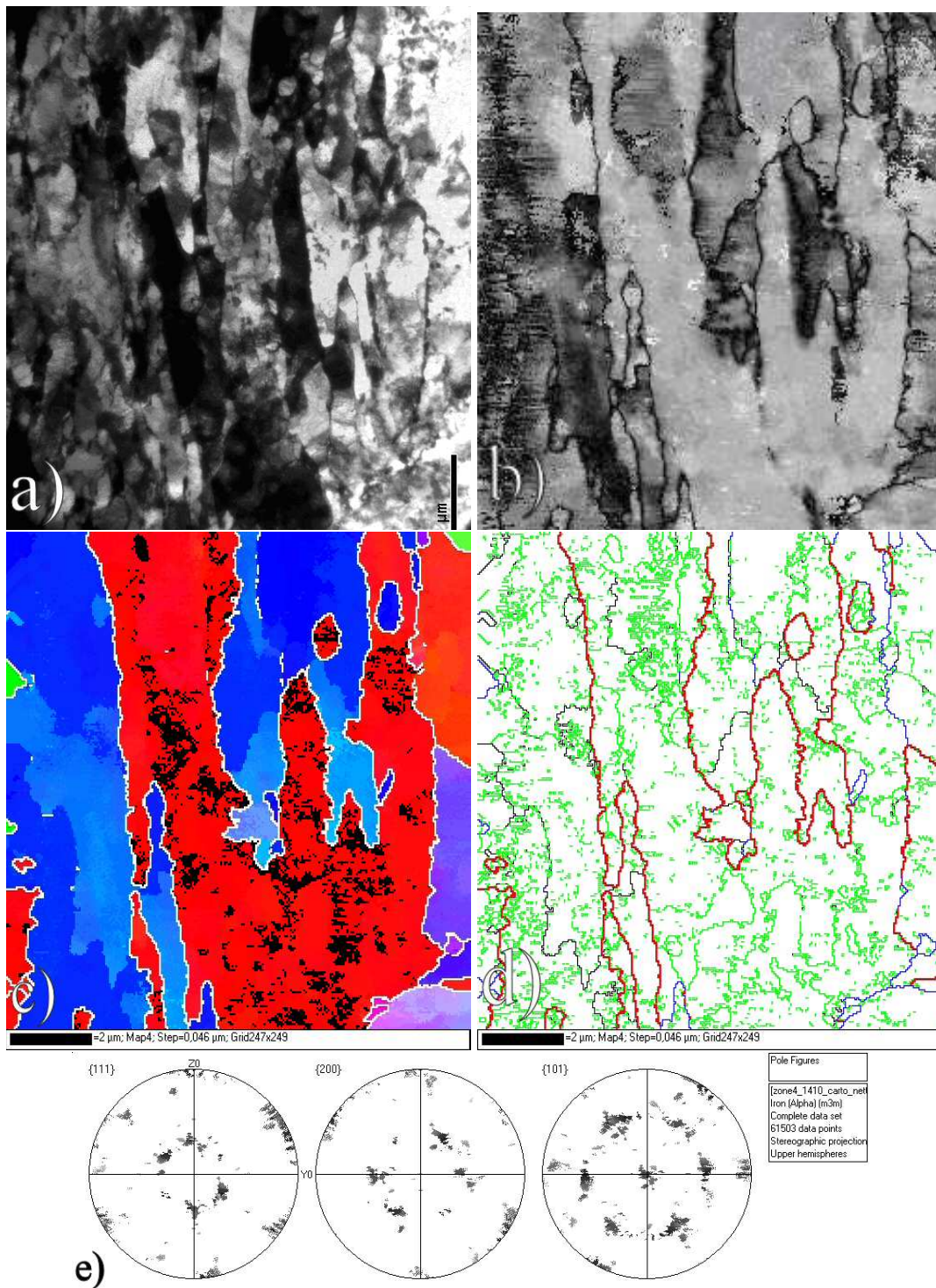


**FIG. 2.72 :** a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone d'une éprouvette soumise à un essai de fatigue  $\Delta\epsilon_f = 0.3\%$  à 550°C.

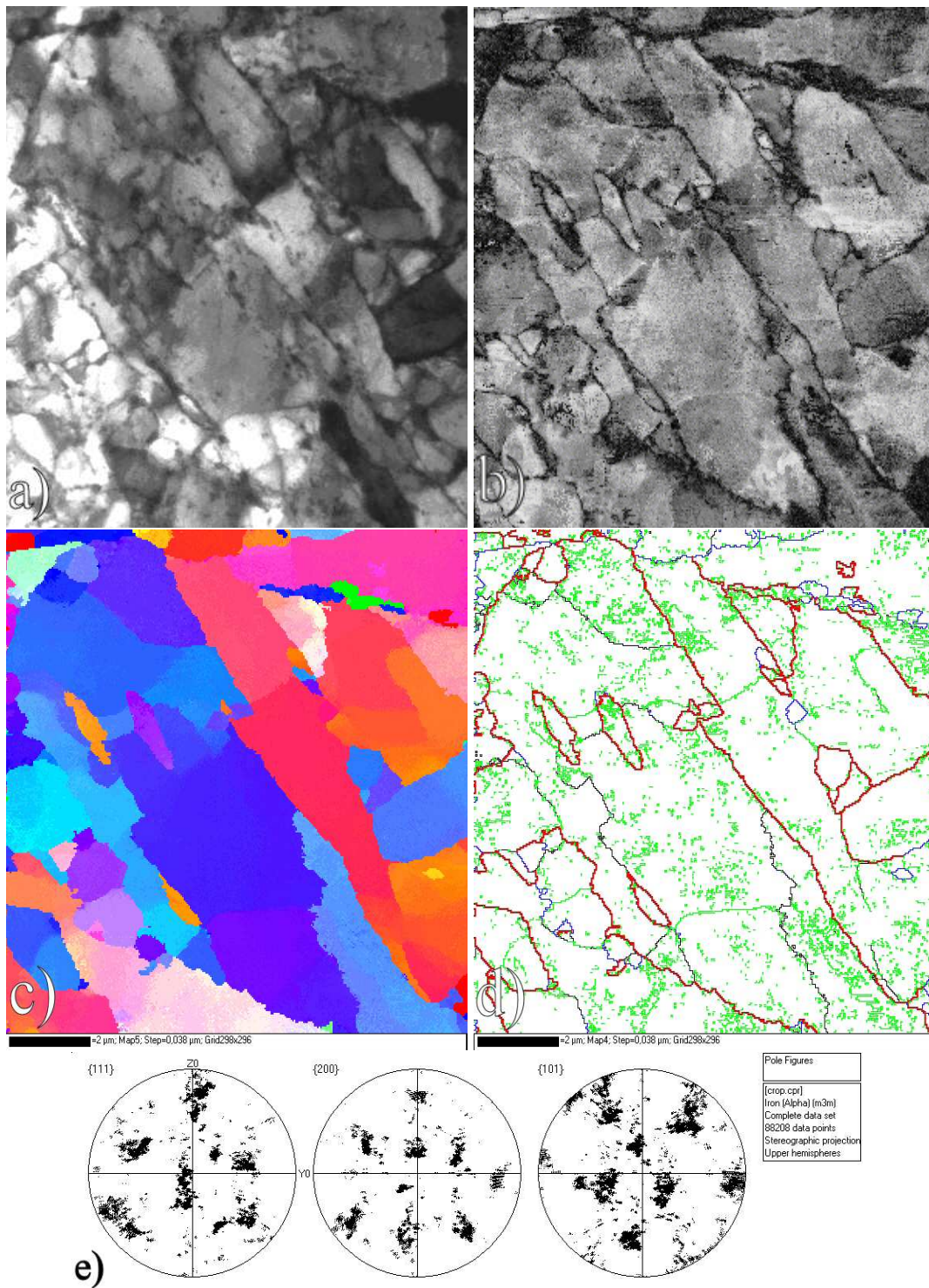




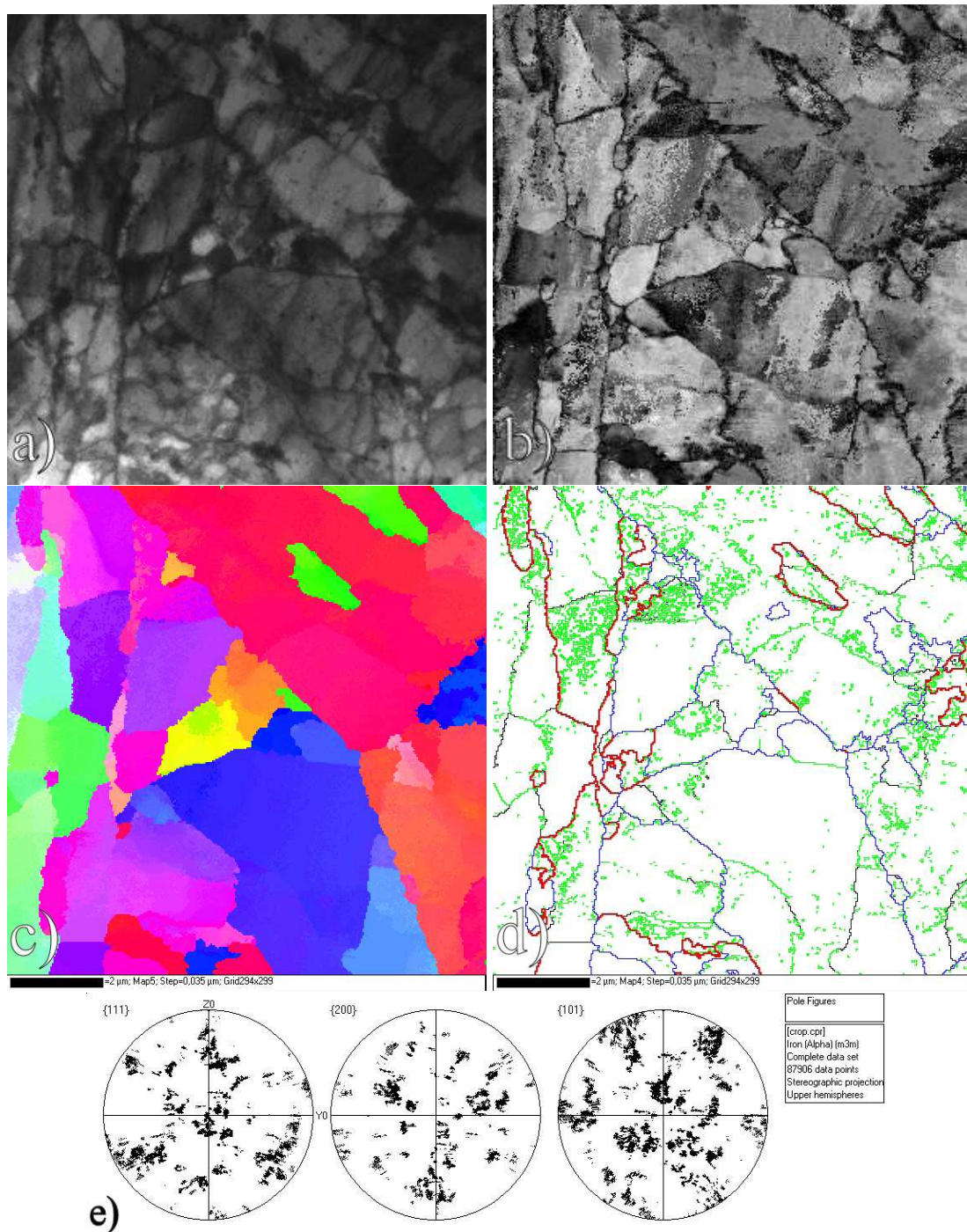
**FIG. 2.73 :** a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone d'une éprouvette soumise à un essai de fatigue  $\Delta\epsilon_f = 0.3\%$  à 550°C.



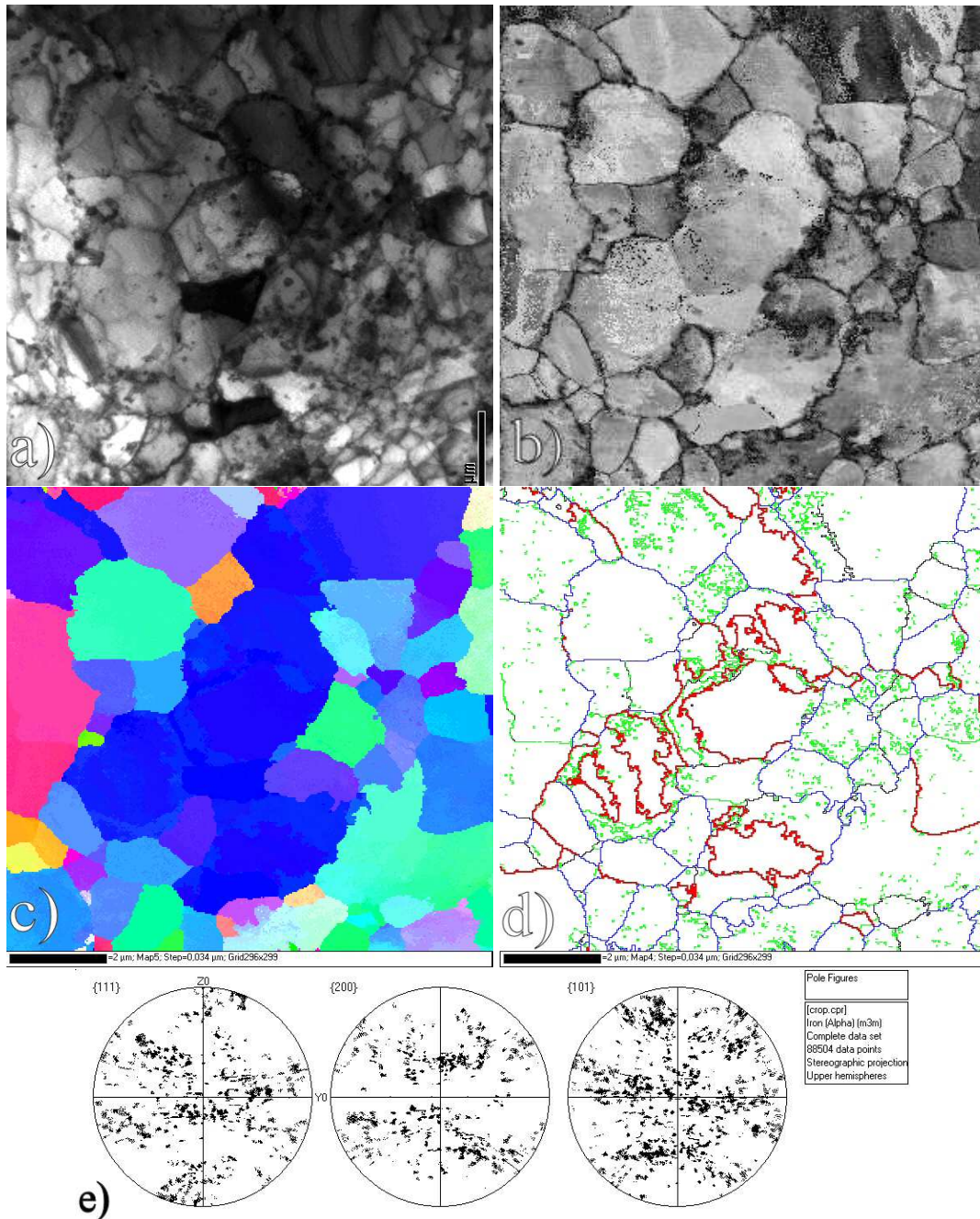
**FIG. 2.74 :** a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone d'une éprouvette soumise à un essai de fatigue  $\Delta\epsilon_f = 0.3\%$  à 550°C.



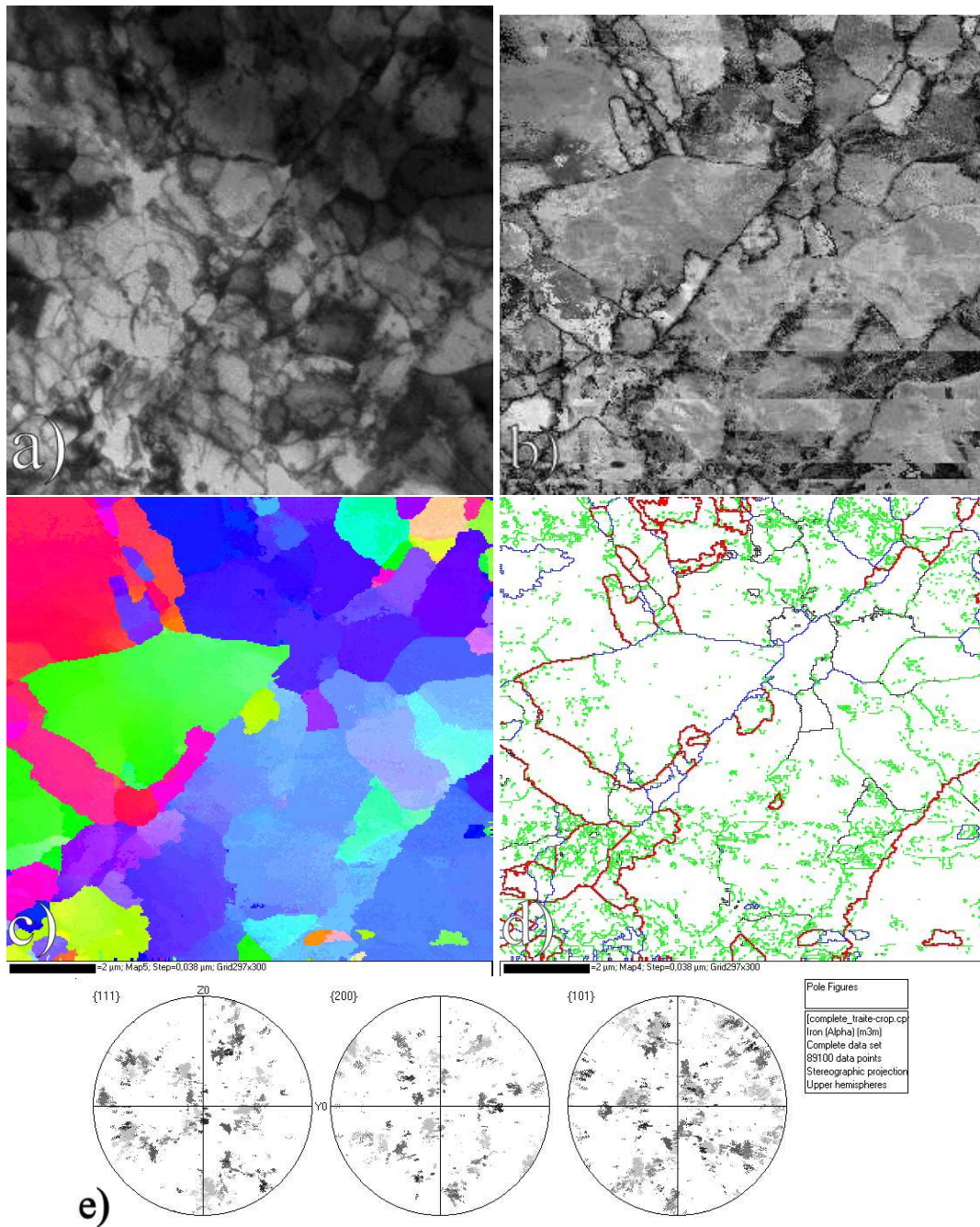
**FIG. 2.75 :** a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone d'une éprouvette soumise à un essai de fatigue-fluage  $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$ ,  $\epsilon_{creep} = 0.1\%$  à 550°C.



**FIG. 2.76 :** a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone d'une éprouvette soumise à un essai de fatigue-fluage  $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$ ,  $\epsilon_{creep} = 0.1\%$  à 550°C.



**FIG. 2.77 :** a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone d'une éprouvette soumise à un essai de fatigue-fluage  $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$ ,  $\epsilon_{creep} = 0.1\%$  à 550°C.



**FIG. 2.78 :** a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone d'une éprouvette soumise à un essai de fatigue-fluage  $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$ ,  $\epsilon_{creep} = 0.1\%$  à 550°C.

- mètre inférieur à  $50nm$ .
- Remplissage des points supprimés avec l'orientation des plus proches voisins.
  - Détection et suppression de tous les "grains" désorientés de plus de  $10^\circ$  et de diamètre inférieur à  $50nm$ .
  - Remplissage des points supprimés avec l'orientation des plus proches voisins.
  - Enfin, quelques petits grains désorientés de plus de  $10^\circ$ , correspondant à des précipités visibles sur l'image en champ clair, sont aussi supprimés et remplis avec l'orientation de leurs plus proches voisins.

Cette méthodologie, bien qu'efficace, est évidemment critiquable : les diamètres seuils sont arbitraires et des méthodes plus fines, couplant par exemple l'indice de qualité, de robustesse et la désorientation peuvent être imaginées.

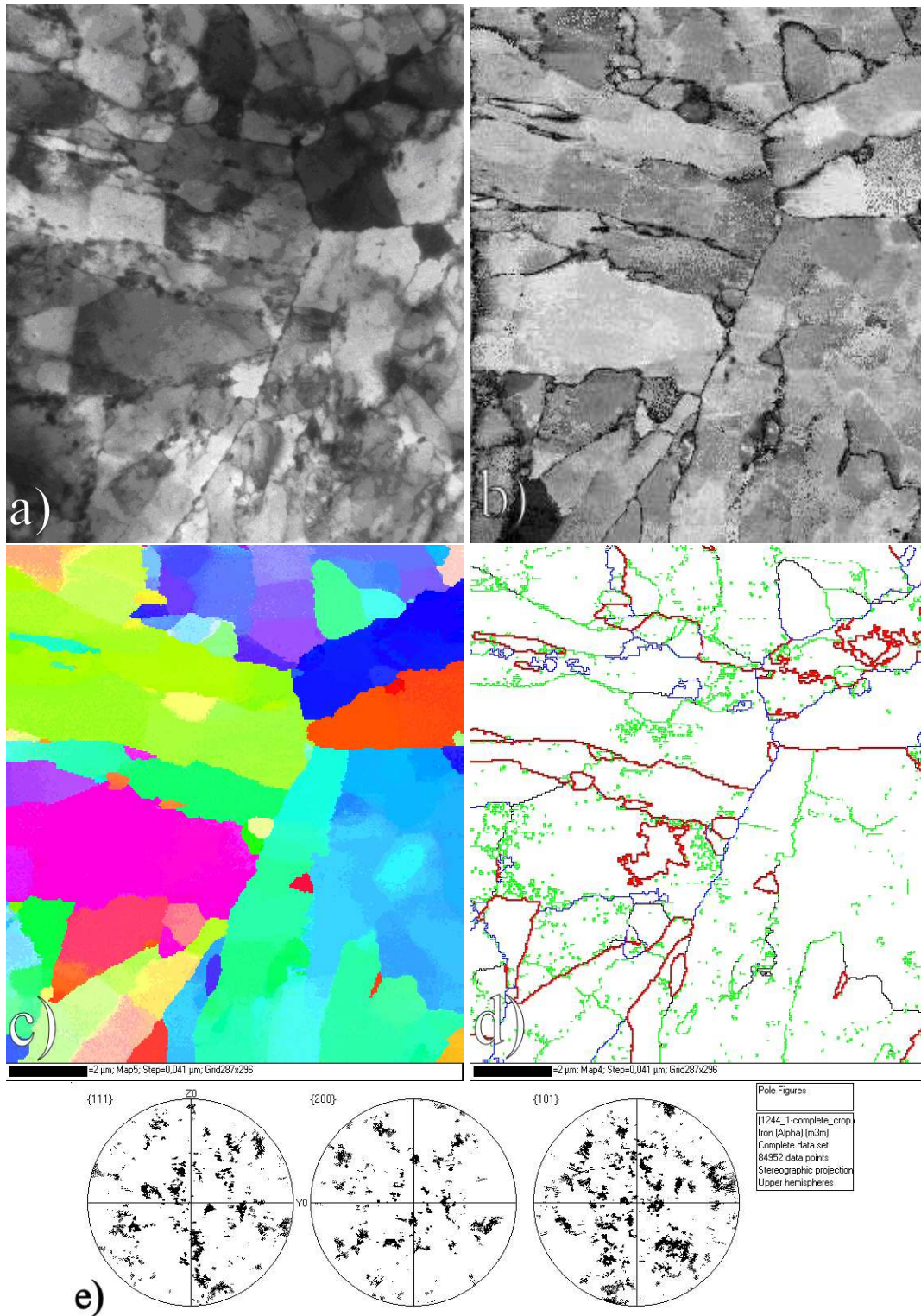
Les zones observées étant de taille relativement réduite, les orientations mesurées sur chaque cartographie sont évidemment très échantillonnées, comme l'illustrent les figures de pôles.

On constate, tout d'abord, que les cartes de robustesse permettent de retrouver l'allure globale de l'image en champ clair : les principaux joints sont visibles (lignes sombres).

Une autre constatation flagrante est que les cartes d'orientations ne restituent pas du tout la finesse de la microstructure observée en champ clair. Ceci est particulièrement visible pour les observations de la microstructure initiale : l'image en champ clair montre la présence d'une multitude de sous-grains de très faibles dimensions, alors que les cartes d'orientations sont composées de zones de couleur quasi uniforme et beaucoup plus larges. Les cartes de désorientations montrent que la plupart des joints visibles en champ clair sont désorientés de moins de  $2^\circ$ . Ces cartes de désorientations montrent, par ailleurs, que le nettoyage effectué n'est pas parfait : un certain bruit est visible au niveau des désorientations comprises entre  $2$  et  $5^\circ$ .

De telles conclusions ont déjà été formulées lors de l'étude de matériaux très déformés [Shigesato and Rauch, 2007] : les joints visibles en champ clair ne sont pas tous détectables par mesure d'orientation. A l'inverse, la présence d'une désorientation mesurée permet de conclure à la présence d'un joint. Cette non réciprocity s'explique notamment par le fait qu'un joint peut être, soit constitué de dislocations d'accommodation géométrique et donc correspondre à une désorientation, soit se composer uniquement de dislocations statistiquement emmagasinées, auquel cas, son vecteur de Burgers global peut s'avérer nul, ne produisant ainsi aucune désorientation.

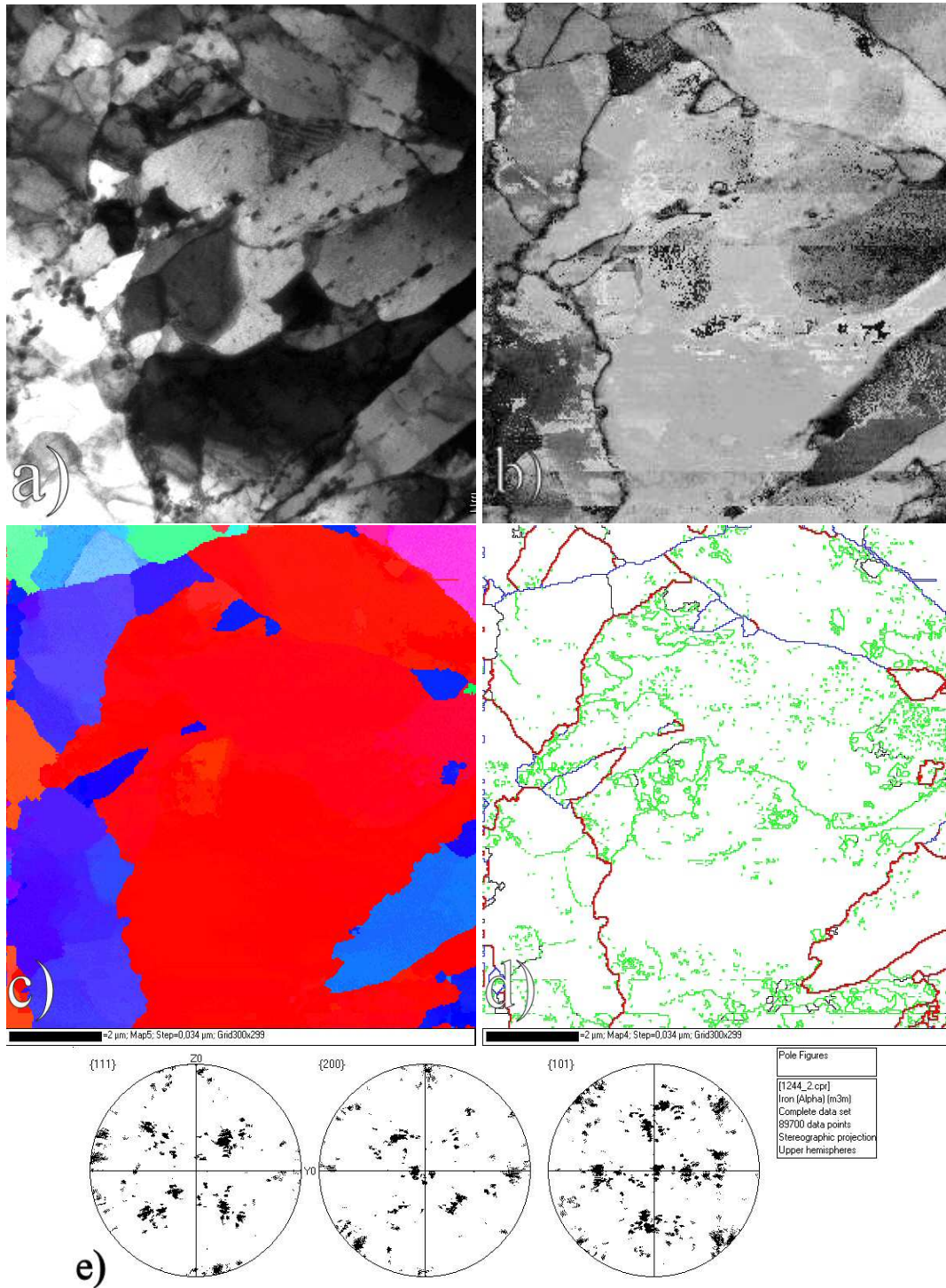
La mesure des désorientations permet donc de remonter à la densité de dislocations d'accommodation géométrique, comme le proposent Shigesato et Rauch [Shigesato and Rauch, 2007], et ce par le biais de la formule suivante :



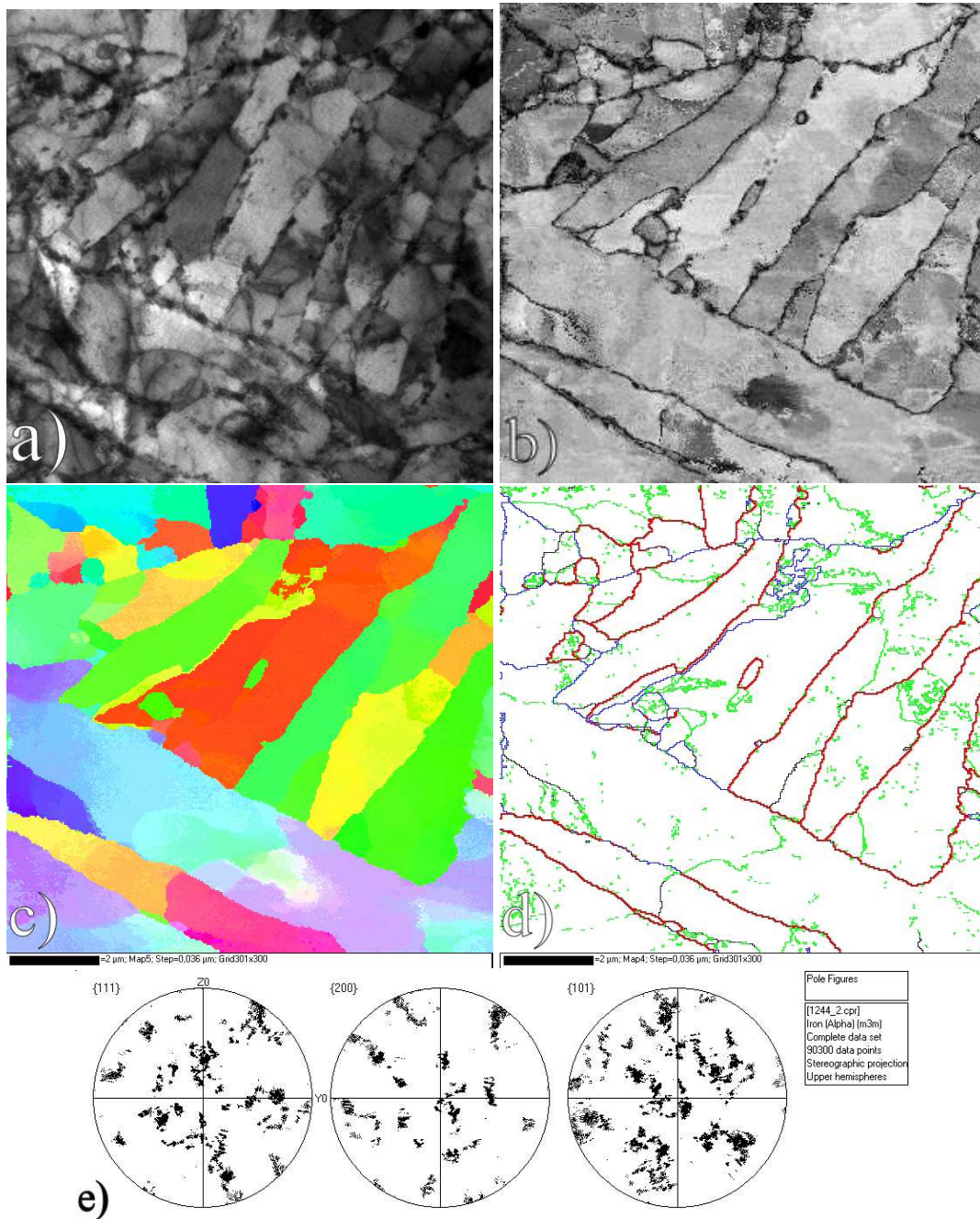
**FIG. 2.79 :** a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone d'une éprouvette soumise à un essai de fatigue-fluage  $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ ,  $\epsilon_{creep} = 0.5\%$  à 550°C.

*Fatigue-fluage des aciers martensitiques à 9-12%Cr*

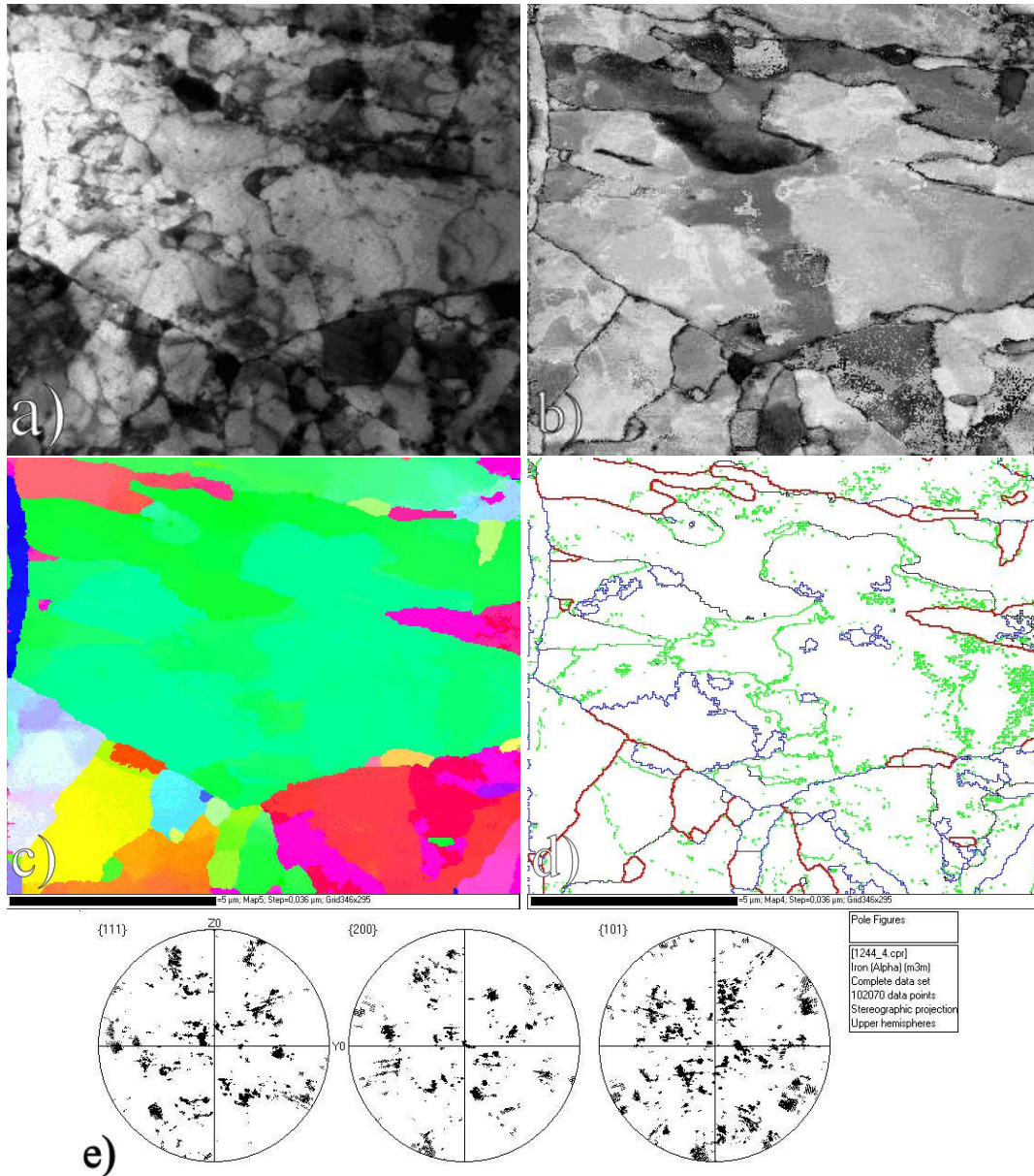




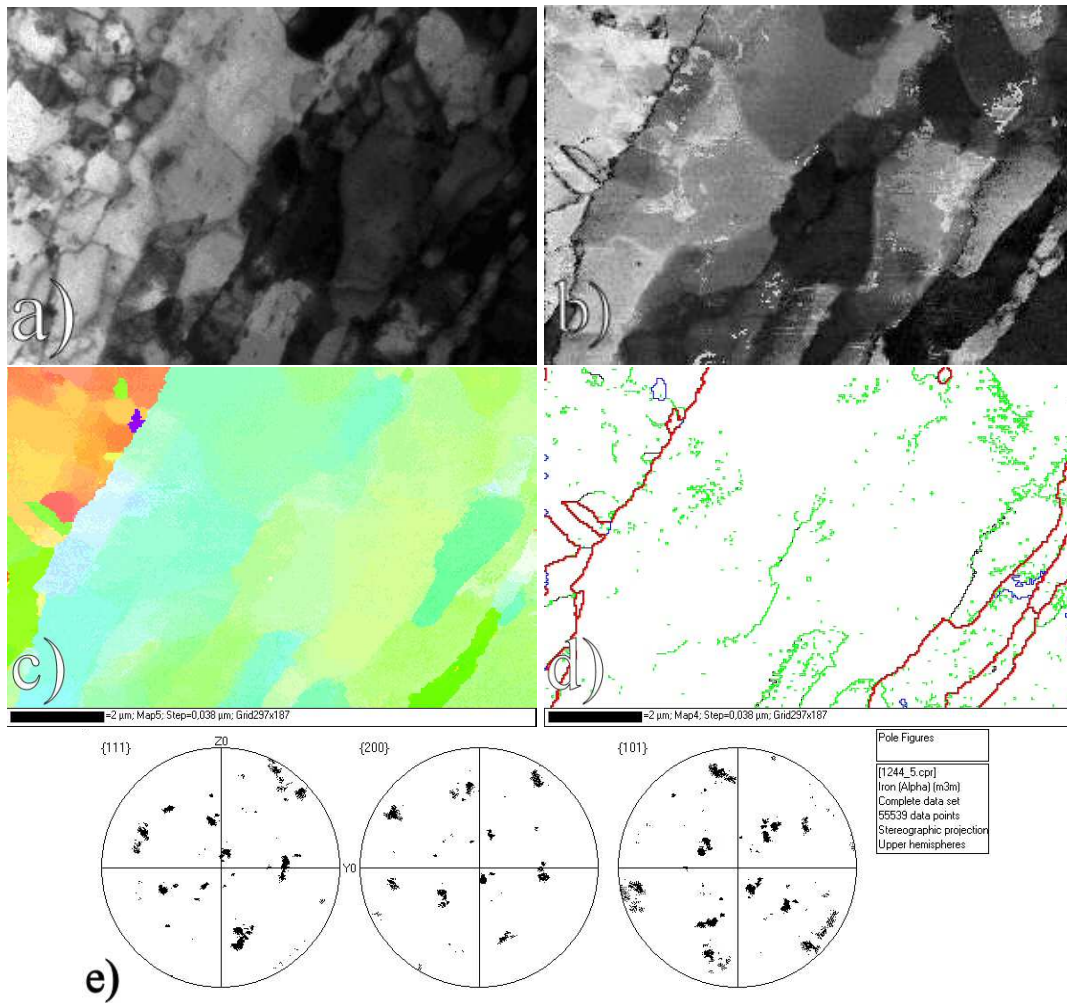
**FIG. 2.80 :** a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone d'une éprouvette soumise à un essai de fatigue-fluage  $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ ,  $\epsilon_{creep} = 0.5\%$  à 550°C.



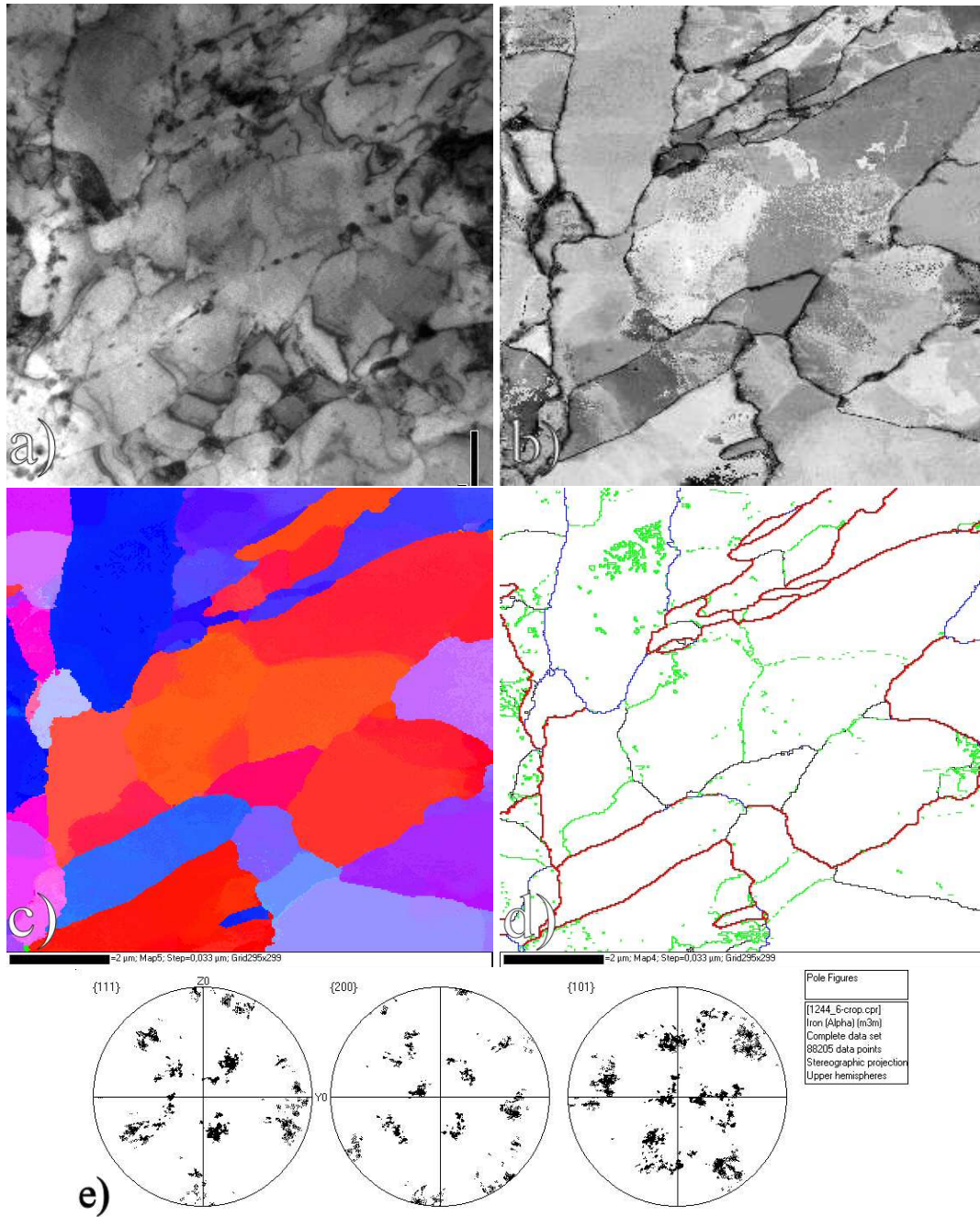
**FIG. 2.81 :** a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone d'une éprouvette soumise à un essai de fatigue-fluage  $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ ,  $\epsilon_{creep} = 0.5\%$  à 550°C.



**FIG. 2.82 :** a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone d'une éprouvette soumise à un essai de fatigue-fluage  $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ ,  $\epsilon_{creep} = 0.5\%$  à 550°C.



**FIG. 2.83 :** a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone d'une éprouvette soumise à un essai de fatigue-fluage  $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ ,  $\epsilon_{creep} = 0.5\%$  à 550°C.



**FIG. 2.84 :** a) Observation au MET, b) carte de robustesse, c) cartographie d'orientations cristallines, d) désorientations de plus de 50°, 10°, 5° et 2° respectivement en rouge, bleu, noir et vert et e) figures de pôles d'une zone d'une éprouvette soumise à un essai de fatigue-fluage  $\Delta\epsilon_f = 0.7\%$ ,  $\epsilon_{creep} = 0.5\%$  à 550°C.

$$\rho = \frac{1}{bN\Delta x} \sum_{\theta=1}^{\theta=10} \theta F(\theta) \quad (2.8)$$

où  $b$  est le vecteur de Bürgers,  $N$  le nombre total de pixels de la cartographie,  $\Delta x$  son pas,  $\theta$  une désorientation et  $F(\theta)$  le nombre de fois où la désorientation  $\theta$  est mesurée sur la cartographie. Les bornes de désorientation proposées (1 et 10°) correspondent d'une part à la précision de mesure et, d'autre part, à la désorientation à partir de laquelle on peut considérer qu'il s'agit d'un joint de bloc. On peut utiliser cette même expression afin d'estimer la densité de dislocations d'accommodation géométrique à partir des mesures EBSD rapportées précédemment, et ce, à l'aide de la désorientation moyenne calculée au sein des blocs détectés.

Ces calculs mènent à des valeurs très dispersées à partir des cartographies obtenues au MET, comme l'illustre le tableau 2.18. Ces dernières ne permettent pas de distinguer les différents états du matériau. On peut, par ailleurs, noter que les mesures obtenues sur MET mènent à des résultats supérieurs d'environ un ordre de grandeur à ceux obtenus en EBSD classique. Ceci provient probablement du fait que la résolution spatiale d'un MEB conventionnel ne permet pas d'appréhender la finesse de la microstructure observée, mais aussi probablement du bruit résiduel (visible par la présence de multiples désorientations comprises entre 2 et 5° sur les figures 2.68 à 2.84) sur les cartographies obtenues au MET. En outre, les valeurs obtenues sont significativement supérieures à celles de la littérature rapportées dans le tableau 1.7. Ceci est à relier au fait que les méthodes usuelles de mesure de la densité de dislocations à partir d'images en champ clair correspondent le plus souvent à la densité de dislocations mobiles et intragranulaires, et non pas aux dislocations géométriquement nécessaires.

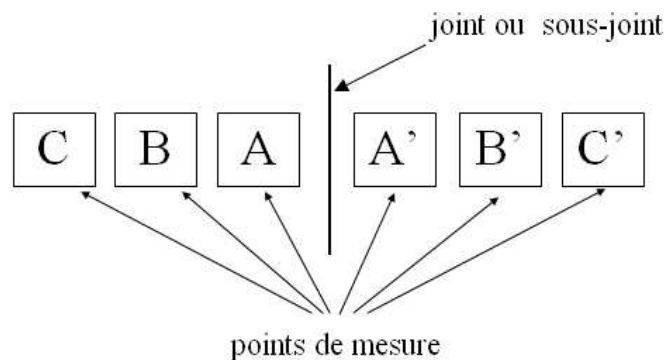
La précision angulaire obtenue avec la présente technique est de l'ordre du degré, on ne peut donc prétendre mesurer des désorientations d'un degré ou moins. Le grossissement microstructural observé en champ clair est lié à la disparition des sous-joints de la microstructure initiale. Les mesures d'orientations cristallines montrent que la plupart de ces derniers sont très faiblement désorientés ( $\theta \leq 1^\circ$ ). Ainsi, cette évolution microstructurale n'apparaît pas dans le calcul des densités de dislocations géométriquement nécessaires.

On peut cependant tenter de détecter la présence de joints sans pour autant être capable de mesurer précisément leur désorientation, c'est du moins le sens des dépouillements qui vont suivre. En effet, du fait de la méthode d'indexation utilisée au MET, quasiment la totalité des points sont désorientés (même faiblement) vis-à-vis de leurs plus proches voisins. Une grande partie de ces désorientations sont uniquement des bruits de mesure. Néanmoins, il est possible qu'une partie d'entre elles correspondent effectivement à un sous-joint visible en champ clair. Afin d'essayer de séparer le bruit des points significatifs, je propose, en première approche, de partir du principe illustré (en unidimensionnel) figure 2.85. Si une désorientation, mesurée entre deux points voisins

Echantillon	moyen de mesure	densité de dislocations ( $m^{-2}$ )
Etat initial	EBSD	$5,5 \cdot 10^{15}$
PF $\Delta \varepsilon_t = 0.6\%$	EBSD	$5,0 \cdot 10^{15}$
RF $\Delta \varepsilon_t = 0.6\%$ $t_m = 30\text{min}$	EBSD	$5,7 \cdot 10^{15}$
CF $\Delta \varepsilon_t = 0.7\%$ $t_m = 30\text{min}$	EBSD	$5,4 \cdot 10^{15}$
Etat initial	MET	$4,4 \cdot 10^{16} \leq \rho \leq 5,3 \cdot 10^{16}$
PF $\Delta \varepsilon_t = 0.3\%$	MET	$1,2 \cdot 10^{16} \leq \rho \leq 2,9 \cdot 10^{16}$
CF $\Delta \varepsilon_t = 0.4\%$ $\varepsilon_{creep} = 0.1\%$	MET	$3,4 \cdot 10^{16} \leq \rho \leq 7,0 \cdot 10^{16}$
CF $\Delta \varepsilon_t = 0.7\%$ $\varepsilon_{creep} = 0.5\%$	MET	$3,6 \cdot 10^{16} \leq \rho \leq 5,7 \cdot 10^{16}$

**TAB. 2.18 :** Densités de dislocations d'accommodation géométrique obtenues à partir des mesures d'orientation cristallographique.

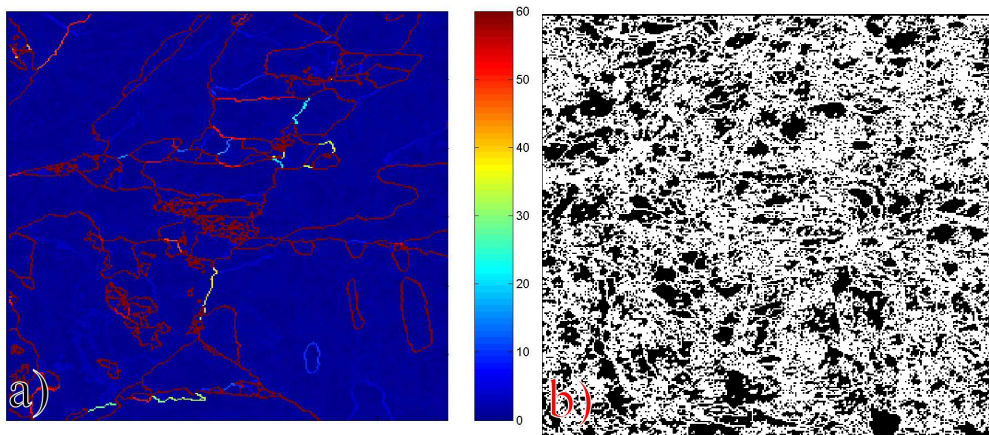
A et A', correspond effectivement à un joint de la microstructure, cette dernière devrait être identique entre les autres points de ces sous-grains, et plus particulièrement entre les points B et B' ainsi qu'entre C et C', etc... Au final, il s'agit de vérifier si la désorientation mesurée présente une "portée" supérieure à un seul pixel. Cette approche est évidemment simpliste et peut être couplée avec des approches plus statistiques (estimation de la dispersion réelle des mesures, estimation de la confiance liée à cette détection en fonction de la portée testée...) ainsi que des techniques d'analyse morphologique. Néanmoins, en première intention, je me contenterai de cette première approche.



**FIG. 2.85 :** Schéma de principe unidimensionnel pour la détection des sous-joints de la microstructure à partir des orientations cristallographiques.

Afin d'illustrer le type de résultat obtenu, la figure 2.86 présente, tout d'abord,

deux cartographies des désorientations locales recalculées indépendamment du logiciel CHANNEL5 (développement de quelques procédures sous MatLab) concernant la zone observée figure 2.69. La figure 2.86.b met en évidence l'ensemble des points ayant une désorientation non nulle. On constate ainsi que, si peu de points ont une désorientation supérieure à 2°, la quasi totalité des points mesurés sont désorientés 2 à 2 (parfois d'une valeur infime). Le post-traitement décrit ci-dessus mène à la figure 2.87. On constate que les points conservés (leur désorientation est jugée significative par le biais du critère décrit figure 2.85) permettent de retrouver l'orientation générale des lattes de martensite visibles en champ clair, comme cela est illustré pour les zones A et B. Des contours de cellules plus équiaxes sont aussi visibles dans la zone C, ce qui correspond bien à la morphologie visible en champ clair.



**FIG. 2.86 :** Cartographies des désorientations locales obtenue à partir de la zone observée figure 2.69 a) la couleur correspond à la valeur de désorientation et b) toutes les désorientations non nulles apparaissent en blanc.

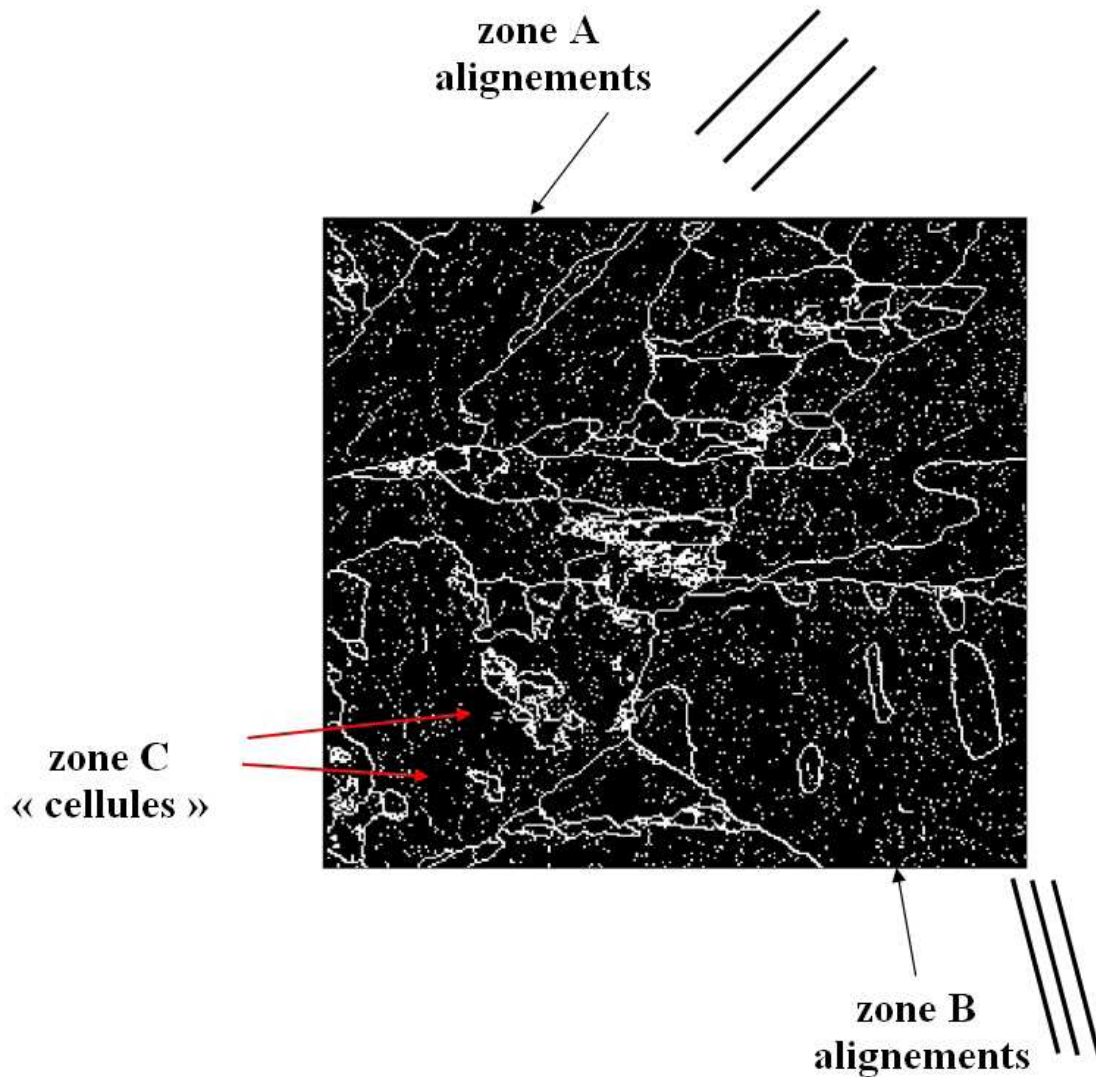
Ces résultats encourageants montrent qu'il est possible, à partir des cartographies d'orientations, de remonter à la position (au moins partiellement) des sous-joints de la microstructure initiale, même si ces derniers sont très faiblement désorientés ( $\theta \leq 1^\circ$ ). Néanmoins, comme les contours obtenus ne sont pas fermés, il n'est pas aisé de mesurer la taille de ces sous-grains. Pour ce faire, et afin d'en comparer les résultats avec l'analyse granulométrique menée précédemment sur les clichés MET en champ clair, on peut s'appuyer sur une analyse de la covariance [Jeuilin, 2002].

Dans le cas d'une image binaire, on note  $A$  et  $A^c$  les deux ensembles composant l'image. Soit  $x$  la coordonnée d'un point situé le long d'une ligne horizontale de cette image et  $h$  un réel positif. Alors on peut définir la covariance  $C$  comme :

$$C(x, x+h) = C(h) = P(x \in A, x+h \in A) \quad (2.9)$$

La covariance est donc la probabilité que deux points distants de  $h$  se situent





**FIG. 2.87** : Exemple de résultat obtenu à l'aide de la procédure d'extraction des désorientations pertinentes. Toutes les désorientations jugées significatives (indépendamment de leur valeur) sont représentées en blanc.

dans la même phase. Lorsque l'on trace  $C$  en fonction  $h$  pour l'une des cartographies d'orientations dont les joints ont été extraits avec la technique précédente, on obtient une courbe caractéristique, dont l'allure est présentée figure 2.88. Il est alors possible d'estimer une taille caractéristique de la phase A comme l'illustre la figure 2.88. Dans le cas qui nous intéresse, la phase étudiée sera composée de tous les points qui ne sont pas détectés comme appartenant à un joint.

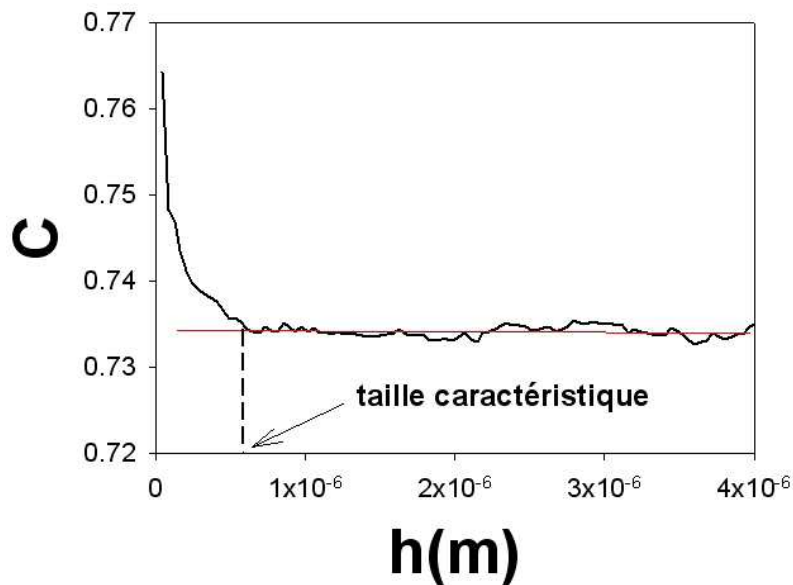


FIG. 2.88 : Allure usuelle de la courbe de covariance et détection d'une taille caractéristique.

Les résultats de cette analyse de covariance pratiquée sur les cartographies d'orientations préalablement traitées sont représentés figure 2.89. On constate que, pour le matériau de référence, la taille caractéristique moyenne est d'environ 330nm, alors que pour les échantillons CF à  $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$  et  $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$  les tailles caractéristiques moyennes obtenues sont respectivement de 640nm et de 1.15 $\mu$ m. Ces résultats sont étonnamment proches des diamètres moyens obtenus par le biais de l'analyse granulométrique faite à partir des clichés en champ clair (tableau 2.14). On constate, par ailleurs, que pour ces trois échantillons, la dispersion des tailles caractéristiques augmente avec le niveau de déformation imposé par cycle. Dans le cas de l'échantillon PF ( $\Delta\epsilon_t = 0.3\%$ ), la moyenne est fortement biaisée par le choix des cartographies. En effet, la plus forte valeur obtenue correspond à la zone observée figure 2.73. Pour cet échantillon, les observations précédentes ont montré l'existence de deux populations distinctes de tailles : les blocs complètement restaurés (très peu nombreux) et des sous-grains indiscernables de ceux de la microstructure initiale. Sur les trois cartographies effectuées pour cet échantillon, l'une d'entre elle (figure 2.73) est centrée sur un de ces blocs restaurés, ce qui est bien supérieur à leur proportion réelle.

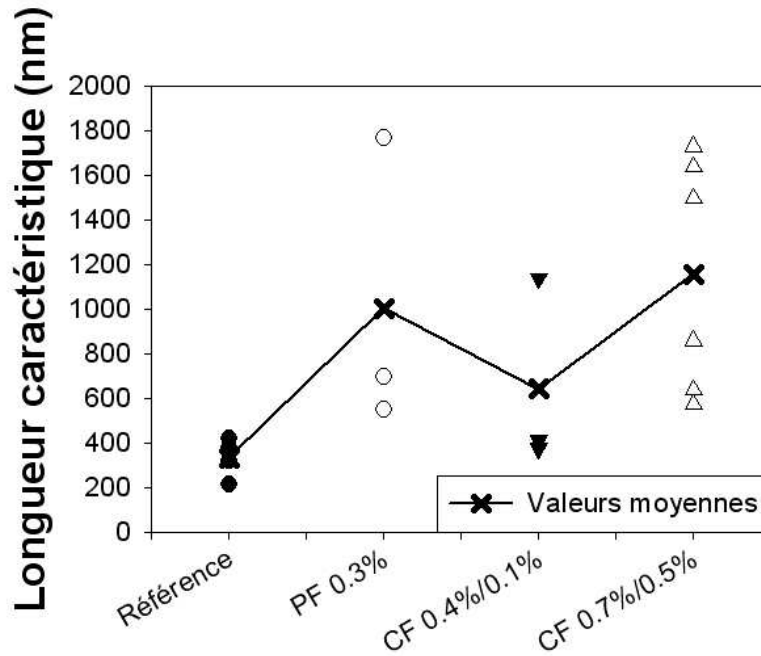


FIG. 2.89 : Dimensions caractéristiques obtenues par analyse de la covariance sur les différents états du matériau.

Enfin, comme dans le cas des mesures EBSD, on peut calculer la valeur maximale du facteur de Schmid pour chaque orientation mesurée. La figure 2.90 présente les cartographies des facteurs de Schmid dans le cas de l'échantillon PF  $\Delta\epsilon_t = 0.3\%$ . Dans la mesure où, lors de cet essai, l'échantillon subit une très faible déformation plastique à chaque cycle, il est probable que seuls certains blocs présentent des systèmes de glissement activés. Ceci permettrait notamment d'expliquer le fait que seule une partie des sous-grains se restaurent. Les résultats de la figure 2.90.b montrent, en effet, que la zone (en bas à gauche) la plus restaurée correspond à un facteur de Schmid extrême (0.5). Les deux autres cartographies (où aucune restauration n'est observable) présentent des facteurs de Schmid globalement plus faibles, même si, localement des sous-grains sont favorablement orientés pour le glissement. Ceci suggère que, outre l'orientation cristallographique du bloc étudié, l'influence de l'orientation des grains voisins est certainement à prendre en compte pour prédire si ce bloc se restaurera ou non [Sauzay, 2007, Man et al., 2002]. Par ailleurs, si les dislocations composant les sous-joints d'un bloc n'appartiennent pas aux systèmes de glissement activés dans ce bloc, il est possible que, même si ce dernier est favorablement orienté pour le glissement, aucune annihilation ne se produise, n'entraînant ainsi aucun grossissement de la microstructure. A l'heure actuelle, trop peu de données sont disponibles pour conclure sur ce point.

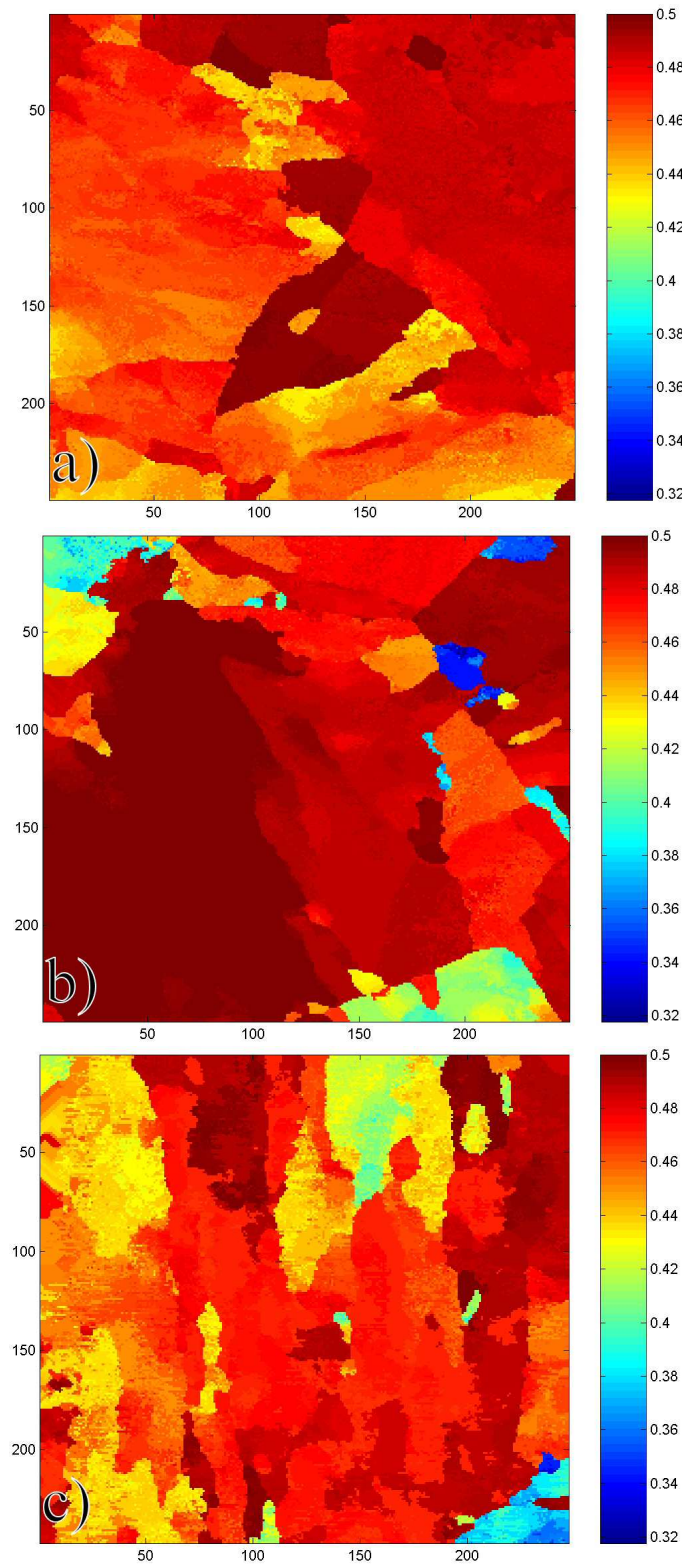


FIG. 2.90 : Valeur maximale du facteur de Schmid pour les zones des figures a) 2.72 et b) 2.73 et c) 2.74.

### 2.3.4 Conclusions de l'étude métallurgique.

L'observation des évolutions microstructurales à l'aide de plusieurs techniques (MET, EBSD,...) a mené aux conclusions suivantes :

- Le grossissement de la microstructure (restauration des sous-grains formés lors de la transformation martensitique et du revenu) a été observé et quantifié dans le cas de sollicitations de type PF, CF et RF.
- A faible niveau de déformation en fatigue pure la microstructure obtenue est fortement hétérogène : quelques gros blocs complètement restaurés et vides de dislocations côtoient des sous-grains aussi fins que ceux de la microstructure initiale.
- En fatigue-fluage le grossissement est plus homogène et d'autant plus prononcé que le niveau de déformation viscoplastique appliquée à chaque cycle est élevé.
- La taille moyenne des sous-grains est multipliée par 3 au plus fort niveau de déformation observé, ce qui est du même ordre que les grossissements rapportés dans la littérature suite à des sollicitations de fluage à 600 et 650°C.
- On peut donc classer les sollicitations en fonction de la vitesse de restauration qu'elles entraînent (de la plus pénalisante à la plus bénigne) :

$$\text{Fatigue-fluage} > \text{Fatigue-relaxation} > \text{Fatigue} > \text{Fluage} > \text{Vieillessement} \quad (2.10)$$

- Ce grossissement microstructural s'accompagne d'une chute de la densité de dislocations mobiles.
- L'étude a aussi mis en évidence le fait que cette restauration ne touche que les joints entre sous-grains et lattes, laissant les joints de blocs intacts. Ceci signifie qu'il existe une microstructure "stabilisée" en termes de taille de sous-grains dont le diamètre est celui des blocs (entre 2 et 3  $\mu\text{m}$ ).
- Il semble donc possible de relier la restauration à la mobilité des dislocations et à des événements d'annihilation. Plus les dislocations sont mobiles au sein d'un bloc (beaucoup de systèmes de glissement activés, phénomènes de glissement dévié ou de montée,...), plus la restauration sera rapide et prononcée au sein de ce dernier.
- Ainsi, les essais de fatigue, et plus encore de fatigue-fluage, semblent être une méthode efficace pour mener des essais accélérés, visant à restaurer la microstructure, afin de pouvoir étudier les propriétés mécaniques pertinentes après de nombreuses années en service. Notons toutefois que seules la taille de sous-grains et la densité de dislocations évoluent, pas l'état de précipitation, comme cela peut être le cas en fluage longue durée.

- Ces essais peuvent aussi être un bon moyen de classer différentes nuances (dans une démarche d'optimisation de microstructure) en fonction de leur stabilité microstructurale. Contrairement à des essais de fluage pour lesquels il faut attendre des années afin de restaurer la microstructure, les essais de fatigue-fluage déstabilisent cette dernière beaucoup plus vite. De ce fait, entre deux nuances, celle qui s'adoucit le moins, est probablement aussi celle dont la microstructure est la plus stable en fluage. Il faut cependant noter que la fatigue-fluage, restant une sollicitation de courte durée, n'entraîne pas d'évolution de l'état de précipitation, alors que ce dernier influence le comportement en fluage à long terme.
- Une nouvelle méthode de mesure d'orientations cristallographiques développée sur MET a permis, à une échelle très fine, d'étudier conjointement le grossissement des sous-grains (les images en champ clair permettent de visualiser ces derniers) et leur orientation.
- Ces mesures montrent que l'immense majorité des sous-grains visibles à l'état initial ne correspond à aucune désorientation mesurable ( $\theta < 1^\circ$ ).
- Malgré l'impossibilité de mesurer la désorientation associée à ces joints, des techniques d'analyse morphologique permettent de remonter à leur présence et ainsi à la taille des sous-grains.

## 2.4 Modélisation.

Les conclusions de l'étude microstructurale montrent qu'il est possible d'expliquer le phénomène d'adoucissement cyclique par l'augmentation de la taille des sous-grains et la chute de la densité de dislocations. Afin de modéliser cet adoucissement, une démarche micromécanique est mise en oeuvre. Le choix de ce type de modèle s'explique par notre volonté d'asseoir, sur les bases les plus fiables, les extrapolations du comportement mécanique observé en laboratoire aux sollicitations en service. D'autres approches plus macroscopiques [Lemaitre and Chaboche, 1987, Koo and Lee, 2007] fourniraient très certainement une excellente approximation du comportement mesuré. Même s'il est fréquemment possible d'interpréter physiquement les multiples paramètres des modèles en question, extrapoler hors de la base de mesure reste une démarche hasardeuse. De ce fait, la modélisation présentée dans les paragraphes qui suivent se fera par une approche de type micromécanique. Dans un premier temps, un phénomène microscopique, permettant d'expliquer le grossissement microstructural, est proposé et modélisé à l'échelle des systèmes de glissement. Le comportement macroscopique est ensuite obtenu par homogénéisation des contraintes et déformations calculées dans chaque grain (dans notre cas dans chaque bloc) du polycristal simulé.

### 2.4.1 Hypothèses et phénomène microstructural retenu.

La première étape de cette modélisation consiste à identifier le(s) mécanisme(s) responsable(s) du comportement mesuré. Les observations effectuées ont permis de relier l'adoucissement sous sollicitations cycliques à l'évolution de la microstructure (grossissement des sous-grains, chute de la densité de dislocations). Ce grossissement de la microstructure est d'autant plus prononcé que la déformation viscoplastique imposée est élevée. C'est donc bien le mouvement des dislocations qui est à l'origine de l'évolution microstructurale. Dans la mesure où une température élevée accélère et accentue l'adoucissement, il est aussi fort probable que des phénomènes thermiquement activés (glissement dévié, montée) entrent en jeu. Cependant, en première approche, seul le glissement des dislocations sera pris en compte, l'importance des phénomènes de montée et de glissement dévié sera discutée ultérieurement.

Sur la base de ces constatations nous proposons donc un mécanisme d'annihilation des joints de sous-grains (joints de faible désorientation) par interaction avec les dislocations mobiles [Sauzay et al., 2005]. Considérons que les joints de faible désorientation sont composés d'un arrangement de dislocations comme le suggèrent Read et Shockley [Read and Shockley, 1950, Sutton, 1998]. Dans le cas d'un joint tilt, l'une des représentations usuelles consiste en un alignement de dislocations coins parallèles (figure 2.91.a). Le mécanisme proposé est la disparition progressive de ces joints de faible désorientation par annihilation avec les dislocations mobiles, glissant du fait de la déformation (visco) plastique imposée. On peut ainsi évaluer l'évolution de la microstructure en calculant la densité de dislocations composant ce sous-joint. Cette dernière est reliée à la désorientation  $\theta$  (en radians) du sous-joint par l'équation :

$$\theta = b\Lambda \quad (2.11)$$

où  $b$  est la norme du vecteur de Burgers,  $\Lambda$  la densité linéique de dislocations du sous-joint (le nombre de dislocations comprises dans un joint d'un mètre de long). Le mécanisme d'annihilation entre dislocations coins (vis) peut se produire si deux dislocations appartenant à des plans parallèles et de signes opposés s'approchent à une distance inférieure à leur distance d'annihilation  $y_e \approx 4nm$  (pour les dislocations coins) pour un acier austénitique à 550°C [Catalao et al., 2005] ( $y_s = 50nm$  pour les dislocations vis [Essmann and Mughrabi, 1979, Differt and Essmann, 1993] pour le cuivre à température ambiante). Pour quantifier la vitesse d'annihilation des dislocations situées au sein des joints, il faut maintenant considérer la fréquence de ces phénomènes d'annihilation et la relier au glissement des dislocations mobiles.

Lors du premier cycle de chargement, pour qu'une dislocation mobile (située dans le sous-grain A : figure 2.91.b) puisse s'annihiler avec une dislocation du sous-joint, il faut qu'elle se situe initialement dans une boîte de taille  $V$  définie par :

$$V = v \times \frac{\Delta t}{2} \times 2y_e \quad (2.12)$$

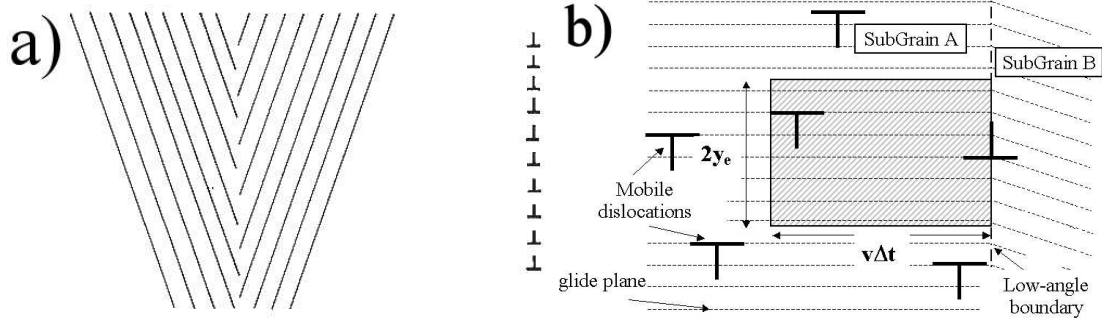


FIG. 2.91 : Schéma a) d'un joint tilt modélisé par des dislocations coins et b) du mécanisme d'annihilation des sous-joints par interaction avec les dislocations mobiles.

avec  $v$  la vitesse de glissement des dislocations,  $\frac{\Delta t}{2}$  la durée d'un demi cycle de fatigue et  $y_e$  la distance d'annihilation des dislocations coins (la même équation reste valide pour des dislocations vis en remplaçant  $y_e$  par  $y_s$ ). Le même mécanisme se produit dans le sous-grain B durant l'autre moitié du cycle de fatigue. La variation de densité de dislocations au sein du sous-joint en question au cours du premier cycle de fatigue peut donc s'écrire :

$$\Delta\Lambda = -2(v\Delta t y_e) \frac{\rho_m}{4} \Lambda \quad (2.13)$$

où  $\rho_m$  est la densité de dislocations mobiles, le facteur  $\frac{1}{4}$  provenant du fait qu'il ne faut considérer que les dislocations coins (en première approche on pourra supposer que  $\rho_m$  est initialement constituée d'autant de vis que de coins) et seulement la moitié d'entre elles (celles de signe opposé aux dislocations contenues dans le sous-joint). La loi d'Orowan permet de relier  $v$  à la vitesse de glissement plastique  $\dot{\gamma}_p$  sur le système considéré par la relation :

$$\dot{\gamma}_p = \rho_m v b \quad (2.14)$$

Ceci permet donc d'exprimer la variation de la densité de dislocations contenues au sein des sous-joints en fonction du chargement mécanique ( $\Delta\gamma_p$ ) et de paramètres microstructuraux  $b$ ,  $y_e$  (ou  $y_s$ ) et  $\Lambda$  :

$$\Delta\Lambda = -\frac{\Delta\gamma_p y_e}{2b} \Lambda \quad (2.15)$$

avec  $P_1 = \frac{\Delta\gamma_p y_e}{2b}$  qui n'est autre que la probabilité, pour une dislocation du sous-joint, d'être annihilée lors du premier cycle. La formule 2.15 montre qu'il est donc nécessaire de prendre en compte la quantité de glissement plastique de chaque système de glissement, et ce pour chaque orientation cristallographique. Ceci est possible par le biais de calculs par éléments finis sur de gros agrégats polycristallins ou peut être approché par une démarche d'homogénéisation. Cette dernière solution est, de loin, la moins coûteuse en temps de calcul. Avant le recours à ces méthodes, une première formulation analytique a été proposée afin d'obtenir une première estimation de l'adoucissement cyclique à



comparer aux mesures expérimentales (et donc vérifier que le mécanisme microstructural décrit ci-dessus est pertinent) [Sauzay et al., 2005, Fournier et al., 2005].

### 2.4.2 Formulation analytique.

Le mécanisme d'annihilation et sa cinétique ont été décrits lors du premier cycle de chargement. Cependant, si l'on suppose que le phénomène de glissement plastique est parfaitement réversible (les dislocations ne glissent que sur leur plan de glissement initial et retrouvent exactement la même position à la fin de chaque cycle), alors les dislocations de sous-joints non annihilées lors de ce premier cycle ne le seront jamais. Le fait que l'adoucissement cyclique soit un phénomène continu, ainsi que les multiples sources d'irréversibilité (glissement dévié, montée de dislocations, production de dislocations, formation de dipôles,...) suggèrent que cette hypothèse est beaucoup trop restrictive.

De manière aussi extrême, mais diamétralement opposée, on peut supposer que l'irréversibilité du glissement est totale : aucune des dislocations mobiles ne retrouve, à la fin d'un cycle, la position initiale qu'elle avait au début de ce dernier. Ceci signifie qu'entre deux cycles, l'ensemble des dislocations mobiles sont complètement redistribuées au sein des sous-grains. Cette hypothèse mène au fait que l'équation 2.15 reste valide, à chaque cycle, tout au long de la durée de vie. Pour une dislocation de sous-joint donnée, sa probabilité d'être annihilée au cours d'un cycle est parfaitement indépendante de celle d'être annihilée au cours des cycles précédents. De ce fait, on peut exprimer la probabilité d'annihilation au cycle  $N$  :

$$P_N = \sum_{i=1}^{i=N} P_i = N \times \frac{\Delta\gamma_p y_e}{2b} \quad (2.16)$$

On obtient alors l'expression de la densité linéique de dislocations composant un sous-joints :

$$\Lambda(N, \Delta\gamma_p) = \Lambda_0 \exp\left(-N \times \frac{\Delta\gamma_p y_e}{2b}\right) \quad (2.17)$$

avec  $\Lambda_0$  la densité de dislocations initialement contenues dans le sous-joint.

Il est évident que cette hypothèse de redistribution complète est abusive, même s'il n'existe aucun doute quant au fait qu'elle joue un rôle. Plusieurs tentatives ont été proposées afin de quantifier cette redistribution spatiale, notamment par le biais de la prise en compte du phénomène de montée de dislocations coins [Fournier et al., 2005, Sauzay et al., 2007]. Si l'on considère que la montée contrôle cette redistribution spatiale, il est possible de recalculer une probabilité d'annihilation à chaque cycle directement liée à la vitesse de montée des dislocations coins. Néanmoins, le glissement dévié des dislocations vis reste plus difficile à prendre en compte, alors que, comme nous le verrons par la suite,

du fait de leur plus grande distance d'annihilation ainsi que de leur mobilité accrue (les dislocations vis peuvent glisser sur 6 systèmes dans un métal de structure cubique centrée (bcc), au lieu d'un seul pour les dislocations coins), les phénomènes d'annihilation proviennent essentiellement de ces dernières. Je ne détaillerai donc pas davantage la prise en compte explicite des phénomènes de montée (et de glissement dévié) et me contenterai, en première approche, de considérer l'hypothèse de redistribution spatiale complète menant à l'équation 2.17.

Dans la mesure où la prise en compte individuelle de chaque système de glissement (pour chaque orientation cristalline) est incompatible avec une formulation analytique simple, il nous faut faire des hypothèses simplificatrices pour utiliser l'équation 2.17. Celle-ci est en effet valable pour les dislocations mobiles se situant sur un système de glissement actif et contenant les dislocations situées au sein du sous-joint considéré. Comme cela est mentionné lors du premier chapitre, la structure cristallographique de la martensite des aciers à 9-12%Cr est très proche d'une structure cubique centrée (bcc). On peut donc considérer les deux familles de systèmes de glissement les plus favorables (plans  $\{110\}$  et  $\{112\}$  et directions  $\langle 111 \rangle$ ), soit 24 systèmes de glissement au total. Seuls certains d'entre eux sont activés au sein de chaque bloc du matériau. Il est en outre évident que ce nombre varie en fonction de l'orientation cristalline. Cette hétérogénéité ne peut être appréhendée que par des approches beaucoup plus fines qu'une simple formulation analytique et je me contenterai donc, dans un premier temps, des deux schémas d'homogénéisation les plus simples : le modèle de Taylor [Taylor, 1938] et le modèle de Sachs [Sachs, 1928]. Le modèle de Taylor a pour corollaire que, dans chaque grain, 5 systèmes de glissement sont activés, alors que dans le modèle de Sachs seul un système de glissement est activé. La réalité physique se situe probablement entre les deux, selon le niveau de déformation appliquée, et il est raisonnable de considérer que ces deux modèles simples vont nous permettre de borner le comportement réel.

Parmi ces  $w$  systèmes activés par grain ( $w = 1$  pour Sachs et  $w = 5$  pour Taylor) il nous faut maintenant considérer la probabilité qu'un ou plusieurs d'entre eux contiennent des dislocations susceptibles de s'annihiler avec le sous-joint que nous étudions. Je note  $u$  le nombre de systèmes de glissement contenant des dislocations parallèles aux dislocations du sous-joint ( $u = 1$  pour les dislocations coins et  $u = 6$  pour les dislocations vis). Enfin,  $w'$  désigne le nombre de systèmes de glissement qui sont activés et qui contiennent des dislocations pouvant s'annihiler avec celles du sous-joint. On peut alors calculer la probabilité d'avoir  $w'$  systèmes au sein d'un grain donné par la formule :

$$P_{w'} = \frac{C_u^{w'} C_{24-u}^{w-w'}}{C_{24}^w} \quad \text{avec} \quad C_n^p = \frac{n!}{p!(n-p)!} \quad \text{et} \quad 0 \leq w' \leq \min(u, w) \quad (2.18)$$

avec  $C_n^p$  le nombre de possibilités de choisir  $p$  systèmes parmi les  $n$  possibles. Comme le glissement plastique est réparti sur les  $w$  systèmes activés par grain, et si l'on considère qu'il y a autant de dislocations vis que de dislocations coins (aussi bien au sein de la

matrice que dans les joints), on peut exprimer la densité linéique de dislocations au sein d'un sous-joint au cycle  $N$  par la formule suivante :

$$\frac{\Lambda(N, \Delta\gamma_p, w)}{\Lambda_0} = \frac{1}{2} \left[ \sum_{w'=0}^{\min(u,w)} P_{w'}^{edge} \exp\left(-\frac{w' \Delta\epsilon_p M y_e N}{2bw}\right) \right] + \frac{1}{2} \left[ \sum_{w'=0}^{\min(u,w)} P_{w'}^{screw} \exp\left(-\frac{w' \Delta\epsilon_p M y_s N}{2bw}\right) \right] \quad (2.19)$$

Avec

$$\Delta\gamma_p = \frac{M \Delta\epsilon_p}{w} \quad (2.20)$$

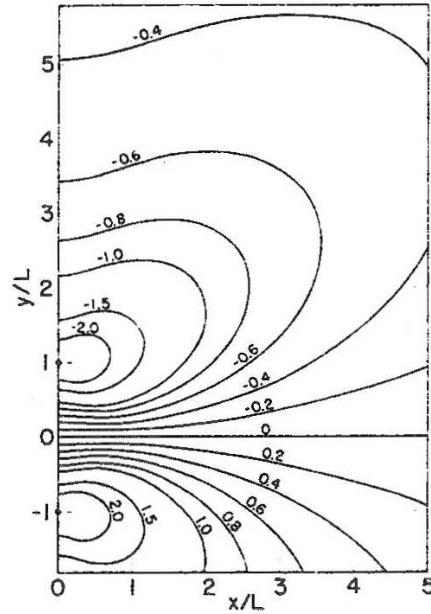
où  $\Delta\epsilon_p$  est l'amplitude de déformation plastique mesurée macroscopiquement et  $M$  le facteur de Taylor ( $M \approx 2.90$ ) ou de Sachs ( $M \approx 2.17$ ) dans les alliages cubiques centrés. Il s'agit donc ici de versions simplifiées des modèles de Sachs et Taylor. En première approximation, on pourra considérer que la taille des sous-grains est proportionnelle à leur désorientation et, de ce fait, écrire l'évolution de leur diamètre  $d$  comme suit :

$$d(N, \Delta\gamma_p, w) = \frac{d_{initial} - d_{final}}{\theta_{initial}} \times \theta(N, \Delta\gamma_p, w) + d_{final} \quad (2.21)$$

Avec  $d_{final}$  le diamètre moyen des blocs de lattes (en effet les observations ont montré que ces derniers étaient intacts après sollicitation et que la taille des sous-grains pouvait donc croître au maximum jusqu'à la taille de bloc).  $d_{initial}$  et  $\theta_{initial}$  sont respectivement le diamètre des sous-grains et la désorientation des sous-joints à l'état initial du matériau. Il est indéniable qu'il s'agit là d'une approximation assez inélégante. Une méthode plus fine, basée sur des tirages Monte Carlo a été développée et publiée dans [Fournier et al., 2005]. Cette dernière permet de tirer aléatoirement la valeur des désorientations et tailles de sous-grains initiales, ainsi que le nombre de systèmes de glissement activés (en fonction des probabilités exprimées à l'équation 2.18). Cette méthodologie permet en outre de faire disparaître individuellement chaque sous-joint si sa désorientation devient inférieure à une valeur critique. Tous les détails peuvent être trouvés dans [Fournier et al., 2005].

Nous avons donc réussi à mettre en équations le grossissement de la microstructure, reste à traduire ce grossissement en termes de comportement mécanique. L'étude des boucles d'hysteresis mesurées expérimentalement montrait que l'adoucissement est principalement dû à une chute de contrainte cinématique. Comme le mentionnait le premier chapitre, de telles contraintes sont induites par des sous-joints et ce, à longue portée, comme l'illustre la figure 2.92.

On peut alors exprimer la contrainte minimale  $x$  que doit subir un sous-joint de désorientation  $\theta$  pour qu'une dislocation puisse le franchir au sein d'un grain de diamètre  $d$  [Li, 1963], et ainsi obtenir une estimation de la contrainte cinématique locale :



**FIG. 2.92 :** Champ de contrainte normale  $\sigma_{xx}$  produite par un mur de dislocations situé entre -1 et 1 sur l'axe des ordonnées. L'unité de contrainte est  $\frac{\mu b}{2\pi(1-\nu)h}$  avec  $h$  la distance entre les dislocations du mur [Li, 1960].

$$x = x_0 + \frac{\mu}{1-\nu} \sqrt{\frac{0.45\theta b}{2\pi d}} \quad (2.22)$$

avec  $\mu$  le module de cisaillement,  $\nu$  le coefficient de Poisson et  $x_0$  une contrainte cinématique due à d'autres obstacles. On pourra, dans un premier temps, évaluer  $x_0$  comme étant la contrainte cinématique liée aux joints entre blocs de lattes. Comme nous avons pu le voir grâce à l'étude EBSD, ces joints présentent des désorientations prédites par la relation de Kurdjumov-Sachs, mais aussi une partie d'entre eux présentent des désorientations parfaitement aléatoires. De ce fait, on considérera que la désorientation moyenne entre bloc  $\theta_{bloc}$  est d'environ  $30^\circ$ , ce qui nous permet d'exprimer la contrainte cinématique locale par :

$$x = \frac{\mu}{1-\nu} \left( \left( 1 - \left( \frac{d}{d_{bloc}} \right)^3 \right) \sqrt{\frac{0.45\theta b}{2\pi d}} + \left( \frac{d}{d_{bloc}} \right)^3 \sqrt{\frac{0.45\theta_{bloc} b}{2\pi d}} \right) \quad (2.23)$$

Les coefficients  $\left( 1 - \left( \frac{d}{d_{bloc}} \right)^3 \right)$  et  $\left( \frac{d}{d_{bloc}} \right)^3$  permettent, par une règle des mélanges classique, de prendre en compte la proportion de contrainte due aux sous-joints et celle due aux joints entre blocs<sup>7</sup>. Au final on obtient une estimation de la contrainte cinématique macroscopique  $X$  à l'aide du facteur de Taylor (ou de Sachs) tel que :

<sup>7</sup>Ces coefficients sont une approximation utilisée ici en première approche, car c'est bien la surface de

$$X = Mx \quad (2.24)$$

### 2.4.3 Modèle polycristallin.

Comme nous avons pu le mettre en évidence en EBSD ou à l'aide des cartographies d'orientations MET, l'orientation cristalline de chaque grain (mais aussi probablement celle de ses voisins) est un facteur déterminant dans le phénomène de grossissement de la microstructure, et ce, tout particulièrement à faible niveau de déformation. En effet, les observations ont montré qu'à  $\Delta\varepsilon_t = 0.3\%$  en PF, ce grossissement était hétérogène (seuls quelques sous-grains grossissent). Ces résultats laissent supposer que seuls les blocs (ou grains) les mieux orientés (on peut aussi considérer un facteur de Schmid effectif prenant en compte l'élasticité cristalline et l'orientation des plus proches voisins [Sauzay, 2007]) pour le glissement entreront en plasticité et mèneront donc à la disparition des sous-joints de la microstructure. Le modèle analytique présenté ci-dessus ne peut, évidemment, rendre compte de phénomènes aussi fins.

Outre ces effets d'orientation cristallographique, plusieurs autres phénomènes, comme la chute de la densité de dislocations, mais aussi l'évolution de la déformation viscoplastique appliquée à chaque cycle (celle-ci est une donnée d'entrée du modèle analytique, il faut donc la connaître a priori alors qu'elle évolue au fil des cycles) ne sont pas pris en compte dans la formulation précédente.

Si les modèles macroscopiques usuels (les contraintes sont réparties en une partie isotrope, visqueuse et cinématique à l'échelle de l'éprouvette, mais pas à celle du grain ou des systèmes de glissements [Lemaître and Chaboche, 1987]), ne permettent pas de prendre directement en compte de tels effets, certains auteurs [Tabourot et al., 1998] proposent de déduire les paramètres de tels modèles macroscopiques par le biais de calculs à une échelle plus fine. Ce type de démarche s'inscrit dans la volonté de garder le formalisme simple (et les temps de calculs courts) des modèles macroscopiques tout en les fondant le plus physiquement possible à l'échelle des dislocations. De telles approches, qui assoient la modélisation du comportement sur la compréhension des mécanismes physiques de déformation, doivent notamment beaucoup au travail de Kocks [Kocks, 1975, Kocks and Mecking, 2003] et ont depuis largement été utilisées [Sedlacek and Blum, 2002, Velay et al., 2006, Yoshida, 2000, Zhou et al., 2005]. Il s'agit là de méthodes efficaces dans le sens où elles reproduisent généralement très bien le comportement macroscopique sur lequel elles ont été identifiées. Cependant, la question de la transition d'échelle entre les phénomènes microstructuraux et le comportement macroscopique fait rarement l'objet d'un formalisme rigoureux.

---

joints de blocs et de sous-grains (et pas le diamètre des sous-grains) qui est ici pertinente pour écrire une règle des mélanges.

Plus récemment, l'accélération des vitesses des processeurs et l'avènement des clusters de PC ont permis de mettre au point des modèles numériques jusqu'à lors trop coûteux en temps de calcul. Il s'agit des calculs par éléments finis sur agrégats polycristallins [Cailletaud et al., 2003, Fivel and Forest, 2004a, Fivel and Forest, 2004b, Barbe et al., 2001, Clayton and McDowell, 2004]. Ces derniers permettent de prendre en compte l'orientation cristalline ainsi que l'influence des grains voisins et les effets de géométrie (taille et forme des grains). Dans ces approches, chaque grain se voit attribuer une orientation cristallographique. Les contraintes et déformations sont ensuite calculées à l'aide de lois de comportement exprimées à l'échelle des systèmes de glissement. Le comportement macroscopique étant au final approché par le comportement de l'ensemble de l'agrégat (si tant est que ce dernier soit assez grand pour être représentatif). De telles approches ont l'énorme intérêt de permettre la prise en compte, non pas uniquement des paramètres microstructuraux moyens (taille de grain, densité de dislocations,...), mais bien de la distribution statistique de ces derniers. De telles considérations sont notamment primordiales dans l'étude de l'endommagement, fréquemment lié à l'occurrence de phénomènes extrêmes (plus gros défaut, plus forte contrainte principale,...) [Rousselier and Leclercq, 2006, Diard et al., 2005, Diard et al., 2002, Evers et al., 2004]. De manière générale, ce type de modélisation offre des possibilités uniques, mais reste prohibitif en termes de temps de calcul, surtout dans une phase de modélisation initiale, où l'obtention du comportement macroscopique est le premier objectif, l'étude des phénomènes locaux, possible par le biais de calculs d'agrégats, étant secondaire.

De ce fait, nous avons choisi d'utiliser une démarche d'homogénéisation permettant une transition d'échelle entre les phénomènes microscopiques (à l'échelle des systèmes de glissement) et le comportement macroscopique. Les principes généraux de ces démarches d'homogénéisation, ainsi que leur application au cas de la déformation (visco)plastique sont détaillés dans plusieurs ouvrages et articles de référence [Bornert et al., 2000, Berveiller and Zaoui, 1997, Besson et al., 2001]. L'homogénéisation représente un vaste domaine d'étude et donne lieu à l'expression de modèles extrêmement élaborés et fins. Néanmoins, il s'avère qu'en termes d'applications pratiques, les modèles les plus simples (comme le modèle de Taylor évoqué précédemment) s'avèrent être les plus utilisés. Outre leur simplicité et malgré les fortes hypothèses sur lesquels ils sont basés, il se trouve que ces schémas d'homogénéisation offrent souvent de bonnes performances [Peeters et al., 2002, Butler and McDowell, 1998] et permettent de reproduire de nombreux comportements. Dans le cas des polycristaux, l'un des schémas plus avancés de transition d'échelle fréquemment mis en oeuvre est celui des modèles dit auto-cohérents. La qualité de cette approximation a d'ailleurs été vérifiée par comparaison avec des calculs numériques complets (par transformation de Fourier rapide) [Lebensohn et al., 2004]. Il existe de nombreuses variantes sur le principe du modèle autocohérent [Berveiller and Zaoui, 1979, Berbenni et al., 2004, Berbenni et al., 2007] et je me contenterai de signaler que nous avons fait le choix des modèles dits "en Beta" initialement proposés par Cailletaud et Pilvin [Cailletaud, 1992, Pilvin, 1994, Pilvin and Geyer, 1997]. Ces modèles ayant été spécifiquement conçus pour une

application aux chargements cycliques, leur utilisation dans le cas présent semble toute indiquée. Je signalerai, sans développer davantage, que les schémas de Lin-Taylor, Kröner, Berveiller-Zaoui ainsi que le modèle statique ont aussi été implémentés à titre de comparaison.

Les équations qui suivent ont été implémentées sous le logiciel SiDoLo développé par Ph. Pilvin. Les exposants  $s$  et  $g$  désignent des variables s'appliquant respectivement à un système de glissement et à un grain. Les tenseurs d'ordre 1 et 2 sont notés  $\underline{\underline{A}}$  et  $\underline{\underline{A}}$ . Les caractères en gras désignent les variables macroscopiques. Dans le cas d'un matériau polycristallin et d'un modèle auto-cohérent, chaque bloc est considéré comme une phase et je note  $\mathcal{G}$  l'ensemble des blocs.

Dans le modèle de Cailletaud-Pilvin, la loi de concentration s'exprime :

$$\underline{\underline{\sigma}}^g = \underline{\underline{\Sigma}} + 2\mu(1 - \beta_{KRONER})(\underline{\underline{B}} - \underline{\underline{\beta}}^g) \quad \text{avec} \quad \underline{\underline{B}} = \sum_{g \in \mathcal{G}} f^g \underline{\underline{\beta}}^g \quad \text{et} \quad \beta_{KRONER} = \frac{2(4 - 5\nu)}{15(1 - \nu)} \quad (2.25)$$

où  $\underline{\underline{\Sigma}}$  et  $\underline{\underline{\sigma}}^g$  sont respectivement le tenseur des contraintes macroscopiques et celui du grain  $g$ .  $f^g$  est la fraction volumique de la phase  $g$  et  $\mu$  le module de cisaillement.  $\underline{\underline{B}}$  est le tenseur d'accommodation intergranulaire macroscopique et  $\underline{\underline{\beta}}^g$  celui du grain  $g$ .

Je note  $\tau^s$  la cission résolue sur le système  $s$ , cette dernière est exprimée par :

$$\tau^s = \underline{\underline{\sigma}}_g : (\underline{\underline{m}}^s \otimes \underline{\underline{n}}^s) \quad (2.26)$$

avec  $\underline{\underline{m}}^s$  and  $\underline{\underline{n}}^s$  la direction de glissement et la normale au plan de glissement du système  $s$ . La cission résolue critique (nécessaire pour entraîner un glissement plastique) est reliée à la densité de dislocations mobiles (vis  $\rho_{ms}^s$  et coins  $\rho_{me}^s$ ) par l'équation :

$$\tau_c^s = \tau_0 + \mu\sqrt{b} \sqrt{\sum_{j \in [1:24]} h_{sj}(b\rho_{me}^j + b\rho_{ms}^j)} \quad (2.27)$$

Dans l'équation 2.27,  $h_{sj}$  désigne le terme de la matrice d'écrouissage qui correspond à l'interaction entre les dislocations du système  $s$  et celles du système  $j$ . Cette matrice, relativement bien connue dans le cas des métaux à structure cubique faces centrées, reste moins bien définie dans le cas des métaux cubiques centrés. Il s'agit d'une matrice de dimension  $24 \times 24$ , les symétries multiples menant à un nombre de coefficients bien inférieur à  $24^2$ . Diverses formulations sont proposées, dont celle de Hoc et Forest [Hoc and Forest, 2001, Zeghadi, 2005]. L'un des moyens les plus rigoureux de définir ces matrices d'interaction est d'utiliser des calculs de dynamique des dislocations discrètes (DDD). Ce type de travaux a notamment été entrepris par R. Madec [Madec and Kubin, 2004a, Madec and Kubin, 2004b].

En première approche, nous avons choisi une expression très simple de cette matrice afin de limiter le nombre de coefficients à identifier. Dans la présente modélisation la matrice d'interaction est définie par :

$$\begin{cases} h_{ij} = h_0 & \text{si } i = j \\ h_{ij} = h_1 & \text{si } i \neq j \end{cases} \quad (2.28)$$

où  $h_0$  et  $h_1$  sont deux paramètres matériaux caractérisant respectivement l'auto-écrouissage et l'écrouissage latent.

Le glissement viscoplastique sur le système  $s$  est conditionné à l'existence d'une contrainte effective  $A^s$  positive, cette dernière étant définie par l'équation suivante :

$$A^s = |\tau^s - x| - \tau_c^s \quad (2.29)$$

Les glissements viscoplastiques  $\dot{\gamma}^s$  s'expriment alors :

$$\dot{\gamma}_e^s = \rho_{me}^s C_0 \exp\left(\frac{-Q}{kT}\right) \sinh\left(\frac{VA^s}{kT}\right) \quad (2.30)$$

$$\dot{\gamma}_s^s = \left(\sum_{\omega \in \Omega} \rho_{ms}^\omega\right) C_0 \exp\left(\frac{-Q}{kT}\right) \sinh\left(\frac{VA^s}{kT}\right) \quad \text{si } A^s > 0 \quad (2.31)$$

$$\dot{\gamma}_e^s = 0 \quad (2.32)$$

$$\dot{\gamma}_s^s = 0 \quad \text{sinon} \quad (2.33)$$

$V$  et  $Q$  sont le volume et l'énergie d'activation du phénomène de glissement plastique. Par ailleurs,  $\Omega$  est l'ensemble des systèmes de glissement contenant des dislocations ayant le même vecteur de Burgers que les dislocations du système  $s$ .  $T$  est la température exprimée en degrés Kelvin et  $k$  la constante de Boltzmann. Enfin, le coefficient pré-exponentiel est défini dans [Feaugas, 1999] par :

$$C_0 = v_0 b \lambda \quad (2.34)$$

$v_0$  et  $\lambda$  étant respectivement une fréquence de saut et une distance entre obstacles liée au phénomène d'agitation thermique et à la densité d'obstacles.

L'évolution des densités de dislocations est calculée à l'aide des équations suivantes :

$$b \dot{\rho}_{me}^s = |\dot{\gamma}_e^s| \left[ \frac{r_e^0}{L_0} - y_e \rho_{me}^s - \frac{y_e \theta_e^s}{b d^s} \right] \quad (2.35)$$

$$b \dot{\rho}_s^s = |\dot{\gamma}_s^s| \left[ \frac{r_s^0}{L_0} - \frac{y_s}{b} \left[ b \sum_{\omega \in \Omega} \rho_{ms}^\omega - \sum_{\omega \in \Omega} \frac{\theta_s^\omega}{d^\omega} \right] |\dot{\gamma}_s^\omega| \right] \quad (2.36)$$



où  $y_e$  et  $y_s$  sont les distances d'annihilation des dislocations coins et vis respectivement. En outre  $r_e^0$  et  $r_s^0$  sont deux coefficients liés à la production de dislocations du fait de sources activées par la sollicitation. Le terme  $\gamma \rho_m^s$  rend compte du phénomène d'annihilation entre dislocations mobiles comme l'introduisaient Essmann et Mughrabi [Essmann and Mughrabi, 1979]. Le dernier terme de cette équation, lui aussi négatif, témoigne de la chute de densité de dislocations liée à leur annihilation avec les dislocations composant les sous-joints.  $\theta_e^s$  et  $\theta_s^s$  sont les désorientations moyennes des sous-joints composés de dislocations coins et vis appartenant au système  $s$  au sein du grain  $g$ .  $L_0$  est la distance moyenne de glissement pour une dislocation.

L'évolution des désorientations moyennes est ensuite calculée sur chaque système de glissement :

$$\dot{\theta}_e^s = -\theta_e^s \frac{y_e}{b} |\dot{\gamma}_e^s| \quad (2.37)$$

$$\dot{\theta}_s^s = -\frac{y_s}{b} \sum_{\omega \in \Omega} \theta_s^\omega |\dot{\gamma}_s^\omega| \quad (2.38)$$

Comme dans le cas du modèle analytique, le diamètre  $d^s$  de sous-grains sur le système  $s$  est arbitrairement relié à la désorientation moyenne  $\theta^s = \theta_e^s + \theta_s^s$  sur ce système :

$$d^s = \frac{d_{\text{initial}}^s - d_{\text{final}}}{\theta_{\text{initial}}^s} * \theta^s + d_{\text{final}} \quad (2.39)$$

avec  $d_{\text{final}}$  égal à la taille de bloc (d'après les observations effectuées) et  $d_{\text{initial}}^s$  est la taille initiale des sous-grains. L'une des hypothèses sous-jacente est que tous les sous-joints sont constitués, en quantités égales, de dislocations vis et coins. Il sera évidemment possible de pondérer cette hypothèse dès que des informations quantitatives précises sur la nature des sous-joints seront disponibles.

La contrainte cinématique maximale sur chaque système provient de la formule établie par Li [Li, 1963] :

$$x_{\text{max}}^s = x_0 + \frac{\mu}{1-\nu} \sqrt{\frac{0.45b}{2\pi}} \left( \left( 1 - \left( \frac{d}{d_{\text{bloc}}} \right)^3 \right) \sqrt{\sum_{s \in [1:24]} \frac{\theta^s}{d^s}} + \left( \frac{d}{d_{\text{bloc}}} \right)^3 \sqrt{\frac{\theta_{\text{bloc}}}{d^s}} \right) \quad (2.40)$$

avec  $\nu$  le coefficient de Poisson et  $\theta_{\text{bloc}}$  la désorientation moyenne entre blocs de lattes. La formule de Li a été établie pour une dislocation glissant sur un système donné et rencontrant un joint composé des mêmes dislocations. Il est raisonnable de considérer que la contrainte cinématique produite par un joint contenant des dislocations différentes sera encore plus élevée. L'expression précédente peut donc être considérée comme une valeur minimale de la contrainte cinématique intrabloc (le terme  $\sqrt{\sum_{s \in [1:24]} \frac{\theta^s}{d^s}}$  considérant que la contrainte produite par tous les joints est similaire).

Au cours d'un cycle, l'évolution de la contrainte cinématique locale sur le système  $s$  est donnée par la formulation d'Armstrong-Frederick usuellement utilisée :

$$\dot{x}^s = C \left( \text{sign}(\tau^s - x^s) - \frac{x^s}{x_{max}^s} \right) |\dot{\gamma}_e^s + \dot{\gamma}_s^s| \quad (2.41)$$

où  $C$  décrit la cinétique du mécanisme d'empilement de dislocations. En pratique il s'agit d'un paramètre qui doit être ajusté numériquement, faute de donnée expérimentale. La fonction  $\text{sign}(x)$  vaut 1 lorsque  $x$  est positif et -1 lorsque  $x$  est négatif.

Cette dernière équation mène à l'expression de la vitesse de déformation viscoplastique dans la phase  $g$  :

$$\underline{\dot{\epsilon}}_{vp}^g = \sum_{s \in [1:24]} \dot{\gamma}^s \underline{m}^s \otimes \underline{n}^s \text{sign}(\tau^s - x^s) \quad (2.42)$$

On peut alors exprimer l'évolution du coefficient d'accommodation intergranulaire  $\beta^g$

$$\underline{\dot{\beta}}^g = \underline{\dot{\epsilon}}_{vp}^g - D\beta^g \|\underline{\dot{\epsilon}}_{vp}^g\| \quad (2.43)$$

où  $D$  est un paramètre matériau qui doit être ajusté numériquement. Des formules plus complexes existent pour l'évolution de ce terme d'accommodation. Néanmoins, toujours dans un souci de limitation du nombre de coefficients ajustables, nous nous limiterons à cet unique paramètre.

Finalement la vitesse de déformation macroscopique est obtenue par le biais de l'équation :

$$\underline{\dot{E}}_{vp} = \sum_{g \in \mathcal{G}} f^g \underline{\dot{\epsilon}}_{vp}^g \quad (2.44)$$

Le tableau 2.20 récapitule l'ensemble des paramètres à fournir en entrée de ce modèle, ainsi que leurs valeurs.

La valeur de  $\rho$  est celle mesurée au MET et est cohérente avec celles de la littérature rapportées au sein du tableau 1.7. La valeur de  $\lambda$ , qui représente la distance qu'une dislocation parcourt en moyenne avant d'être stoppée par un obstacle fort, est prise égale à la taille initiale de sous-grain. La valeur de  $y_e$  a été obtenue pour un acier austénitique sollicité à 823K [Catalao et al., 2005], et celle de  $y_s$  dans le cas de cuivre déformé à température ambiante [Essmann and Mughrabi, 1979] (faute d'avoir pu trouver dans la littérature des données pour le fer  $\alpha$  ou les aciers martensitiques). Les valeurs de  $\theta$ ,  $\theta_{bloc}$ ,  $d_{initial}$  et  $d_{bloc}$  sont issues de l'étude microstructurale (EBSD et MET) menée précédemment. Les coefficients de la matrice d'interaction proviennent de [Madec and Kubin, 2004a, Madec and Kubin, 2004b, Basinski and Basinski, 1979, Basinski and Basinski, 1992]. En première approche, le terme de production de dislocations est fixé à 0<sup>8</sup>, ainsi que la contrainte cinématique initiale  $x_0$ . Dans la mesure où aucune information

<sup>8</sup>En se basant sur le fait qu'il y a déjà une très forte densité de dislocations à l'état revenu.

Paramètres connus	Unité	Paramètres ajustables	Unité
$\nu = 0.3$	$\emptyset$	$h_0 = 0.0121$	$\emptyset$
$\mu = 63$	GPa	$h_1 = 0.048$	$\emptyset$
$\nu_0 = 10^{13}$	$s^{-1}$	$r_e^0 = 0$	$\emptyset$
$b = 2,5 \cdot 10^{-10}$	m	$r_e^0 = 0$	$\emptyset$
$k = 1,38 \cdot 10^{-23}$	J.K <sup>-1</sup>	$x_0 = 0$	MPa
$T = 823$	K	$2,869 \cdot 10^{-19} \leq Q \leq 4,168 \cdot 10^{-19}$	J
$\lambda = 0.38$	$\mu m$	$10 \leq V \leq 1000$	$b^3$
$y_e = 4$	nm	$D$	$\emptyset$
$y_s = 50$	nm	$C$	MPa
$\rho \approx 1,8 \cdot 10^{14}$	$m^{-2}$	$0 \leq \tau_0 \leq 85$	MPa
$\theta = 3$	°		
$\theta_{bloc} = 30$	°		
$d_{initial} = 380$	nm		
$d_{bloc} = 2.3$	$\mu m$		

**TAB. 2.20 :** Liste des paramètres du modèle. Les paramètres connus sont soit des grandeurs physiques usuelles, soit des paramètres matériau mesurables. Parmi les paramètres ajustables du modèle, les seuls laissés effectivement libres lors de la phase d'identification apparaissent en bleu.

fiable n'est disponible à propos de la densité de sources de dislocations ou encore sur les autres origines possibles de la contrainte cinématique, limiter le nombre de paramètres ajustables, afin d'en faciliter l'interprétation, semble raisonnable. L'énergie d'activation est bornée par les valeurs de l'énergie de diffusion de réseau et de diffusion de coeur obtenues pour du fer  $\alpha$  [Frost and Ashby, 1982]. Le volume d'activation est compris entre 10 et  $1000b^3$ , ce qui est généralement admis comme étant l'intervalle au sein duquel les mécanismes thermiquement activés opèrent [Feaugas, 1999].  $\tau_0$  est la partie de la cission résolue critique due aux atomes en solution solide, aux précipités,... On peut estimer grossièrement sa valeur maximale à l'aide de la contrainte de contournement exprimée par Orowan, et ce, en tenant compte de la densité et de la taille des précipités ( $M_{23}C_6$  et  $MX$ ).

## 2.5 Simulations.

### 2.5.1 Résultats du modèle analytique.

L'adoucissement prévu par le modèle analytique présenté précédemment est illustré par les figures 2.93 et 2.94. Ces prévisions sont obtenues avec la valeur de déformation plastique mesurée au premier cycle (si l'on utilise la valeur mesurée à mi-durée de vie, l'adoucissement simulé n'en sera que plus rapide, mais la valeur finale reste la même). La figure 2.93 présente les résultats obtenus lorsque seule la composante cinématique due aux sous-joints est prise en compte. On constate tout d'abord que les prédictions fournies à l'aide du modèle de Sachs sont extrêmement différentes de celles obtenues à l'aide du modèle de Taylor. Par ailleurs, quel que soit le niveau de déformation imposé, chaque modèle aboutit toujours à la même perte de contrainte finale (seule la cinétique d'adoucissement diffère. L'adoucissement simulé sature, en outre, beaucoup plus vite que l'adoucissement réel (qui, au demeurant ne fait que ralentir, sans saturer). Plus spécifiquement, si, à faible niveau de déformation ( $\Delta\varepsilon_t = 0.4\%$ ), la perte de contrainte prédite par le modèle de Sachs s'accorde avec la perte de contrainte finale mesurée, aux niveaux de déformation plus élevés, l'adoucissement réel final est fortement écarté des deux prédictions proposées. On note, par ailleurs, que la chute de contrainte prédite avec le modèle de Taylor (près de 200MPa) est nettement supérieure à la contrainte cinématique mesurée (environ 140MPa) [Fournier et al., 2006a].

La figure 2.94 présente, quant à elle, la chute de contrainte prédite lorsque la contrainte cinématique provenant des joints intrabloc et interbloc est prise en compte. Cette modification affecte peu les résultats obtenus avec le modèle de Sachs. En outre, on constate que l'adoucissement simulé est encore plus rapide que dans la figure 2.93. Cependant, la valeur finale de chute de contrainte cinématique prévue par le modèle de Taylor est beaucoup plus réaliste et correspond presque parfaitement avec celle observée à  $\Delta\varepsilon_t = 1\%$ . Ceci corrobore l'hypothèse qu'à fort niveau de déformation de nombreux systèmes de

glissement sont activés dans chaque grain. De même, la prédiction obtenue avec le modèle de Sachs reproduit fidèlement la chute de contrainte mesurée à  $\Delta\varepsilon_t = 0.4\%$ , niveau de déformation pour lequel il est raisonnable de penser que peu de systèmes de glissement sont activés dans chaque grain.

La figure 2.95 illustre l'influence de la valeur de désorientation initiale sur l'adoucissement prévu avec le modèle de Taylor. On constate que cette dernière joue fortement sur la prédiction obtenue, soulignant l'importance de mener des campagnes de mesures EBSD et MET pour caractériser finement la taille et la désorientation caractéristique de la microstructure.

La formulation analytique mène à une désorientation et une taille de sous-grain finales identiques quel que soit le niveau de déformation imposé. Ces dernières sont respectivement de  $2.11^\circ$  et  $0.94\mu m$  pour le modèle de Taylor et de  $2.77^\circ$  et  $0.53\mu m$  pour celui de Sachs. L'unicité de ces valeurs est bien évidemment incompatible avec les quantifications obtenues au MET ou en EBSD (forte influence du niveau de déformation).

## 2.5.2 Résultats du modèle polycristallin.

Dans le cas du modèle polycristallin, une étape primordiale est celle de l'identification de ses coefficients. Même si l'approche choisie mène à seulement 5 paramètres à identifier, la large incertitude sur leur valeur<sup>9</sup>, ainsi que la complexité des phénomènes que l'on cherche à reproduire (forme des boucles d'hysteresis, adoucissement cyclique, relaxation, large gamme de niveaux de déformation,...) conduisent à une étape d'identification très complexe et fort peu robuste. En effet, de très nombreux minima locaux existent au sein de la "surface" de réponse, et le choix de la pondération imposée à chacune des exigences précédentes modifie significativement le "meilleur" jeu de paramètres.

Tous les résultats qui suivent sont obtenus en simulant 100 orientations de blocs réparties de manière aléatoire et uniforme.

### 2.5.2.1 Fatigue pure.

Dans le cas de la fatigue pure, les données expérimentales suivantes ont été utilisées afin d'identifier les coefficients du modèle :

- La première montée en charge ainsi que la première boucle d'hystéresis à  $\Delta\varepsilon_t = 1\%$ .
- La première montée en charge ainsi que la première boucle d'hystéresis à  $\Delta\varepsilon_t = 0.4\%$ .

---

<sup>9</sup>Dans le cas du volume d'activation, pas moins de deux ordres de grandeur séparent ses bornes, en outre, ce dernier intervenant au sein d'une expression de forme exponentielle, de faibles variations de sa valeur entraînent de fortes conséquences.

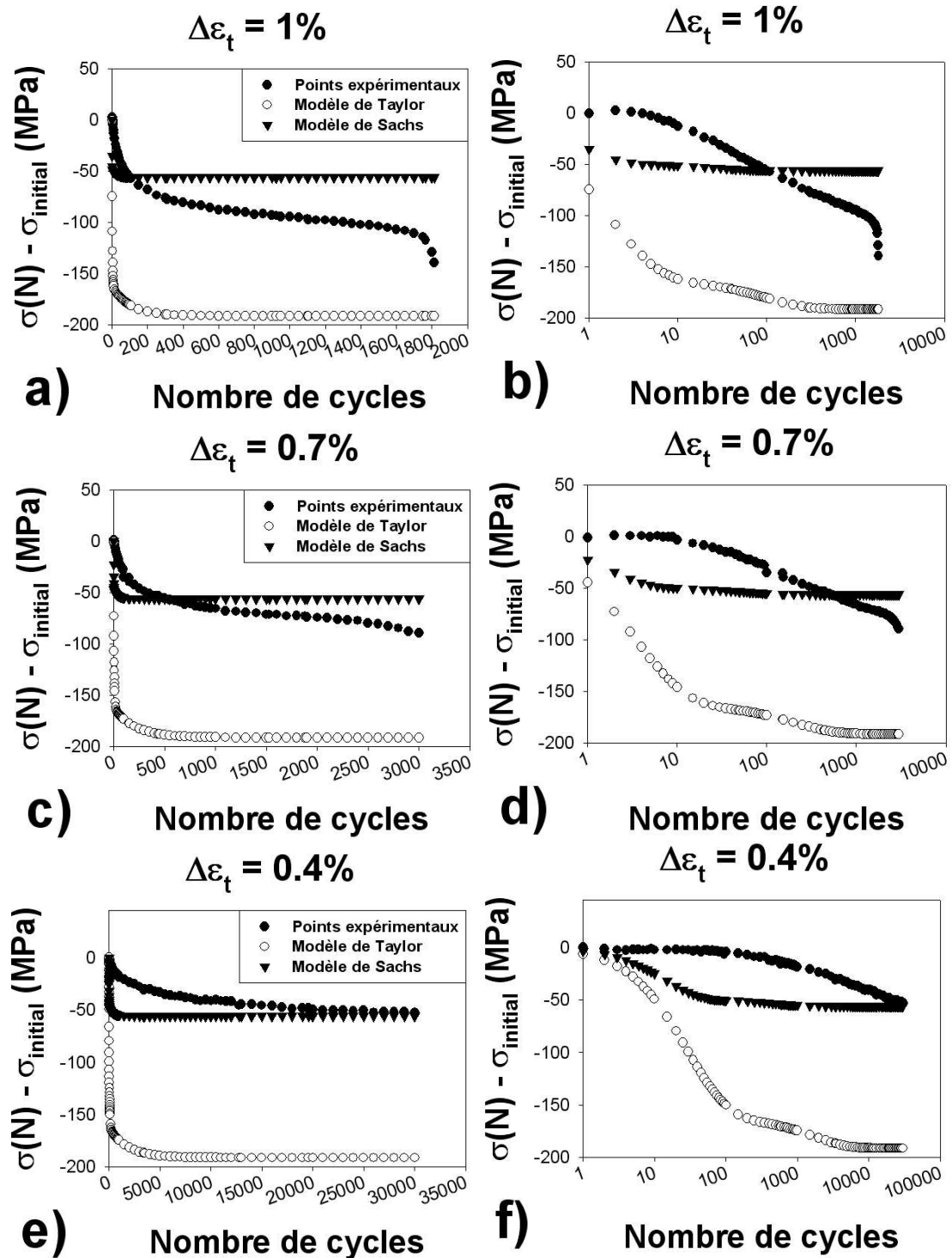


FIG. 2.93 : Résultats obtenus avec le modèle analytique intrabloc (la contrainte cinématique provient uniquement des sous-joints : équation 2.22) pour  $\theta = 3^\circ$  et différents niveaux de déformation. L'échelle des abscisses est linéaire a), c) et e) ou logarithmique b), d) et f).

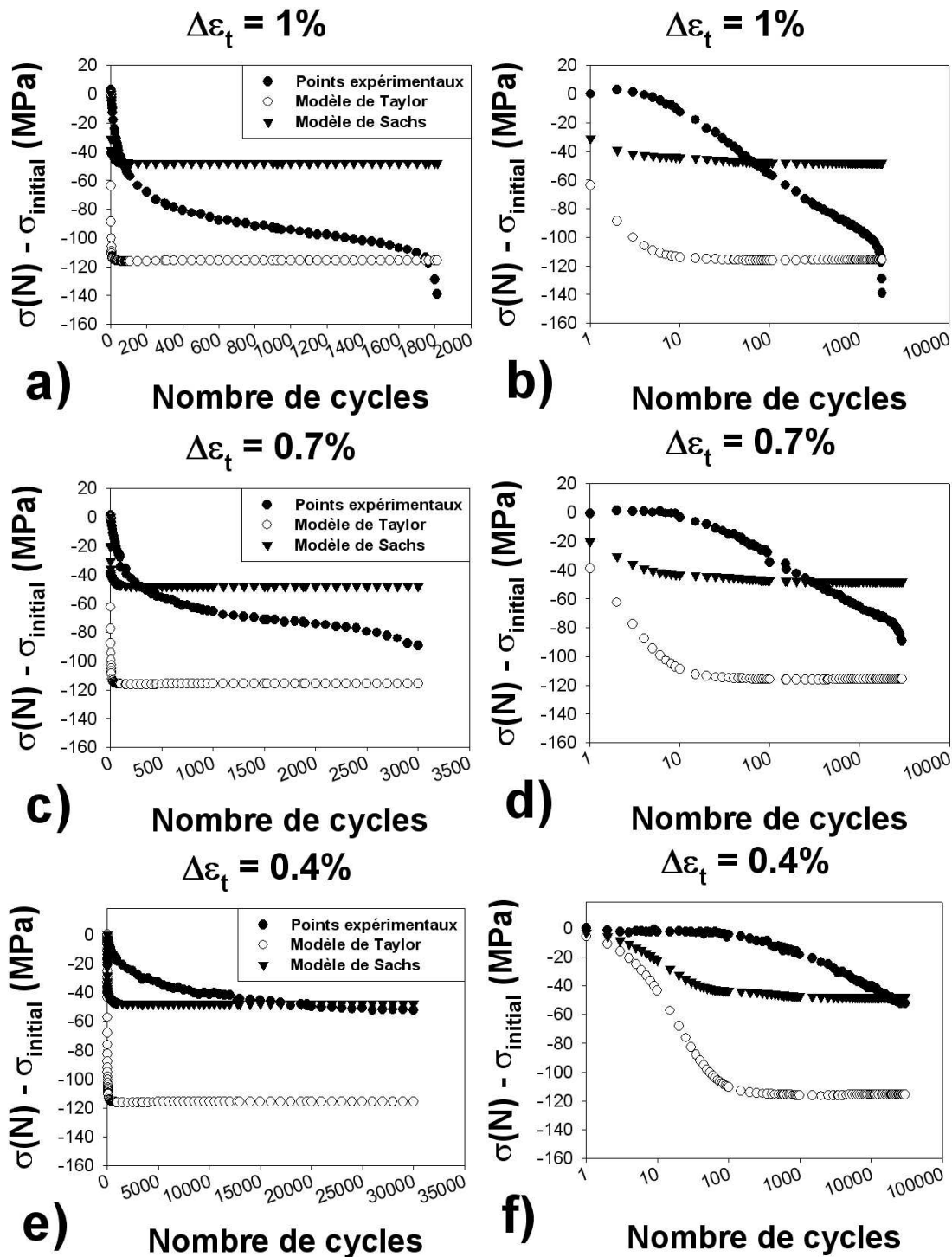


FIG. 2.94 : Résultats obtenus avec le modèle analytique complet (la contrainte cinématique provient des sous-joints et des joints de bloc : équation 2.23) pour  $\theta = 3^\circ$  et différents niveaux de déformation. L'échelle des abscisses est linéaire a), c) et e) ou logarithmique b), d) et f).

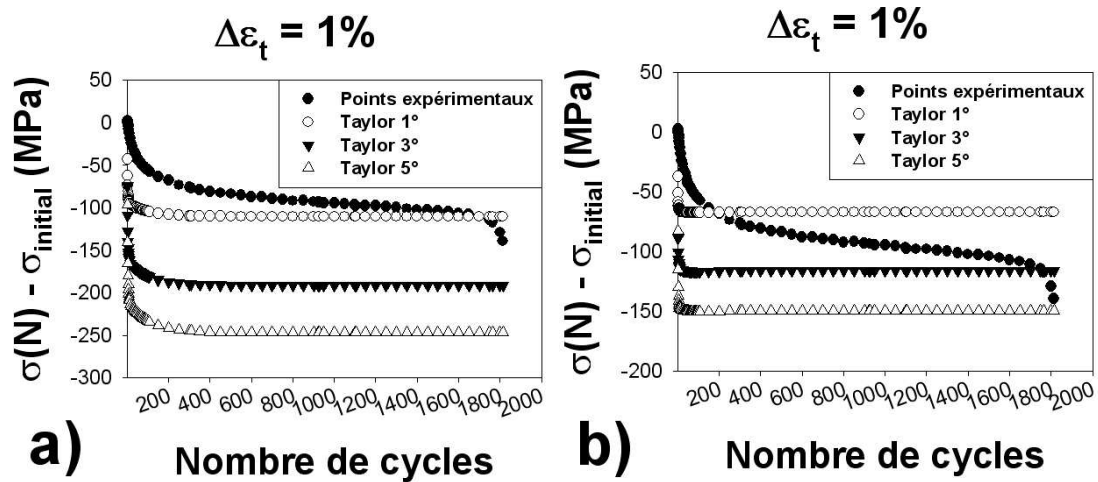


FIG. 2.95 : Influence de la désorientation initiale sur l'adoucissement prévu par le modèle analytique a) intrabloc et b) complet pour  $\Delta\varepsilon_t = 1\%$ .

- Une boucle à mi-durée de vie (donc à peu près stabilisée) à  $\Delta\varepsilon_t = 1\%$ .

La boucle expérimentale mesurée à mi-durée de vie sert à "étalonner" le phénomène de grossissement microstructural. En effet, les observations au MET montrent que pour un tel niveau, la microstructure est déjà fortement modifiée. De ce fait, cette dernière boucle est simulée en imposant une taille de sous-grain de  $1.1\mu\text{m}$  (diamètre de sous-grain moyen observé après une sollicitation de fatigue-fluage à fort niveau de déformation) et une densité de dislocations deux fois plus faible. On pourra s'étonner du faible nombre de données expérimentales utilisées. Ceci provient une fois encore de notre volonté de rester le plus prédictif possible et, pour ce faire, il nous faut garder des essais significativement différents à titre de validation.

Une dernière phase dans cette démarche d'optimisation est nécessaire pour valider cette formulation "en Beta". Il s'agit d'assurer que ce modèle fournit, lors de la première montée en charge, le même résultat que le modèle de Berveiller-Zaoui, qui est généralement considéré comme une bonne approximation du comportement monotone [Berveiller and Zaoui, 1978, Besson et al., 2001, Hoc and Forest, 2001]. De ce fait, dans la procédure d'optimisation fournie par SiDoLo, on simule aussi une montée en charge avec le modèle de Berveiller-Zaoui (ayant le même jeu de paramètres) et on cherche à en rester le plus proche possible, en termes de comportement homogénéisé ainsi qu'à l'échelle du bloc.

Sur ces seuls critères, de nombreux jeux de paramètres sont tous approximativement aussi bons les uns que les autres, soulignant le peu de robustesse de la méthode (aussi lié au faible nombre de données expérimentales que nous fournissons au modèle) et l'influence du jeu de paramètres initiaux fournis à l'algorithme de minimisation. Afin de discriminer entre ces différents jeux de paramètres, et comme il s'agit du phénomène que



nous cherchons à reproduire, un essai de fatigue complet est simulé à  $\Delta\varepsilon_t = 1\%$  (environ 1500 cycles), et comparé qualitativement à l'adoucissement observé expérimentalement. Parmi les multiples jeux de paramètres envisagés, certains mènent à des durcissements cycliques, d'autres à de très légers adoucissements, et quelques autres enfin à des adoucissements compatibles avec les valeurs expérimentales. Il s'agit, pour l'instant, d'une démarche très manuelle et dans les développements futurs une procédure plus rigoureuse devra être mise en place. Néanmoins, en première intention, et pour essayer de déterminer si notre démarche est capable de reproduire le phénomène d'adoucissement cyclique, nous nous cantonnerons à cette approche.

Le tableau 2.21 présente un jeu de valeurs de paramètres du modèle qui permettent de satisfaire l'ensemble des contraintes que nous lui avons imposées (bien reproduire les formes de cycle à  $\Delta\varepsilon_t = 1\%$  et  $\Delta\varepsilon_t = 0.4\%$  et mener à un adoucissement cyclique). Le dépouillement des boucles d'hysteresis (voir annexes A et B), nous avait permis, à partir de données macroscopiques, d'estimer le volume d'activation entre  $20$  et  $200b^3$  (suivant qu'il s'agit d'une déformation de fatigue ou d'une déformation de fluage). On note ici que le volume d'activation identifié à l'échelle des systèmes de glissement se situe entre ces deux valeurs "macroscopiques". En outre, l'énergie d'activation  $Q$  est très proche de l'énergie de d'autodiffusion au sein du fer  $\alpha$  ( $3,95.10^{-19}\text{J}$ ) [François et al., 1998]. La figure 2.96 illustre le fait que, lors de la première montée en charge, le modèle utilisé reproduit bien les résultats du modèle de Berveiller-Zaoui.

La figure 2.97 présente les boucles d'hysteresis simulées à différents niveaux de déformation et les compare aux boucles expérimentales. On constate que la première montée en charge est correctement simulée, malgré une entrée en plasticité trop rapide. Cette dernière entraîne une sous-estimation de la contrainte à  $\varepsilon = 0.15\%$  et  $\varepsilon = 0.2\%$ . A  $\varepsilon = 0.35\%$  et  $\varepsilon = 0.5\%$  cependant, la contrainte simulée est très proche de la contrainte mesurée. Le niveau de déformation plastique imposé à chaque cycle (que l'on peut estimer par la largeur de la boucle à  $\sigma = 0$ ) est, par ailleurs, très précisément reproduit à tous les niveaux de déformation. On remarque néanmoins que, dès le deuxième cycle, un adoucissement prononcé est mesurable. Ce résultat est confirmé par la figure 2.98 qui montre que l'adoucissement prévu par le modèle est très rapide, et ce, à tous les niveaux de déformation. Cependant, on note qu'à  $\Delta\varepsilon_t = 1\%$  comme à  $\Delta\varepsilon_t = 0.4\%$ , la valeur de contrainte à la fin de l'essai est prédite avec une grande précision par le modèle. Si à  $\Delta\varepsilon_t = 1\%$  ce résultat est attendu, puisque le modèle est aussi identifié sur une boucle "stabilisée" de ce même essai, à  $\Delta\varepsilon_t = 0.4\%$  il s'agit bien d'un résultat de validation indépendant de l'étape d'identification. Le modèle permet donc de prédire la quantité d'adoucissement "total" obtenu en fin de cycle. Ce résultat se vérifie aussi pour les niveaux de déformation intermédiaires testés ( $0.6\%$  et  $0.7\%$ ). A  $\Delta\varepsilon_t = 0.3\%$  cependant, le modèle, s'il prédit bel et bien un adoucissement, le sous-estime très nettement, tant en termes de cinétique que d'amplitude.

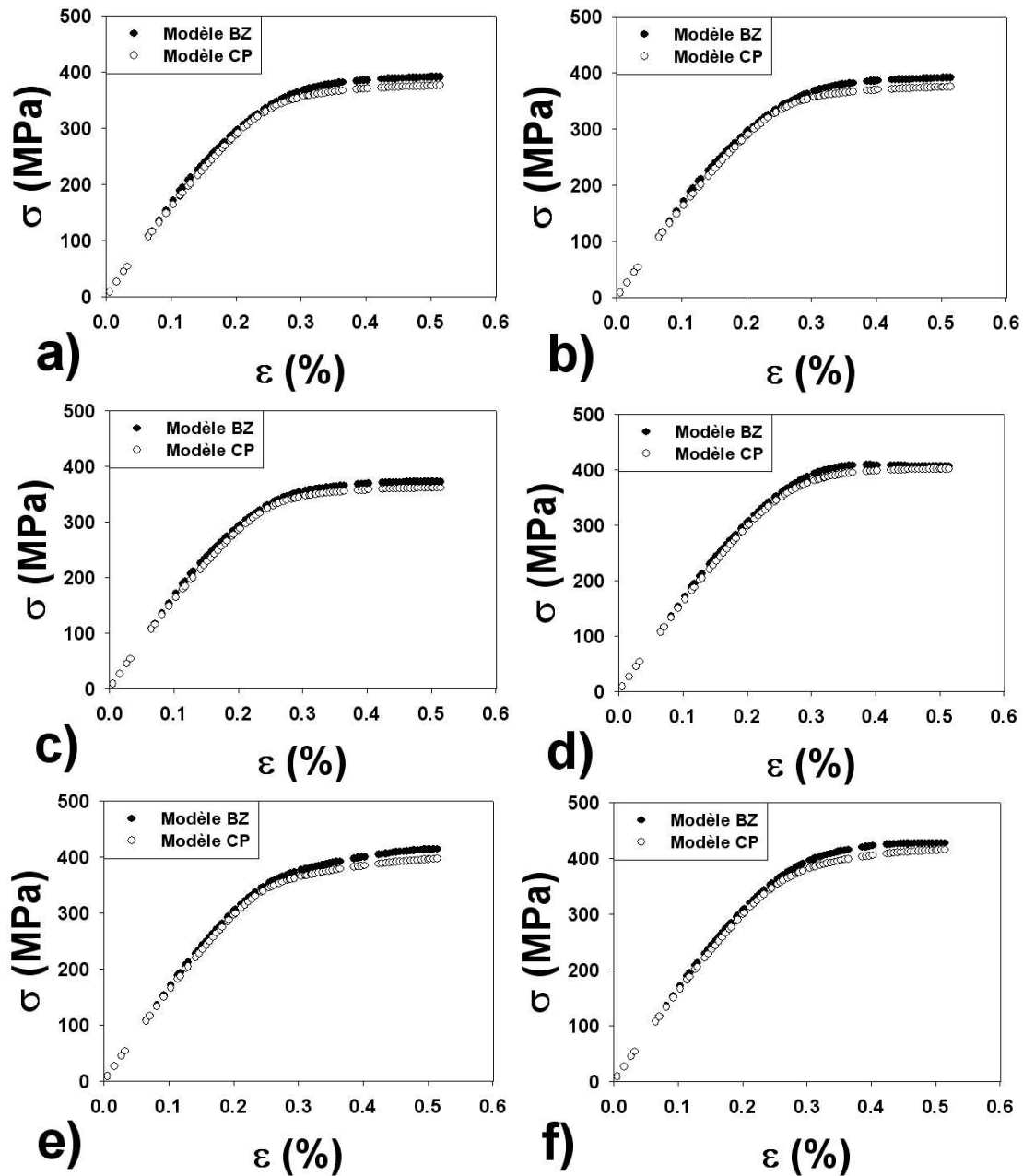


FIG. 2.96 : Illustration de l'accord avec le modèle de Berveiller-Zaoui (BZ) lors de la première montée en charge simulée, sur six orientations différentes, avec le modèle de Cailletaud-Pilvin (CP) .

Paramètres	Valeurs
$Q$	$3.93.10^{-19}$ J
$V$	$96 b^3$
$D$	20
$C$	1088000 MPa
$\tau_0$	50 MPa

TAB. 2.21 : Valeurs des coefficients identifiés et utilisés dans les figures 2.96 à 2.98

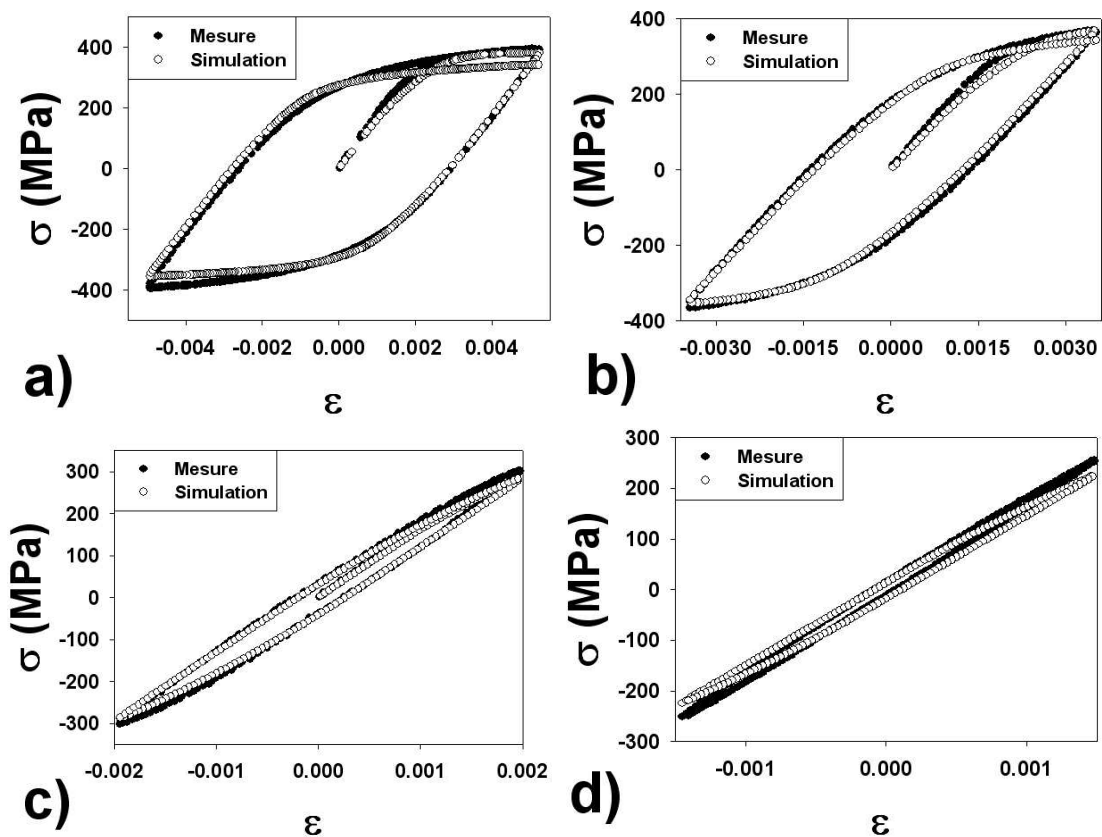


FIG. 2.97 : Comparaison entre les boucles d'hysteresis réelles (au premier cycle) et les boucles d'hysteresis simulées avec le modèle polycristallin, pour  $\Delta\varepsilon_t$  valant a) 1%, b) 0.7%, c) 0.4% et d) 0.3%. Les paramètres sont donnés dans le tableau 2.21.

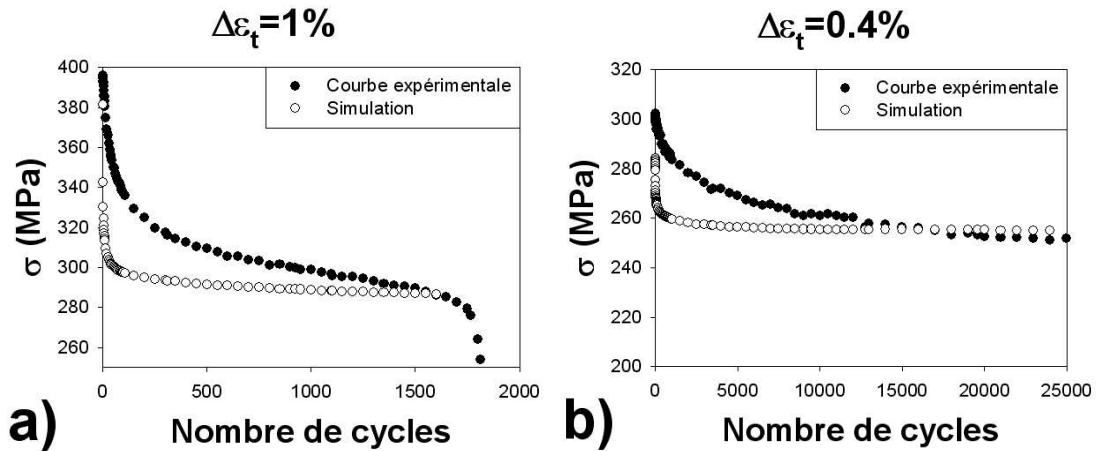


FIG. 2.98 : Comparaison entre l'adoucissement prévu par le modèle polycristallin et les valeurs expérimentales pour a)  $\Delta\varepsilon_t = 1\%$  et b)  $\Delta\varepsilon_t = 0.4\%$ .

On constate donc que, contrairement au modèle analytique qui permettait simplement d'encadrer le comportement réel, le modèle polycristallin permet de prédire l'adoucissement total pour tous les niveaux de déformation compris entre 0.4 et 1%. Il n'en reste pas moins que l'adoucissement simulé reste beaucoup trop rapide. Ceci montre que le mécanisme d'adoucissement proposé est trop rapide. Ce constat est à relier aux nombreuses hypothèses qui ont été faites pour établir les équations précédentes. Nous négligeons, tout d'abord, le terme de production de dislocations, ce qui a tendance à réduire la contrainte isotrope due aux interactions avec la forêt de dislocations. Cependant, l'étude de cette contrainte isotrope simulée montre que son adoucissement joue peu par rapport à celui de la contrainte cinématique intrabloc (ce qui est cohérent avec l'étude des boucles d'hysteresis (voir annexes A et B)).

Il est donc plus vraisemblable de supposer que le mécanisme d'annihilation proposé surestime la vitesse réelle de grossissement de la microstructure (l'évolution de la désorientation  $\theta$  et celle du diamètre de sous-grain sont toutes deux surestimées). Cette surestimation est à relier à l'hypothèse de redistribution spatiale complète des dislocations faite au paragraphe 2.4.2. Des modélisations plus fines du mécanisme d'annihilation, par la prise en compte explicite du phénomène de montée des dislocations, ont été proposées [Fournier et al., 2005, Sauzay, 2007]. Ces dernières mènent à l'expression d'une probabilité d'annihilation par cycle beaucoup plus faible, le volume  $V$  défini à l'équation 2.12 n'étant plus proportionnel à  $y_e$ , mais à  $y_c$  qui est la distance parcourue grâce au mécanisme de montée à chaque cycle. Cette valeur de  $y_c$  est plusieurs ordres de grandeur plus faible que  $y_e$  (il s'agit d'une distance moyenne). Il est raisonnable de supposer que le mécanisme de glissement dévié, lui aussi pertinent à haute température, aura un rôle similaire sur la probabilité d'annihilation des dislocations vis. A ce jour, néanmoins, nous n'avons fourni aucune formulation explicite de ce dernier.

En outre, nous ne considérons, comme interaction entre les dislocations mobiles et les sous-joints, qu'un simple mécanisme d'annihilation. D'autres types d'interaction peuvent évidemment intervenir (absorption de la dislocation par le sous-joint, piégeage, jonctions,... [Priester, 2006]) et certains auteurs [Pantleon and Stoyan, 2000, Pantleon and Hansen, 2001, Pantleon, 2001, Gundlach et al., 2004] proposent notamment des mécanismes radicalement opposés (formation de joints et de parois de dislocations par interaction entre les dislocations mobiles). Le mécanisme de "détricotage" des joints proposé par Eggeler est lui aussi pertinent et rentre probablement en jeu [Eggeler et al., 1987].

Par ailleurs, la contrainte cinématique induite par la présence d'un joint est calculée uniquement par la formule de Li [Li, 1963]. Cette dernière a été établie dans un cas précis, et, si sa simplicité augure favorablement quant à sa généralité, il n'en reste pas moins que le recours à des calculs de dynamique des dislocations (DDD) pourrait s'avérer fort utile afin de mieux estimer la résistance mécanique provenant de ces joints.

Enfin, les sous-joints sont actuellement uniquement modélisés par le modèle de Read et Shockley, permettant une formulation simple des phénomènes d'annihilation. Il est cependant fort probable qu'un sous-joint, en nid d'abeille par exemple, se comporte de manière significativement plus complexe : les annihilations seront probablement partielles, les recombinaisons fréquentes,... En outre, l'influence des précipités et des éléments en solution solide d'insertion sur la tenue des joints (alors que l'étude bibliographique a souligné leur rôle d'ancrage) est pour l'instant totalement négligée.

La prise en compte explicite de tous ces phénomènes requerrait une étude détaillée (au MET) des mécanismes d'interaction, en couplage avec des calculs de dynamique des dislocations (DDD) afin de quantifier plus précisément les jonctions, les annihilations, ainsi que la résistance mécanique réellement due aux divers types de joints. La formulation analytique de notre modèle et son implémentation au sein d'une démarche d'homogénéisation permettent, en l'état, de fournir une bonne estimation de la perte de contrainte finale due à l'instabilité de la microstructure. Cependant, il est illusoire de croire que des équations aussi simples peuvent rendre compte de la diversité des mécanismes réels se produisant au sein d'une microstructure aussi fine et complexe. Pour dépasser ces limites inhérentes aux formulations analytiques simples, une étape d'observations détaillées de l'état des dislocations, ainsi que la modélisation à l'échelle de la DDD des phénomènes d'interaction entre ces dernières sont indispensables.

Dans la mesure où une telle étude dépasse largement le cadre (et la durée) de la présente thèse, je ne peux que la considérer comme une perspective, et m'en remettre à d'autres pour la mener. Il n'en reste pas moins que le besoin d'un modèle de comportement en fatigue-fluage des aciers à 9-12%Cr existe bel et bien, afin, évidemment, d'enrichir les codes de dimensionnement, mais aussi tout simplement afin de mieux cibler les essais (fort longs) qui pourront être menés à l'avenir. Cette exigence pratique et les limites (que je viens d'évoquer) inhérentes à la méthodologie utilisée jusqu'à présent (qui

consistait à minimiser le nombre de paramètres ajustables et dont l'assise en termes de mécanismes physiques reste difficile à apprécier) m'amènent à y déroger. De ce fait, j'introduis un paramètre  $\zeta$  afin de ralentir l'évolution de la microstructure (grossissement des sous-grains et chute de la densité de dislocations). Ce dernier est supposé rendre compte de l'ensemble des autres mécanismes que nous sommes, à l'heure actuelle, incapables de quantifier précisément. Il intervient dans les équations suivantes :

$$b\dot{\rho}_{me}^s = |\dot{\gamma}_e^s| \left[ \frac{r_e^0}{L_0} - y_e \rho_{me}^s - \zeta \frac{y_e}{b} \frac{\theta_e^s}{d^s} \right] \quad (2.45)$$

$$b\dot{\rho}_s^s = |\dot{\gamma}_s^s| \left[ \frac{r_s^0}{L_0} - \frac{y_s}{b} \left[ b \sum_{\omega \in \Omega} \rho_{ms}^\omega - \zeta \sum_{\omega \in \Omega} \frac{\theta_s^\omega}{d^\omega} |\dot{\gamma}_s^\omega| \right] \right] \quad (2.46)$$

$$\dot{\theta}_e^s = -\theta_e^s \zeta \frac{y_e}{b} \dot{\gamma}_e^s \quad (2.47)$$

$$\dot{\theta}_s^s = -\zeta \frac{y_s}{b} \sum_{\omega \in \Omega} \theta_s^\omega \dot{\gamma}_s^\omega \quad (2.48)$$

Dans la mesure où ces modifications entraînent un écrouissage légèrement supérieur lors de la première montée en charge, il est nécessaire de réidentifier l'ensemble des coefficients. Ces derniers sont donnés dans le tableau 2.22. Il est aussi possible d'identifier la valeur de  $\zeta$  afin d'obtenir la courbe d'adoucissement la plus proche possible des mesures expérimentales. Cependant, en première approche, il a suffi de quelques valeurs testées pour obtenir d'excellents résultats. La valeur de  $\zeta = 0.01$  peut être comparée, notamment à la distance de montée  $y_c$  calculée dans [Fournier et al., 2005]. Cette dernière, estimée à l'aide d'une équation simple liée à au phénomène de diffusion est de l'ordre de  $10^{-4} y_e$ . On constate donc ici que le paramètre  $\zeta$  mène à une solution "intermédiaire" entre les hypothèses de réversibilité totale du glissement (c'est alors  $y_c$  qui est pertinent) et celle d'irréversibilité totale (il s'agit du modèle dans sa version initiale, sans l'ajout de  $\zeta$ ). Même si, dans le cas du glissement dévié des dislocations vis, une telle estimation est plus complexe, on constate ici que le paramètre  $\zeta$  tempère les hypothèses extrêmes proposées jusqu'à présent, faute de pouvoir estimer, de manière explicite, la contribution de chacun des mécanismes évoqués précédemment.

Les boucles d'hysteresis obtenues avec cette formulation sont illustrées figure 2.99. On note que, cette fois, quasiment aucune chute de contrainte n'est prévue lors du second cycle. L'évolution de la contrainte maximale au fil des cycles est présentée figures 2.100 et 2.101. On constate qu'à  $\Delta \varepsilon_t = 1\%$  l'adoucissement prévu reproduit presque parfaitement le comportement réel (la cinétique d'adoucissement ainsi que la chute de contrainte en fin d'essai sont très bien reproduites). A  $\Delta \varepsilon_t = 0.4\%$ , l'écart entre mesure et simulation est de 12MPa au maximum, ce qui reste un excellent résultat, surtout dans la mesure, où, une fois encore, seule la première boucle de cet essai est utilisée pour l'identification, il s'agit donc bien d'une validation du modèle. Le résultat est d'autant plus satisfaisant

Paramètres	Valeurs
$Q$	$3.91.10^{-19}$ J
$V$	$135 b^3$
$D$	15
$C$	1694350 MPa
$\tau_0$	50 MPa
$\zeta$	0.01

**TAB. 2.22 :** Valeurs des coefficients identifiés et utilisés dans les figures 2.99 à 2.101

que, comme l'illustre la figure 2.101, à  $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$  la phase initiale (les 100 premiers cycles), où aucun adoucissement n'est mesuré, est aussi reproduite par la simulation. A  $\Delta\epsilon_t = 0.3\%$  cependant, l'adoucissement prévu par le modèle reste largement sous-estimé par rapport aux résultats expérimentaux. A d'aussi faibles niveaux de déformation, il est probable que les mécanismes de montée et de glissement dévié deviennent, sinon prépondérants du moins beaucoup plus fréquents, alors que le glissement plastique est de plus en plus limité. De ce fait, une prise en compte indirecte de ces autres mécanismes, par le biais du coefficient  $\zeta$  qui traduit une simple proportionnalité avec le glissement, est certainement insuffisante et mène à une sous-estimation des évolutions de microstructure. Par ailleurs, comme le montrait l'étude métallurgique, à ces niveaux de déformation, où le grossissement microstructural est fortement hétérogène, l'orientation cristallographique des blocs voisins semble influencer fortement le phénomène de restauration. Or, dans le modèle polycristallin actuel, les effets de voisinage ne sont que partiellement pris en compte, puisque c'est le comportement homogénéisé qui est supposé s'appliquer autour du bloc considéré (principe du modèle auto-cohérent). On peut donc se demander si, pour les très faibles niveaux de déformation, une meilleure description de la microstructure n'est pas nécessaire pour reproduire correctement le phénomène d'adoucissement.

La figure 2.102 présente, à titre illustratif l'évolution du diamètre moyen des sous-grains prédit par le modèle. Comme l'impose la phase d'identification des paramètres, le diamètre final est proche de  $1.1 \mu$ , même si à  $\Delta\epsilon_t = 1\%$  la valeur est loin d'être saturée.

La prise en compte indirecte, et certes inélégante, d'autres mécanismes microstructuraux concurrençant le mécanisme d'annihilation, permet donc de modéliser correctement l'adoucissement cyclique observé en fatigue pure pour  $\Delta\epsilon_t \geq 0.4\%$ .

### 2.5.2.2 Fatigue-relaxation.

Cependant, lorsque l'on cherche à utiliser ce modèle pour simuler le comportement en fatigue-relaxation, il s'avère que les paramètres identifiés précédemment mènent à une relaxation quasi inexistante (la contrainte simulée diminue de seulement quelques

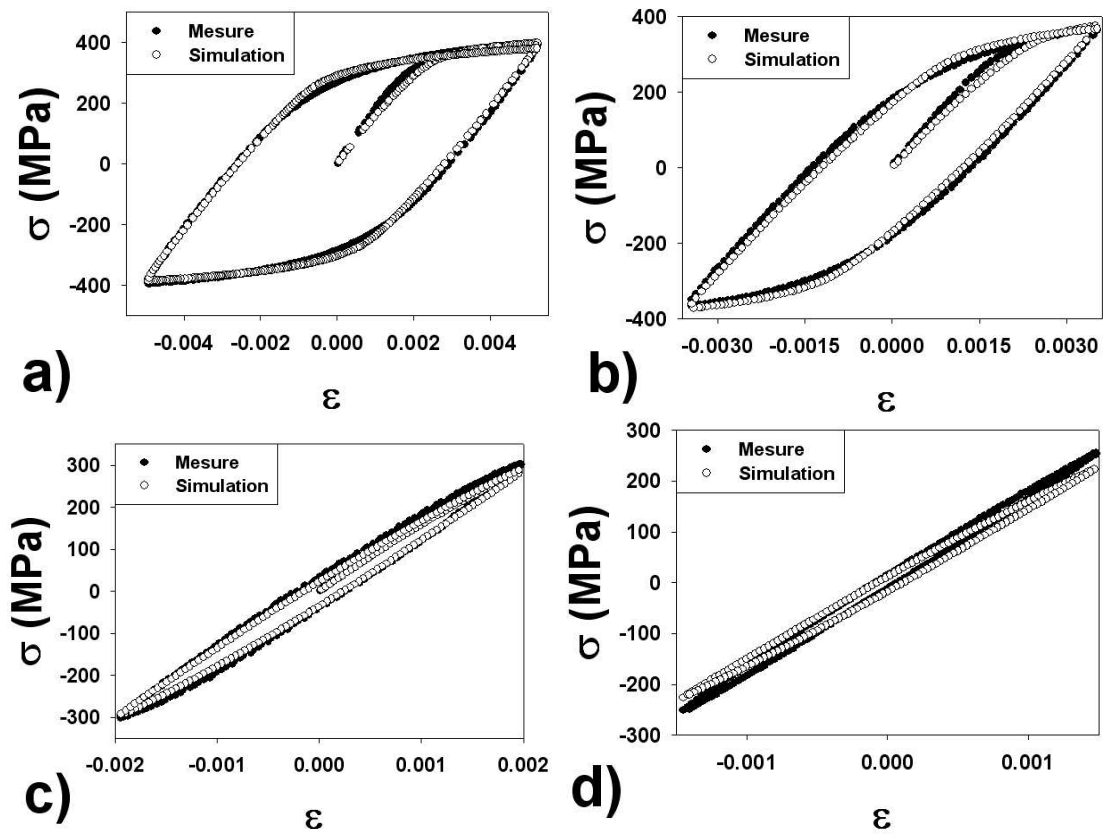


FIG. 2.99 : Comparaison entre les boucles d'hysteresis réelles et les boucles d'hysteresis simulées avec le modèle polycristallin dont les paramètres sont donnés dans le tableau 2.22.

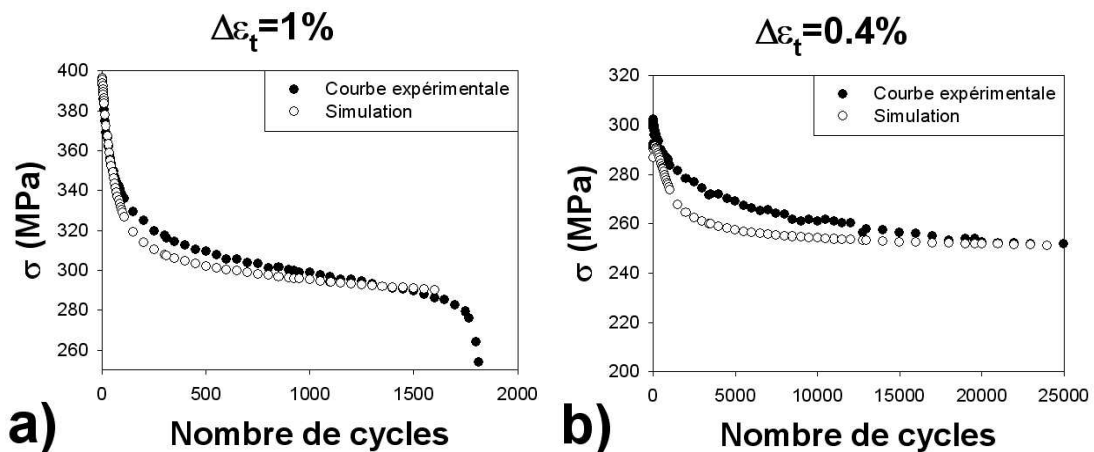


FIG. 2.100 : Comparaison de l'adoucissement prévu par le modèle polycristallin avec les valeurs expérimentales pour a)  $\Delta\varepsilon_t = 1\%$  et b)  $\Delta\varepsilon_t = 0.4\%$ .



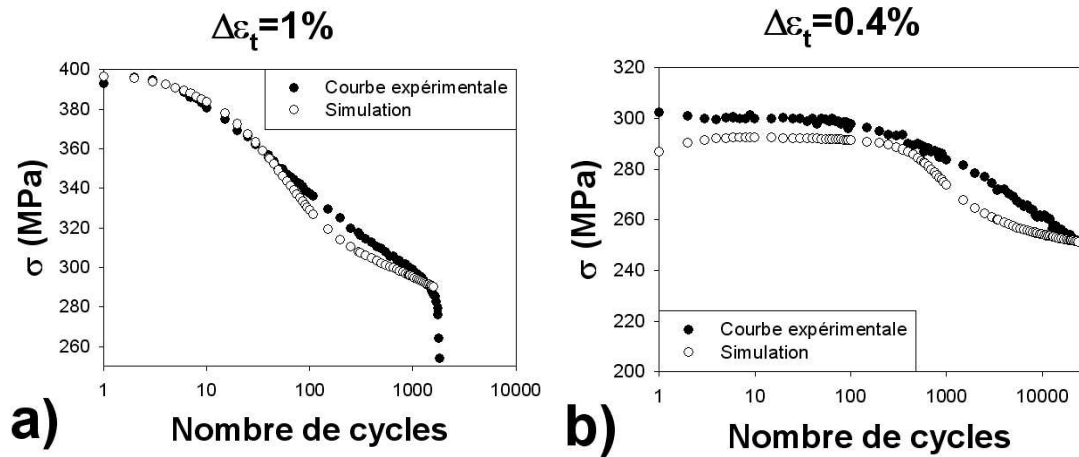


FIG. 2.101 : Courbes de la figure 2.100 en échelle logarithmique, soulignant l'adéquation de la vitesse d'adoucissement initiale.

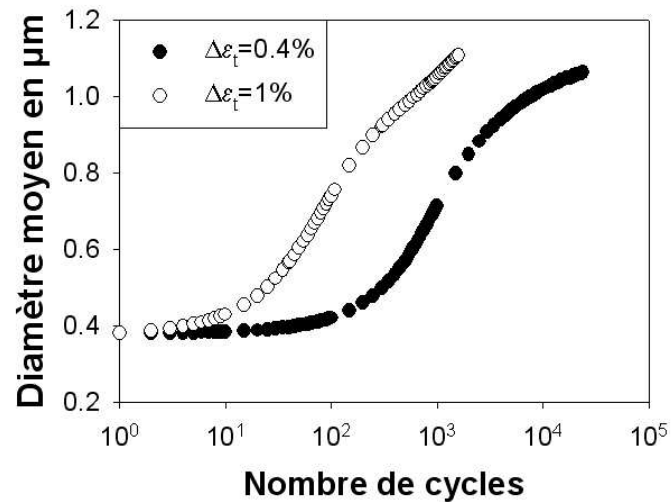


FIG. 2.102 : Evolution du diamètre moyen des sous-grains prédit par le modèle pour deux niveaux de déformation.

MPa, alors qu'en réalité elle peut perdre plus de 180MPa en 30 minutes). Ceci provient notamment du fait que, dans les équations précédentes, la contrainte cinématique intrabloc<sup>10</sup> ne peut qu'augmenter tant que le sens de chargement n'est pas inversé. En outre, rien ne permet de relaxer la contrainte isotrope (interactions de la forêt +  $\tau_0$ ).

Pour pallier cette insuffisance, la contrainte seuil  $\tau_0$  a été fixée à 10MPa (une contrainte nulle étant peu vraisemblable, car les éléments en solution solide d'insertion ralentissent le mouvement des dislocations). En outre, dans l'étape d'identification, une contrainte supplémentaire a été ajoutée : approcher au mieux la première phase de relaxation d'un essai à  $\Delta\varepsilon_t = 1\%$  et 30 minutes de maintien.

Ces modifications ont permis d'augmenter la quantité de contrainte relaxée. Cependant, cette relaxation simulée restait beaucoup trop rapide (la chute de contrainte se déroulait en quelques secondes). L'obtention d'une cinétique de relaxation correcte était possible, mais seulement aux dépens de la forme des boucles d'hysteresis. Dans la mesure où les dépouillements effectués sur les boucles d'hysteresis macroscopiques ont permis de mettre en évidence l'existence de deux régimes de déformation (et d'identifier deux volumes d'activation, voir annexe 2), le choix a été fait d'ajouter deux paramètres ( $V_2$  et  $Q_2$ ) dédiés à cette phase de relaxation. Ces deux paramètres sont à relier au fait que plusieurs types d'obstacles (joints, éléments en solution solide d'insertion, précipités,...) sont susceptibles de bloquer le mouvement des dislocations. Ceux qui sont pertinents pour décrire la déformation en fatigue ne le sont pas forcément dans le cas des phases de relaxation. Ceci se traduit par :

$$\text{si } A^s > 0 \text{ lors du cyclage} \quad \begin{cases} \dot{\gamma}_e^s = \rho_{me}^s C_0 \exp\left(\frac{-Q}{kT}\right) \sinh\left(\frac{VA^s}{kT}\right) \\ \dot{\gamma}_s^s = (\sum_{\omega \in \Omega} \rho_{ms}^\omega) C_0 \exp\left(\frac{-Q}{kT}\right) \sinh\left(\frac{VA^s}{kT}\right) \end{cases} \quad (2.49)$$

$$\text{si } A^s \leq 0 \quad \begin{cases} \dot{\gamma}_e^s = 0 \\ \dot{\gamma}_s^s = 0 \end{cases} \quad (2.50)$$

$$\text{si } A^s > 0 \text{ lors de la relaxation} \quad \begin{cases} \dot{\gamma}_e^s = \rho_{me}^s C_0 \exp\left(\frac{-Q_2}{kT}\right) \sinh\left(\frac{V_2 A^s}{kT}\right) \\ \dot{\gamma}_s^s = (\sum_{\omega \in \Omega} \rho_{ms}^\omega) C_0 \exp\left(\frac{-Q_2}{kT}\right) \sinh\left(\frac{V_2 A^s}{kT}\right) \end{cases} \quad (2.51)$$

Il faut alors réidentifier les coefficients, ce qui mène aux valeurs du tableau 2.23. Les boucles d'hysteresis obtenues en fatigue pure sont très similaires à celles de la figure

<sup>10</sup>La contrainte cinématique interbloc, prise en compte par le terme d'accommodation dépendant de  $\underline{\mathbf{B}}$ , peut, quant à elle, décroître.

2.99. L'adoucissement, pour sa part, diffère quelque peu comme l'illustre la figure 2.103. En effet à  $\Delta\varepsilon_t = 1\%$  l'adoucissement final est légèrement sous-estimé, alors même que sa cinétique est plus proche de celle de l'adoucissement réel.

Paramètres	Valeurs
$Q$	$3.91.10^{-19}$ J
$V$	$54 b^3$
$D$	12
$C$	2581950 MPa
$\tau_0$	10 MPa
$\zeta$	0.01
$V_2$	$61 b^3$
$Q_2$	$4.08.10^{-19}$ J

TAB. 2.23 : Valeurs des coefficients identifiés et utilisés dans les figures 2.103 à 2.105

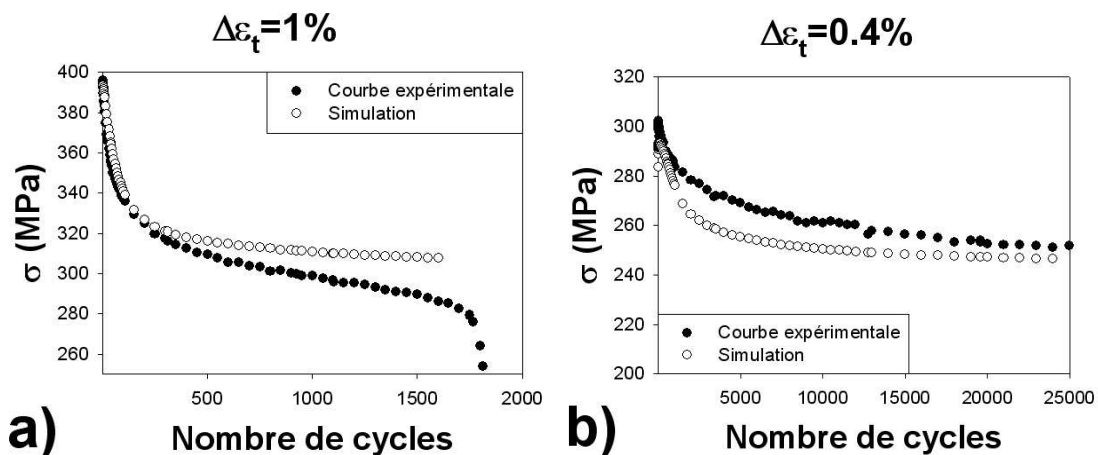


FIG. 2.103 : Adoucissement prévu en fatigue pure avec les paramètres du tableau 2.23.

La figure 2.104 illustre, quant à elle, la forme d'une boucle d'hysteresis de fatigue-relaxation ainsi que l'évolution de la contrainte au cours de cette même phase. On constate qu'une fois de plus, la relaxation sature après une chute d'environ 100MPa, alors que la relaxation réelle réduit la contrainte de près de 180MPa. Cette sous-estimation de la phase de relaxation entraîne une déformation plastique appliquée à chaque cycle inférieure à celle réellement imposée au matériau. La cinétique de relaxation est toutefois en parfait accord avec la cinétique réelle. L'adoucissement simulé en fatigue-relaxation est présenté figure 2.105. La perte de contrainte reste sous-estimée (bien que plus prononcée qu'en fatigue pure pour le même essai) par rapport à sa valeur réelle, même si

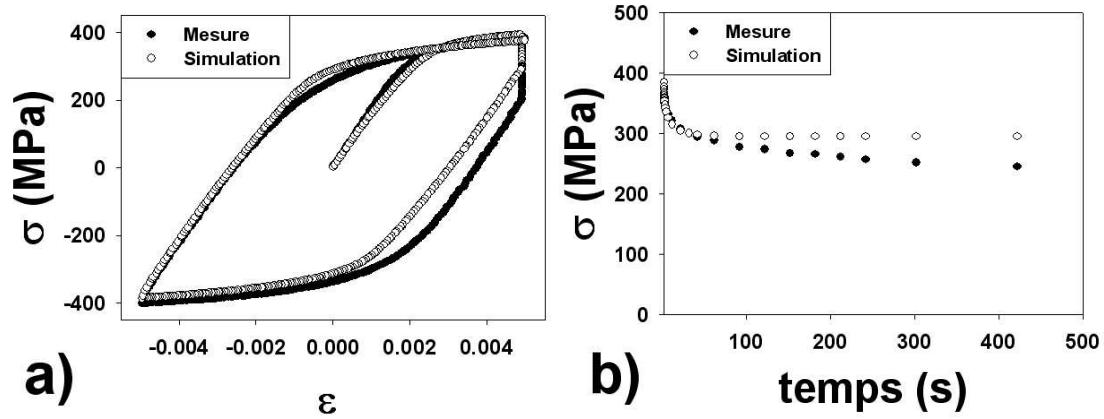


FIG. 2.104 : Comparaison entre les boucles d'hysteresis réelles et les boucles d'hysteresis simulées en fatigue-relaxation avec le modèle polycristallin dont les paramètres sont donnés dans le tableau 2.23 ( $\Delta\epsilon_t = 1\%$  et 30 minutes de maintien).

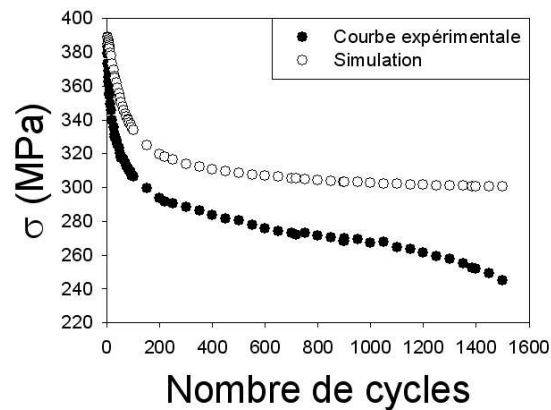


FIG. 2.105 : Adoucissement prévu en fatigue-relaxation ( $\Delta\epsilon_t = 1\%$  et 30 minutes de maintien).

le résultat est encourageant.

Il est fort possible qu'un autre jeu de paramètres permette de mieux approcher l'adoucissement en fatigue-relaxation, cependant, à l'heure où j'écris ces lignes, il n'a pas encore été trouvé.

### 2.5.3 Conclusions partielles.

Sur la base des observations microstructurales rapportées précédemment, une modélisation du comportement en fatigue et fatigue-fluage des aciers à 9-12%Cr a été proposée.

- Une première formulation purement analytique a été présentée. Cette dernière se base sur un mécanisme simple de grossissement de la microstructure et permet de borner la perte totale de contrainte en fin de durée de vie.
- La simplicité de cette formulation limite fortement ses capacités prédictives. En effet, elle ne fournit pas une estimation, mais un intervalle très large au sein duquel la contrainte finale se situe.
- En outre, l'adoucissement simulé est beaucoup trop rapide et sa valeur finale ne dépend pas du niveau de déformation imposé.

- Afin de remédier à ces insuffisances, l'implémentation de ce modèle au sein d'un formalisme d'homogénéisation (modèle auto-cohérent) a été effectuée. Cette démarche permet de mieux prendre en compte l'hétérogénéité du matériau, et d'estimer, pour chaque orientation cristalline, l'évolution de la microstructure.
- Cette formulation nécessite d'identifier 5 paramètres, tous les autres étant, a priori, mesurables expérimentalement.
- Si l'on se limite au mécanisme simple proposé, cette formulation permet de prédire la perte de contrainte en fin de durée de vie, et ce, quel que soit le niveau de déformation. La cinétique d'adoucissement prédite est cependant toujours trop élevée.
- Cet adoucissement trop rapide provient notamment du fait qu'un unique mécanisme de grossissement est pris en compte. Après avoir discuté les autres mécanismes probablement pertinents, l'introduction d'un paramètre d'ajustement supplémentaire est provisoirement proposée. En effet, quantifier l'influence des autres mécanismes en question ne peut se faire que par le recours à des observations au MET approfondies couplées à des calculs de DDD.
- Ce paramètre d'ajustement permet de simuler avec précision l'adoucissement réel, tout en gardant le caractère prédictif du modèle (les résultats sont validés à  $\Delta\varepsilon_f = 0.4\%$  et  $\Delta\varepsilon_r = 0.3\%$ ).
- Afin d'étendre ce modèle au cas de la fatigue-relaxation, deux autres paramètres (n'intervenant que lors de cette phase de relaxation) sont introduits. Les résultats obtenus sont encourageants, mais restent à améliorer.

Malgré des résultats de fatigue pure en excellent accord avec l'adoucissement mesuré expérimentalement, la modélisation proposée ici reste difficile à mettre en oeuvre et présente certaines limites. Limites au nombre desquelles on peut citer son manque de robustesse (de nombreux jeux de paramètres produisent quasiment les mêmes résultats) ou sa forte sensibilité aux paramètres microstructuraux (par exemple, pour appliquer ce modèle à un matériau ayant une densité de dislocations différente, les coefficients devront être réidentifiés). Ceci provient notamment du fait que, au sein de ces modèles, plusieurs paramètres sont corrélés. Enfin, la formulation globale étant relativement complexe, identifier précisément qui, des équations gouvernant le comportement intragranulaire, de la loi de localisation ou des coefficients, est responsable d'un comportement précis, reste une gageure.

## 2.6 Discussion.

Cette étude du comportement cyclique, en fatigue et en fatigue-fluage, s'est appuyée conjointement sur l'exploitation des données macroscopiques (courbes d'adoucissement, boucles d'hysteresis) et sur l'observation des évolutions de microstructure (observations

au MET et en EBSD). Les données macroscopiques nous ont permis d'identifier la nature des contraintes responsables de l'adoucissement cyclique (contraintes cinématiques), mais aussi l'influence déterminante de la déformation (visco)plastique appliquée lors de chaque cycle et cumulée. Les observations microstructurales, quant à elles, ont mis en évidence la relation entre adoucissement cyclique et grossissement microstructural. Si ce dernier est déjà abondamment rapporté dans la littérature pour des sollicitations de fluage, la présente étude a mené à sa quantification en fatigue et fatigue-fluage, et ce, en fonction du niveau de déformation appliquée. Plus la déformation (visco)plastique appliquée est élevée, plus ce grossissement est prononcé et homogène. A l'inverse, tendre vers les très faibles niveaux de déformation mène à une microstructure très hétérogène.

L'ensemble de ces constats expérimentaux a mené à la formulation d'une modélisation micromécanique du comportement cyclique des aciers à 9-12%Cr. Ce modèle, décliné sous une forme analytique, puis introduit au sein d'un formalisme polycristallin, se base sur un mécanisme microstructural simple. Le grossissement de la microstructure est en effet modélisé par des phénomènes d'annihilation entre dislocations mobiles et dislocations des sous-joints. Les résultats obtenus grâce à ce modèle sont extrêmement encourageants : la chute de contrainte en fin de durée de vie est correctement prédite, et ce, quel que soit le niveau de déformation, alors que peu de données expérimentales sont fournies afin d'identifier les paramètres du modèle. Afin de simuler correctement la cinétique d'adoucissement, d'autres phénomènes microstructuraux doivent être pris en compte (influence des précipités, des éléments en solution solide, des interactions entre dislocations, montée,...). En première approche et de manière provisoire, un simple coefficient de pondération du mécanisme d'annihilation est introduit. Ce dernier permet alors de reproduire très précisément la cinétique d'adoucissement, et ce, même aux très faibles niveaux de déformation. Ces résultats sont prometteurs, bien que la démarche appliquée jusqu'à présent doive être améliorée (meilleure compréhension de l'influence des paramètres, de la loi de localisation, du nombre de grains simulés...). En outre, si en fatigue pure les résultats sont d'ores et déjà probants, la modélisation du comportement en fatigue-relaxation (ou fatigue-fluage) n'est pas encore satisfaisante.

### 2.6.1 Pistes d'amélioration du modèle de comportement.

Afin d'enrichir notre modèle de comportement, seul le couplage entre des études MET détaillées (afin de mieux comprendre la cinétique d'adoucissement, des informations sur les mécanismes de déformation sont nécessaires), sur essais interrompus à divers pourcentages de durée de vie, et des calculs à l'échelle des dislocations (DDD), pourrait permettre de prendre en compte plus finement les mécanismes physiques responsables du grossissement de la microstructure. Des travaux récents [Mughrabi, 2001, Mughrabi and Pschenitzka, 2007] proposent des formulations analytiques simples de mécanismes comme le décrochage d'une dislocation de sous-joint sous l'effet d'une contrainte appliquée ; ou encore l'estimation de la contrainte cinématique due à la courbure des dis-

locations. Néanmoins, l'extrême complexité des microstructures martensitiques ajoutée à la grande variété de comportements que l'on désire simuler (traction, compression, maintiens de fluage, de relaxation, adoucissement,...) suggèrent que le recours à des techniques plus avancées est indispensable.

De nombreux points restent à étudier et à éclaircir sur les capacités du modèle, mais aussi sur l'influence de ses différentes composantes. Néanmoins, malgré un certain nombre de points faibles soulignés précédemment, la modélisation micromécanique proposée ici est un outil des plus intéressants pour la poursuite des études sur le comportement cyclique de ces aciers. En effet, une utilisation judicieuse de ce modèle permet de mieux cibler les essais futurs en estimant les plages de sollicitations les plus à même de nous intéresser. Par ailleurs, des études visant à utiliser ce modèle sur des agrégats polycristallins, afin de mieux comprendre les phénomènes d'endommagement, sont d'ores et déjà prévues. En outre, comme nous le verrons dans le chapitre suivant, il sera utile de coupler le comportement simulé et le modèle de durée de vie proposé, afin d'obtenir des prédictions de durées de vie tenant compte de l'adoucissement cyclique.

### 2.6.2 Influence de l'environnement sur le comportement.

Comme le détaille le chapitre suivant, des essais de fatigue et fatigue-relaxation sous vide et sous atmosphère d'hélium (l'un des fluides caloporteurs envisagés) ont été menés afin, notamment, d'explorer les mécanismes d'endommagement. La figure 2.106 compare les adoucissements cycliques mesurés sous ces deux atmosphères avec ceux obtenus sous air. Si les contraintes mesurées sous vide sont légèrement supérieures à celles mesurées sous air, la différence reste très faible et s'explique facilement par une légère dispersion liée au changement de machine d'essai. Sous hélium cependant, la contrainte mesurée est systématiquement inférieure, et ce de 20 à 30MPa initialement. Une telle différence ne peut s'expliquer uniquement par une dispersion entre machines. Sous atmosphère confinée, les mesures de températures, mais aussi l'extensométrie, sont plus complexes à mettre en oeuvre. Si le gradient thermique est contrôlé sous hélium, les thermocouples ne sont pas positionnés de manière similaire à ceux des essais sous air, en outre, le dispositif de chauffage plus complexe (chauffage par induction sur les têtes plus résistor d'appoint sur la partie utile) laisse supposer que la température imposée lors des essais sous hélium était peut-être légèrement supérieure à 550°C (on peut également envisager la possibilité d'un gradient thermique dans la section de l'éprouvette, même si quelques calculs simples de thermique semblent invalider cette possibilité...). Cette hypothèse d'une température légèrement supérieure concorde avec la forme des boucles d'hysteresis mesurées et présentées figure 2.107. On constate que, sous hélium, la déformation plastique imposée à chaque cycle est nettement supérieure à celle imposée sous air. Si les modules de Young semblent similaires, la partie plastique du cycle est beaucoup plus aplatie...

On notera cependant que l'environnement n'affecte en rien la cinétique d'adoucisse-



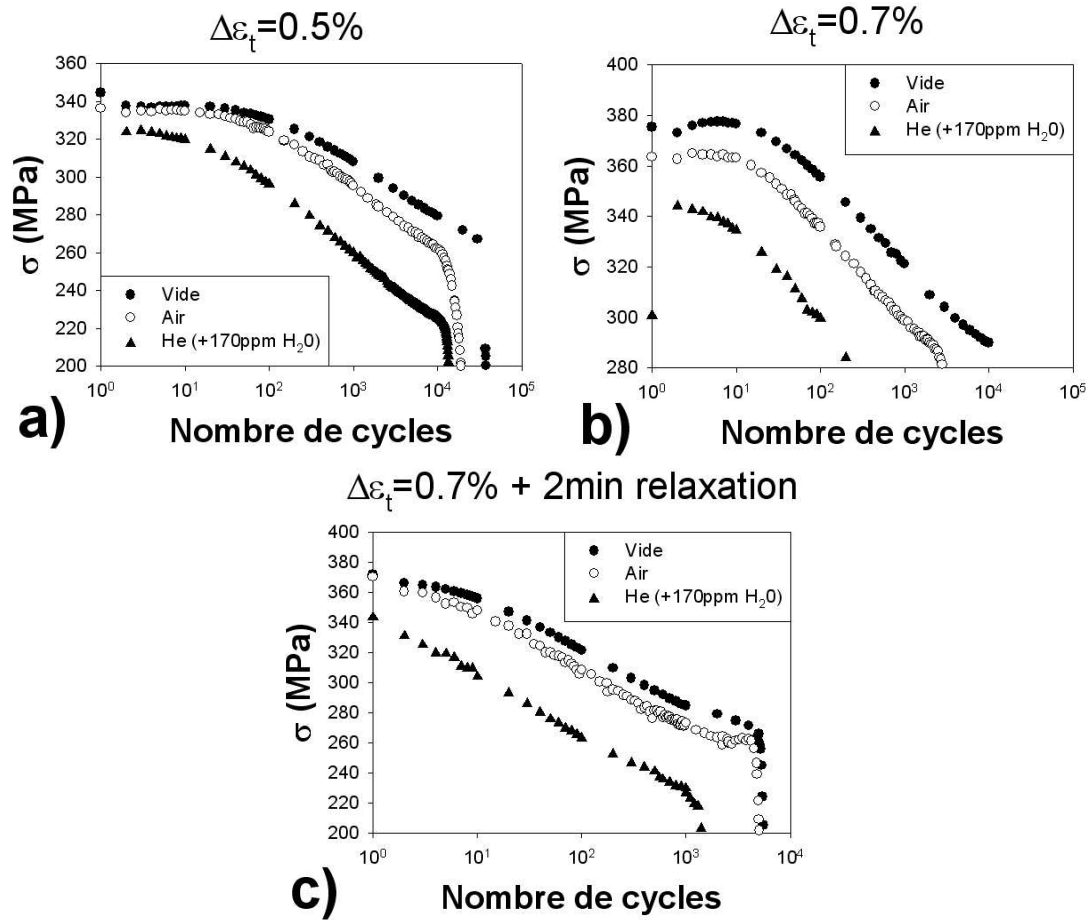


FIG. 2.106 : Adoucissements mesurés sous air, sous vide et sous atmosphère d'hélium (+170 ppm H<sub>2</sub>O).

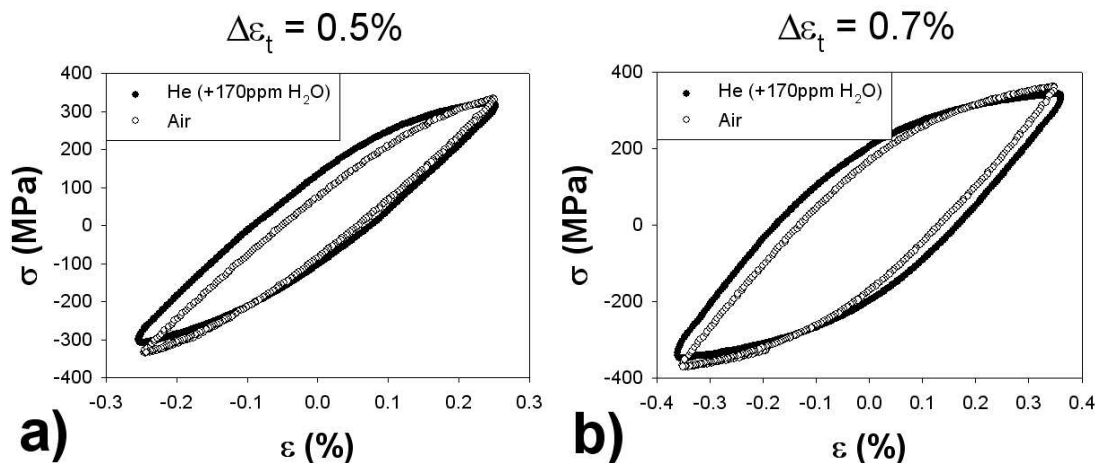


FIG. 2.107 : Comparaison des boucles d'hysteresis mesurées sous air et sous hélium lors du second cycle à deux niveaux de déformation différents.

ment et que les résultats de Kim et Weertman [Kim and Weertman, 1988] présentés figure 2.7, où un écart de contrainte de près de 50 MPa était observable entre air et vide, ne sont pas reproduits ici.

### 2.6.3 Stabilité de la microstructure et amélioration des nuances.

L'utilisation de multiples techniques d'observations (EBSD, MET, cartographies d'orientations sur MET) a permis de mieux caractériser la microstructure des aciers à 9-12%Cr et son évolution en fatigue à haute température. Il a tout d'abord été mis en évidence que le grossissement observé se cantonne à l'intérieur des blocs de lattes, les joints de ces derniers n'étant pas affectés. L'instabilité microstructurale est donc liée à la disparition des sous-joints et joints de lattes situés à l'intérieur des blocs. Ainsi, sous des sollicitations de fatigue et de fatigue-fluage, la taille caractéristique de la microstructure passe de 400nm environ à plus d'un micron. La microstructure martensitique très fine (submicronique) qui donne au matériau initial ses propriétés mécaniques est donc totalement déstabilisée par les sollicitations mécaniques entraînant de la plasticité cyclique.

Sous sollicitations cycliques ce grossissement est beaucoup plus rapide qu'en fluage. La présente étude, grâce à la quantification du grossissement microstructural, a mis en évidence le fait que les essais de cyclage pouvaient être utilisés en tant qu'essais "accélérés". En effet, ceux-ci permettent, en quelques jours, de faire grossir la microstructure (et chuter la densité de dislocations), la taille des sous-grains devenant équivalente à celle mesurée après plusieurs années de fluage. La première application pratique de ces résultats réside dans le fait que les essais de fatigue peuvent servir à sélectionner la nuance d'acier martensitique possédant la microstructure la plus stable (essentiel pour le fluage) lorsque plusieurs sont à l'essai. Il suffit pour cela d'un ou plusieurs essais de fatigue ciblés. Une nuance ne présentant pas d'adoucissement cyclique possède donc une microstructure qui n'est pas détériorée par la déformation plastique, ce qui augure très favorablement de sa stabilité sous sollicitation de fluage.

Par ailleurs, prédéformer les aciers à 9-12%Cr en fatigue ou fatigue-fluage permet par la suite d'étudier leurs propriétés mécaniques telles qu'elles seront au bout de plusieurs années en service. Ceci offre en outre une opportunité unique d'étudier séparément l'influence de la précipitation et celle des tailles de sous-grains (et de la densité de dislocations). En effet, si, sous sollicitations cycliques à 550°C, les sous-grains grossissent, aucune croissance de la taille des précipités n'a été mesurée. On pourra donc, par exemple, préfatiguer deux éprouvettes dans les mêmes conditions, l'une des deux étant directement sollicitée en fluage par la suite (on teste alors une microstructure avec des sous-grains grossis, mais pas d'évolution de la précipitation) alors que l'autre sera vieillie (à 650°C par exemple) afin de faire évoluer l'état de précipitation puis seulement ensuite sollicitée en fluage.

Si l'on s'attend à ce que le matériau flue plus vite lorsque sa microstructure est plus

grossière, une telle intuition se justifie, a priori, uniquement dans le domaine des fortes contraintes. En effet, comme semblent le suggérer les résultats de Sklenicka [Sklenicka et al., 2003], dans le domaine des faibles contraintes, lorsque la déformation est gouvernée par la diffusion, avoir une microstructure moins fine, et donc moins de sous-joints (chemins de diffusion aisée) et moins de dislocations, risque de limiter la vitesse de fluage stationnaire. Ceci voudrait dire que, si l'application visée se situe bien dans le régime des très faibles contraintes, détruire la microstructure martensitique (par cyclage) pourrait être un moyen d'améliorer le comportement en fluage du matériau... Il s'agit, bien évidemment, uniquement d'une considération sur la vitesse de fluage stationnaire, et l'influence de la prédéformation de fatigue sur la durée de vie en fluage reste à élucider (dans le domaine des fortes contraintes, les essais menés dans la présente étude montrent qu'il s'agit d'un effet délétère).

Outre les propriétés en fluage, il serait évidemment possible d'explorer les autres propriétés importantes dans une problématique de dimensionnement, telles que la ductilité, la température de transition ductile-fragile, etc...

Pour tenter de limiter l'instabilité microstructurale des aciers martensitiques, plusieurs voies semblent aujourd'hui prometteuses. L'une d'entre elle est généralement appelée "grain boundary engineering" [Gupta et al., 2007, Randle and Owen, 2006, Shvindlerman and Gottstein, 2006]. Cet ensemble de techniques consiste à modifier la nature des joints de la microstructure, afin de maximiser la proportion de certains d'entre eux, comme les  $\Sigma 3$  par exemple. Le principe est d'identifier les joints les plus à même de résister aux sollicitations envisagées, puis de tenter de favoriser leur apparition. Les diverses méthodes utilisées vont de l'application de traitements thermomécaniques (alternance de traitements thermiques et de phases de déformation intense) à l'application de champs magnétiques. Néanmoins, nos mesures ont montré qu'à l'intérieur des blocs de lattes des aciers à 9-12%Cr tous les joints étaient très faiblement désorientés (moins de  $1^\circ$ ). Il paraît donc peu probable de réussir à transformer ce type de joints en joints spéciaux. Il faudrait plutôt, lors de la phase de transformation martensitique, réussir à réduire la taille des blocs de lattes ou opérer une sélection des variants afin de maximiser certains types de joints de blocs. Ces considérations sont purement prospectives car, à l'heure actuelle, il n'existe, à ma connaissance, aucune méthode éprouvée pour réaliser de telles manipulations de la microstructure des aciers à 9-12%Cr.

Une voie nettement moins prospective consiste à optimiser l'ancrage des joints, donc à améliorer leur stabilité, à l'aide de fins précipités les décorant. Certaines équipes [Park et al., 2001, Kim et al., 2004] semblent avoir obtenu une meilleure stabilité microstructurale par le biais d'addition de tungstène ou d'azote. Par ailleurs, les excellentes propriétés en fluage des aciers ODS (la microstructure est renforcée par de très fins oxydes) ainsi qu'une étude récente [Ukai and Ohtsuka, 2007] semblent prouver que la présence de fines particules d'oxyde améliore sensiblement le comportement en fatigue. En effet, Ukai et Ohtsuka [Ukai and Ohtsuka, 2007] n'observent, à  $650^\circ\text{C}$ , aucun adoucissement de leur

acier ODS à 9%Cr.

## Bibliographie

- [Abe, 2001] Abe, F. (2001). Creep rates and strengthening mechanism in tungsten-strengthened 9Cr steels. *Materials Science & Engineering A*, 319-321 :770–773.
- [Abe, 2004] Abe, F. (2004). Coarsening behavior of lath and its effects on creep rates in tempered martensitic 9Cr-W steels. *Materials Science & Engineering A*, 387-389 :565–569.
- [Abe et al., 2001] Abe, F., Horiuchi, T., Taneike, M., Kimura, K., Muneki, S., and Igarashi, M. (2001). Creep strain behavior during microstructure evolution in tempered martensitic advanced 9Cr steels. In *Proceedings of the 10th joint International Conference on Creep & Fracture of Engineering Materials and Structures*.
- [Abe et al., 2004] Abe, F., Horiuchi, T., Taneike, M., and Sawada, K. (2004). Stabilization of martensitic microstructure in advanced 9Cr steel during creep at high temperature. *Materials Science & Engineering A*, 378 :299–303.
- [Abe et al., 1992] Abe, F., Nakazawa, S., Araki, H., and Noda, T. (1992). The role of microstructural instability on creep behavior of a martensitic 9Cr-2W steel. *Metallurgical Transactions*, 23A :469–477.
- [Armas et al., 2002a] Armas, A., Alvarez-Armas, L., Petersen, C., Avalos, M., and Schmitt, R. (2002a). in *Temperature-fatigue interaction*, chapter Internal and effective stress analysis during cyclic softening of F82H mod. martensitic stainless steel., pages 45–51. Elsevier Science Ltd and ESIS Publication.
- [Armas et al., 1998] Armas, A., Avalos, M., Alvarez-Armas, I., Petersen, C., and Schmitt, R. (1998). Dynamic strain ageing evidences during low cycle fatigue in ferritic-martensitic stainless-steels. *Journal of Nuclear Materials*, 258-263 :1204–1208.
- [Armas et al., 2004] Armas, A., Petersen, C., Schmitt, R., Avalos, M., and Alvarez, I. (2004). Cyclic instability of martensite laths in reduced activation ferritic/martensitic steels. *Journal of Nuclear Materials*, 329-333 :252–256.
- [Armas et al., 2002b] Armas, A., Petersen, C., Schmitt, R., Avalos, M., and Alvarez-Armas, I. (2002b). Mechanical and microstructural behaviour of isothermally and thermally fatigued ferritic/martensitic steels. *Journal of Nuclear Materials*, 307-311 :509–513.
- [Barbe et al., 2001] Barbe, F., Decker, L., Jeulin, D., and Cailletaud, G. (2001). Intergranular and intragranular behavior of polycrystalline aggregates - Part 1 : F.E. model. *International Journal of Plasticity*, 17 :513–536.
- [Barcelo, 2003] Barcelo, F. (2003). Caractérisation de la microstructure de l'acier martensitique EUROFER par EBSD - influence de la taille de l'ancien grain austénitique. Note technique CEA/DEN/DMN/SRMA 2003-2525.
- [Barkar and Agren, 2005] Barkar, T. and Agren, J. (2005). Creep simulation of 9-12% Cr steels using the composite model with thermodynamically calculated input. *Materials Science & Engineering A*, 395 :110–115.

- [Barker et al., 1986] Barker, E., Pilkington, R., and Lloyd, G. (1986). Creep fracture of a 9Cr1Mo steel. Issued by Risley Nuclear Power Development Establishment.
- [Basinski and Basinski, 1979] Basinski, S. and Basinski, Z. (1979). *Dislocations in Solids*, page 657. ed. North Holland.
- [Basinski and Basinski, 1992] Basinski, Z. and Basinski, S. (1992). Fundamental aspects of low amplitude cyclic deformation in face-centred cubic crystals. *Progress in Materials Science*, 36 :89–148.
- [Berbenni et al., 2007] Berbenni, S., Favier, V., and Berveiller, M. (2007). Impact of the grain size distribution on the yield stress of heterogeneous materials. *International Journal of Plasticity*, 23 :114–142.
- [Berbenni et al., 2004] Berbenni, S., Favier, V., Lemoine, X., and Berveiller, M. (2004). Micromechanical modeling of the elastic-viscoplastic behavior of polycrystalline steels having different microstructures. *Materials Science & Engineering A*, 372 :128–136.
- [Berveiller and Zaoui, 1978] Berveiller, M. and Zaoui, A. (1978). An extension of the self-consistent scheme to plastically-flowing polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 26 :325–344.
- [Berveiller and Zaoui, 1979] Berveiller, M. and Zaoui, A. (1979). An extension of the self-consistent scheme to plastically-flowing polycrystals. *J. Mech. Phys. Solids*, 26 :325–344.
- [Berveiller and Zaoui, 1997] Berveiller, M. and Zaoui, A. (1997). Modélisation de la déformation plastique des polycristaux. *Les Techniques de l'Ingénieur*, M48.
- [Besson et al., 2001] Besson, J., Cailletaud, G., Chaboche, J., and Forest, S. (2001). *Mécanique non linéaire des matériaux*. Hermes Science Publications.
- [Bornert et al., 2000] Bornert, M., Bretheau, T., and Gilormini, P. (2000). *Homogénéisation en mécanique des matériaux I*. Hermes science.
- [Brachet, 1991] Brachet, J.-C. (1991). *Alliages martensitiques 9Cr-1Mo : effets de l'addition de l'azote, du niobium et du vanadium sur la microstructure, les transformations de phase et les propriétés mécaniques*. PhD thesis, Université de Paris-sud, Orsay.
- [Brillet, 2003] Brillet, H. (2003). Comportement en fatigue d'un acier à 9%Cr à 550°C. Note technique CEA/DEN/DMN/SRMA 2003-2525.
- [Butler and McDowell, 1998] Butler, G. and McDowell, D. (1998). Polycrystal constraint and grain subdivision. *International Journal of Plasticity*, 14 :703.717.
- [Cadek et al., 1998] Cadek, J., Sustek, V., and Pahūtova, M. (1998). An analysis of a set of creep data for a 9Cr-1Mo-0.2V (P91 type) steel. *Materials Science & Engineering A*, 5 :165–168.
- [Cailletaud, 1992] Cailletaud, G. (1992). A micromechanical approach to inelastic behaviour of metals. *International Journal of Plasticity*, 8 :55–73.

- [Cailletaud et al., 2003] Cailletaud, G., Forest, S., Jeulin, D., Feyel, F., Galliet, I., Mounoury, V., and Quilici, S. (2003). Some elements of microstructural mechanics. *Computational Materials Science*, 27 :351–374.
- [Catalao et al., 2005] Catalao, S., Feaugas, X., Pilvin, P., and Cabrillat, M.-T. (2005). Dipole heights in cyclically deformed polycrystalline AISI 316L stainless steel. *Materials Science & Engineering A*, 400-401 :349–352.
- [Cerri et al., 1998] Cerri, E., Evangelista, E., Spigarelli, S., and Bianchi, P. (1998). Evolution of microstructure in a modified 9Cr-1Mo steel during short term creep. *Materials Science & Engineering A*, 245 :285–292.
- [Choudhary et al., 1999] Choudhary, B., Bhanu Sankara Rao, K., Mannan, S., and Kashyap, B. (1999). Influence of prior thermal ageing on tensile deformation and fracture of forged thick section 9Cr-1Mo ferritic steel. *Journal of Nuclear Materials*, 273 :315–325.
- [Clayton and McDowell, 2004] Clayton, J. and McDowell, D. (2004). Homogenized finite elastoplasticity and damage : theory and computations. *Mechanics of Materials*, 36 :799–824.
- [Diard et al., 2002] Diard, O., Leclercq, S., Rousselier, G., and Cailletaud, G. (2002). Distribution of normal stress at grain boundaries in multicrystals : application to an intergranular damage modeling. *Computational Materials Science*, 25 :73–84.
- [Diard et al., 2005] Diard, O., Leclercq, S., Rousselier, G., and Cailletaud, G. (2005). Evaluation of finite element based analysis of 3D multicrystalline aggregates plasticity. Application to crystal plasticity model identification and the study of stress and strain fields near grain boundaries. *International Journal of Plasticity*, 21 :691–722.
- [Differt and Essmann, 1993] Differt, D. and Essmann, U. (1993). *Materials Science & Engineering A*, 163 :295–299.
- [Dimmler et al., 2003] Dimmler, G., Weinert, P., Kozeschnik, E., and Cerjak, H. (2003). Quantification of the Laves phase in advanced 9-12% Cr steels using a standard SEM. *Materials Characterization*, 51 :341–352.
- [Doi, 1996] Doi, M. (1996). Elasticity effects on the microstructure of alloys containing coherent precipitates. *Progress in Materials Science*, 40 :79–180.
- [Dronhofer et al., 2003] Dronhofer, A., Pesicka, J., Dlouhy, A., and Eggeler, G. (2003). On the nature of internal interfaces in tempered martensite ferritic steels. *Z. Metallkd.*, 94 :511–520.
- [Dubey et al., 2005] Dubey, J., Chilukuru, H., Chakravartty, J., Schwienheer, M., Scholz, A., and Blum, W. (2005). Effects of cyclic deformation on subgrain evolution and creep in 9-12%Cr-steels. *Materials Science & Engineering A*, 406 :152–159.
- [Dupuy and Rauch, 2005] Dupuy, L. and Rauch, E. (2005). Rapid spot diffraction patterns identification through template matching. *Archives of Metallurgy of Materials*, 50 :87–99.

- [Earthman et al., 1989] Earthman, J., Eggeler, G., and Ilschner, B. (1989). Deformation and damage processes in a 12%Cr-Mo-V steel under high temperature low cycle fatigue conditions in air and vacuum. *Materials Science & Engineering A*, 110 :103–114.
- [Ebi and McEvily, 1984] Ebi, G. and McEvily, A. (1984). Effect of processing on the high temperature low cycle fatigue properties of modified 9Cr-1Mo ferritic steel. *Fatigue Engng. Mater. Struc.*, 7 :299–314.
- [Eggeler, 1989] Eggeler, G. (1989). The effect of long-term creep on particle coarsening in tempered martensite ferritic steels. *Acta Metallurgica*, 37 :3225–3234.
- [Eggeler and Dlouhy, 2005] Eggeler, G. and Dlouhy, A. (2005). Boron segregation and creep in ultra-fine grained tempered martensitic ferritic steels. *Zeitschrift Metallkunde*, 7 :743–748.
- [Eggeler et al., 1987] Eggeler, G., Nilsvang, N., and Ilschner, B. (1987). Microstructural changes in a 12% chromium steel during creep. *Steel Research*, 2 :87–103.
- [Ennis and Czyrska Filemonowicz, 2002] Ennis, P. and Czyrska Filemonowicz, A. (2002). Recent advances in creep resistant steels for power plant application. *OMMI*, 1.
- [Essmann and Mughrabi, 1979] Essmann, U. and Mughrabi, H. (1979). Annihilation of dislocations during tensile and cyclic deformation and limits of dislocations densities. *Philosophical Magazine*, A40 :731–756.
- [Evers et al., 2004] Evers, L., Brekelmans, W., and Geers, M. (2004). Scale dependent crystal plasticity framework with dislocation density and grain boundary effects. *International Journal of Solids and Structures*, 41 :5209–5230.
- [Feaugas, 1999] Feaugas, X. (1999). Contribution à la compréhension des mécanismes de déformation plastique et d'endommagement des matériaux : un point de vue expérimental. Mémoire d'habilitation à diriger des recherches.
- [Filacchioni et al., 2006] Filacchioni, G., Casagrande, E., De Angelis, U., De Santis, G., Ferrara, D., and Gennaro, G. (2006). Isothermal and thermal fatigue behaviour of Eurofer 97 base metal. Final Report of sub task TW2-TTMS-002, EFDA.
- [Fivel and Forest, 2004a] Fivel, M. and Forest, S. (2004a). Plasticité cristalline et transition d'échelle : cas du monocristal. *Les Techniques de l'Ingénieur*, M4 016.
- [Fivel and Forest, 2004b] Fivel, M. and Forest, S. (2004b). Plasticité cristalline et transition d'échelle : cas du polycristal. *Les Techniques de l'Ingénieur*, M4 017.
- [Fournier et al., 2006a] Fournier, B., Sauzay, M., Caës, C., and Mottot, M. (2006a). Analysis of the hysteresis loops of a martensitic steel. Part I : Study of the influence of strain amplitude and temperature under pure fatigue loadings using an enhanced stress partitioning method. *Materials Science & Engineering A*, 437 :183–196.
- [Fournier et al., 2006b] Fournier, B., Sauzay, M., Caës, C., Noblecourt, M., Mottot, M., and Pineau, A. (2006b). Analysis of the hysteresis loops of a martensitic steel. Part II : Study of the influence of creep and stress relaxation holding times on cyclic behaviour. *Materials Science & Engineering A*, 437 :197–211.



- [Fournier et al., 2005] Fournier, B., Sauzay, M., Mottot, M., Brillet, H., Monnet, I., and Pineau, A. (2005). Experimentally based modelling of cyclically induced softening in a martensitic steel at high temperature. *Creep & Fracture in High Temperature Components - Design & Life Assessment Issues*, Destech Publications Inc., Pennsylvania, USA.
- [François et al., 1998] François, D., Pineau, A., and Zaoui, A. (1998). *Mechanical behaviour of materials II*. Kluwer Academic Pub.
- [Frost and Ashby, 1982] Frost, H. and Ashby, M. (1982). *Deformation-mechanism maps*. Pergamon Press.
- [Furtado et al., 2007] Furtado, H., de Almeida, L., and Le May, I. (2007). Precipitation in 9Cr-1Mo steel after creep deformation. *Material Characterization*, 58 :72–77.
- [Gaffard, 2005] Gaffard, V. (2005). *Experimental study and modelling of high temperature creep flow and damage behaviour of 9Cr1Mo-NbV steels and weldments*. PhD thesis, Ecole des Mines de Paris.
- [Gieseke et al., 1993] Gieseke, B., Brinkman, C., and Maziasz, P. (1993). *The influence of thermal aging on the microstructure and fatigue properties of modified 9Cr-1Mo steel*. In *Microstructures and mechanical properties of aging material*, TMS The Minerals, Metals & Materials Society.
- [Götz and Blum, 2003] Götz, G. and Blum, W. (2003). Influence of thermal history on precipitation of hardening phases in tempered martensite 10%Cr-steel X12CrMoWVNbN 10-1-1. *Materials Science & Engineering A*, 348 :201–207.
- [Gundlach et al., 2004] Gundlach, G., Pantleon, W., Lauridsen, E., Margulies, L., Doherty, R., and Poulsen, H. (2004). Direct observation of subgrain evolution during recovery of cold-rolled aluminium. *Scripta Materialia*, 50 :477–481.
- [Gupta et al., 2007] Gupta, G., Ampornrat, P., Ren, X., Sridharan, K., Allen, T., and Was, G. (2007). Role of grain boundary engineering in the SCC behavior of ferritic-martensitic alloy HT-9. *Journal of Nuclear Materials*, 361 :160–173.
- [Hald, 2004] Hald, J. (2004). Creep strength and ductility of 9 to 12% chromium steels. *Materials at High Temperatures*, 21 :41–46.
- [Hoc and Forest, 2001] Hoc, T. and Forest, S. (2001). Polycrystal modelling of IF-Ti steel under complex loading path. *International Journal of Plasticity*, 17 :65–85.
- [Igarashi et al., 2000] Igarashi, M., Muneki, S., Kutsumi, H., Itagaki, T., Fujitsuna, N., and Abe, F. (2000). A new concept for strengthening of advanced ferritic steels for USC power plant. In *Parsons 2000 advanced materials for 21st century turbines and power plant. Proceedings of the fifth international Charles Parsons turbine conference*, pages 334–347.
- [Jeulin, 2002] Jeulin, D. (2002). *Physics and mechanics of random media*. Lecture Notes, Ecole des Mines de Paris.
- [Jones et al., 1991] Jones, W., Hills, C., and Polonis, D. (1991). Microstructural evolution of modified 9Cr-1Mo steel. *Metallurgical Transactions*, 22A :1049.

- [Kim et al., 2004] Kim, S., Song, B., Ryu, W., and Hong, J. (2004). Creep rupture properties of nitrogen added 10Cr ferritic/martensitic steels. *Journal of Nuclear Materials*, 329-333 :299–303.
- [Kim and Weertman, 1988] Kim, S. and Weertman, J. (1988). Investigation of microstructural changes in a ferritic steel caused by high temperature fatigue. *Metallurgical Transactions A*, 19A :999–1007.
- [Kimura et al., 2000] Kimura, K., Kushima, K., Abe, F., Suzuki, K., Kumai, S., and Satoh, A. (2000). Microstructural change and degradation behaviour of 9Cr-1Mo-V-Nb steel in the long term. In *Parsons 2000 advanced materials for 21st century turbines and power plant. Proceedings of the fifth international Charles Parsons turbine conference*, pages 590–602.
- [Kimura et al., 2006] Kimura, M., Yamaguchi, K., Hayakawa, M., Kobayashi, K., and Kanazawa, K. (2006). Microstructures of creep-fatigued 9-12% Cr ferritic heat-resisting steels. *International Journal of Fatigue*, 28 :300–308.
- [Kloc and Sklenicka, 1997] Kloc, L. and Sklenicka, V. (1997). Transition from power-law creep behaviour of P-91 type heat-resistant steel. *Materials Science & Engineering A*, 234-236 :962–965.
- [Kloc and Sklenicka, 2004] Kloc, L. and Sklenicka, V. (2004). Confirmation of low stress creep regime in 9% chromium steel by stress change creep experiments. *Materials Science & Engineering A*, 387-389 :633–638.
- [Kocks, 1975] Kocks, U. (1975). *Constitutive Equations in Plasticity*, pages 81–115. MIT Press, Cambridge.
- [Kocks and Mecking, 2003] Kocks, U. and Mecking, H. (2003). Physics and phenomenology of strain hardening : the fcc case. *Progress in Materials Science*, 48 :171–273.
- [Koo and Lee, 2007] Koo, G. and Lee, J. (2007). Investigation of ratcheting characteristics of modified 9Cr-1Mo steel by using the Chaboche constitutive model. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 84 :284–292.
- [Kostka et al., 2007] Kostka, A., Tak, K., Hellmig, R., Estrin, Y., and Eggeler, G. (2007). On the contribution of carbides and micrograin boundaries to the creep strength of tempered martensite ferritic steels. *Acta Materialia*, 55 :539–550.
- [Kunz and Lukas, 2001] Kunz, L. and Lukas, P. (2001). Cyclic stress-strain behavior of 9Cr-1Mo steel at positive mean stress. *Materials Science & Engineering A*, 319-321 :555–558.
- [Kunz and Lukas, 2002] Kunz, L. and Lukas, P. (2002). in *Temperature-fatigue interaction*, chapter High temperature fatigue and cyclic creep of P91 steel., pages 37–44. Elsevier Science Ltd and ESIS Publication.
- [Lebensohn et al., 2004] Lebensohn, R., Liu, Y., and Ponte Castaneda, P. (2004). On the accuracy of the self-consistent approximation for polycrystals : comparison with full-filled numerical simulations. *Acta Materialia*, 52 :5347–5361.

- [Lemaitre and Chaboche, 1987] Lemaitre, J. and Chaboche, J.-L. (1987). *Mechanics of Solid Materials*. Springer-Verlag.
- [Li et al., 2006] Li, H., Nishimura, A., Li, Z., Nagasaka, T., and Muroga, T. (2006). Low cycle fatigue behavior of JLF-1 steel at elevated temperatures. *Fusion Engineering & Design*, 81 :241–245.
- [Li et al., 2007] Li, H., Nishimura, A., Muroga, T., and Nagasaka, T. (2007). Microstructural analysis on JLF-1 steel tested by fatigue deformation. *Journal of Nuclear Materials*, in Press.
- [Li, 1960] Li, J. (1960). Some elastic properties of an edge dislocation wall. *Acta Metallurgica*, 8.
- [Li, 1963] Li, J. (1963). Petch relation and grain boundary sources. *Transactions of the Metallurgical Society of Aime*, 227 :239–247.
- [Lundin et al., 2000] Lundin, L., Hattestrand, M., and Andren, H. (2000). Redistribution of elements during ageing and creep testing of 9-12% chromium steels. In *Parsons 2000 advanced materials for 21st century turbines and power plant. Proceedings of the fifth international Charles Parsons turbine conference*, pages 603–617.
- [Madec and Kubin, 2004a] Madec, R. and Kubin, L. (2004a). Dislocation dynamics in bcc metals : interaction strengths in the athermal regime. In *Proceedings of the 3<sup>rd</sup> International Conference Computational Modeling and Simulation of materials*, P. Vincenzini and A. Lami Editors.
- [Madec and Kubin, 2004b] Madec, R. and Kubin, L. (2004b). *Solid Mechanics and its applications Vol 115*, pages 69–78. Kluwer Academic Publishers.
- [Man et al., 2002] Man, J., Obrtlík, K., Blochwitz, C., and Polak, J. (2002). Atomic force microscopy of surface relief in individual grains of fatigued 316L austenitic stainless steel. *Acta Materialia*, 50 :3767–3780.
- [Mannan and Valsan, 2006] Mannan, S. and Valsan, M. (2006). High-temperature low cycle fatigue, creep-fatigue and thermomechanical fatigue of steels and their welds. *International Journal of Mechanical Sciences*, 48 :160–175.
- [Mathis and Rauch, 2007] Mathis, K. and Rauch, E. (2007). Microstructural characterization of a fine-grained ultra low carbon steel. *Materials Science & Engineering A*, 462 :248–252.
- [Mottot and Noblecourt, 2004] Mottot, M. and Noblecourt, M. (2004). Durée de vie en fatigue des aciers 9Cr-1Mo. Interaction fatigue-fluage. Avancement des études au 01/01/2004. Note technique CEA/DEN/DMN/SRMA/LC2M/NT/2004-2613.
- [Mughrabi, 2001] Mughrabi, H. (2001). Self-consistent experimental determination of the dislocation line tension and long-range internal stresses in deformed copper crystals by analysis of dislocation curvatures. *Materials Science & Engineering A*, 309-310 :237–245.
- [Mughrabi and Pschenitzka, 2007] Mughrabi, H. and Pschenitzka, F. (2007). Bowing out of edge dislocation segments from D–Multipolar Edge Dislocation Bundles and Walls. *Materials Science & Engineering A*, in Press.

- [Nagesha et al., 2002] Nagesha, A., Valsan, M., Kannan, R., Bhanu Sankara Rao, K., and Mannan, S. (2002). Influence of temperature on the low cycle fatigue behaviour of a modified 9Cr-1Mo ferritic steel. *International Journal of Fatigue*, 24 :1285–1293.
- [Orlova et al., 1998] Orlova, A., Bursik, J., Kucharova, K., and Sklenicka, V. (1998). Microstructural development during high temperature creep of 9%Cr steel. *Materials Science & Engineering A*, 245 :39–48.
- [Pantleon, 2001] Pantleon, W. (2001). The evolution of disorientations for several types of boundaries. *Materials Science & Engineering A*, 319-321 :211–215.
- [Pantleon and Hansen, 2001] Pantleon, W. and Hansen, N. (2001). Dislocation boundaries - The distribution function of disorientation angles. *Acta Materialia*, 49 :1479–1493.
- [Pantleon and Stoyan, 2000] Pantleon, W. and Stoyan, D. (2000). Correlations between disorientations in neighbouring dislocation boundaries. *Acta Materialia*, 48 :3005–3014.
- [Park et al., 2001] Park, J., Kim, S., and Lee, C. (2001). Effect of W addition on the low cycle fatigue behavior of high Cr ferritic steels. *Materials Science & Engineering A*, 298 :127–136.
- [Peeters et al., 2002] Peeters, B., Kalidindi, S., Teodosiu, C., Van Houtte, P., and Aernoudt, E. (2002). A theoretical investigation of the influence of dislocation sheets on evolution of yield surfaces in single-phase B.C.C. polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 50 :783–807.
- [Pesicka et al., 2004] Pesicka, J., Dronhofer, A., and Eggeler, G. (2004). Free dislocations and boundary dislocations in tempered martensite ferritic steels. *Materials Science & Engineering A*, 387-389 :176–180.
- [Pesicka et al., 2003] Pesicka, J., Kuzel, R., Dronhofer, A., and Eggeler, G. (2003). Long-term creep behavior of 9-12%Cr power plant steels. *Acta Materialia*, 51 :4847–4862.
- [Pilvin, 1994] Pilvin, P. (1994). The contribution of micromechanical approaches to the modelling of the inelastic behaviour of polycrystals. In *Proceedings of the international conference on biaxial/multiaxial fatigue, ESIS/SF2M*.
- [Pilvin and Geyer, 1997] Pilvin, P. and Geyer, P. (1997). Modelling of uniaxial and multiaxial ratchetting of stainless steel 316 SPH by a micromechanical approach. In *Transactions of the 14th international conference on structural mechanics in reactor technology*.
- [Polcik et al., 1999] Polcik, P., Sailer, T., Blum, W., Straub, S., Bursik, J., and Orlova, A. (1999). On the microstructural development of the tempered martensitic Cr-steel P 91 during long-term creep - a comparison of data. *Materials Science & Engineering A*, 260 :252–259.
- [Priester, 2006] Priester, L. (2006). *Les joints de grains. De la théorie à l'ingénierie*. EDP Sciences, Paris.

- [Qin et al., 2003] Qin, Y., Götz, G., and Blum, W. (2003). Subgrain structure during annealing and creep of the cast martensitic Cr-steel G-X12CrMoWVNbN 10-1-1. *Materials Science & Engineering A*, 341 :211–215.
- [Randle and Owen, 2006] Randle, V. and Owen, G. (2006). Mechanisms of grain boundary engineering. *Acta Materialia*, 54 :1777–1783.
- [Rauch and Dupuy, 2005] Rauch, E. and Dupuy, L. (2005). *Acta Metall. Mater.*, 50 :87–89.
- [Rauch and Vernon, 2005] Rauch, E. and Vernon, M. (2005). *J. Mater. Sci. Eng. Tech.*, 36 :552–556.
- [Read and Shockley, 1950] Read, W. and Shockley, W. (1950). *Physical Review*, 78 :275–287.
- [Rousselier and Leclercq, 2006] Rousselier, G. and Leclercq, S. (2006). A simplified "polycrystalline" model for viscoplastic damage finite element analyses. *International Journal of Plasticity*, 22 :685–712.
- [Sachs, 1928] Sachs, G. (1928). *Zeitschrift Verein. Deut. Ing.*, 2 :734–736.
- [Sakasegawa et al., 2002] Sakasegawa, H., Hirose, T., Kohyama, A., Katoh, Y., Harada, T., and Asakura, K. (2002). Microstructural stability of reduced activation ferritic/martensitic steels under high temperature and stress cycling. *Fusion Engineering and Design*, 61-62 :671–675.
- [Sauzay, 2007] Sauzay, M. (2007). Cubic elasticity and stress distribution at the free surface of polycrystals. *Acta Materialia*, 55 :1193–1202.
- [Sauzay et al., 2005] Sauzay, M., Brillet, H., Monnet, I., Mottot, M., Barcelo, F., Fournier, B., and Pineau, A. (2005). Cyclically induced softening due to low-angle boundary annihilation in a martensitic steel. *Materials Science & Engineering A*, 400-401 :241–244.
- [Sauzay et al., 2007] Sauzay, M., Fournier, B., Mottot, M., Pineau, A., and Monnet, I. (2007). Cyclic Softening of Martensitic Steels at high-temperature. Experiments and Physically-Based Modelling. *Materials Science & Engineering A*, in Press.
- [Sawada et al., 1997] Sawada, K., Kubo, K., and Abe, F. (1997). Evolution of microstructure and acceleration of creep rate in tempered martensitic 9Cr-W steels. *Materials Science & Engineering A*, 234-236 :1045–1048.
- [Sawada et al., 2001] Sawada, K., Kubo, K., and Abe, F. (2001). Creep behavior and stability of MX precipitates at high temperature in 9Cr-0.5Mo-1.8W-VNb steel. *Materials Science & Engineering A*, 319-321 :784–787.
- [Sedlacek and Blum, 2002] Sedlacek, R. and Blum, W. (2002). Microstructure-based constitutive law of plastic deformation. *Computational Materials Science*, 25 :200–206.
- [Shankar et al., 2006] Shankar, V., Valsan, M., Bhanu Sankara Rao, K., Kannan, R., Man- nan, S., and Pathak, S. (2006). Low cycle fatigue behavior and microstructural evolution of modified 9Cr-1Mo ferritic steel. *Materials Science & Engineering A*, 437 :413–422.

- [Shigesato and Rauch, 2007] Shigesato, G. and Rauch, E. (2007). Dislocation structure misorientations measured with an automated electron diffraction pattern indexing tool. *Materials Science & Engineering A*, 462 :402–406.
- [Shvindlerman and Gottstein, 2006] Shvindlerman, L. and Gottstein, G. (2006). Unexplored topics and potentials of grain boundary engineering. *Scripta Materialia*, 54 :1041–1045.
- [Sklenicka et al., 2003] Sklenicka, V., Kucharova, K., Svoboda, M., Kloc, L., Bursik, J., and Kroupa, A. (2003). Long-term creep behavior of 9-12%Cr power plant steels. *Materials Characterization*, 51 :35–48.
- [Spigarelli et al., 1999] Spigarelli, S., Cerri, E., Bianchi, P., and Evangelista, E. (1999). Interpretation of creep behaviour of a 9Cr-Mo-Nb-V-N (T91) steel using threshold stress concept. *Materials Science and Technology*, 15 :1433–1440.
- [Spigarelli et al., 1997] Spigarelli, S., Kloc, L., and Bontempi, P. (1997). Analysis of creep curves in a 9Cr-1Mo modified steel by means of simple constitutive equations. *Scripta Materialia*, 37 :399–404.
- [Sutton, 1998] Sutton, A. Balluffi, R. (1998). *Interfaces in crystalline materials*. Oxford Science Publications.
- [Suzuki et al., 2003] Suzuki, K., Kumai, S., Toda, Y., Kushima, H., and Kimura, K. (2003). Two phase separation of primary MX carbonitride during tempering in creep resistant 9Cr1Mo-NbV steel. *ISIJ*, 43 :1089–1094.
- [Tabourot et al., 1998] Tabourot, L., Fivel, M., and Rauch, E. (1998). Use of mesoscopic simulations to model the dislocation densities evolution law. In *Proceedings of the 19<sup>th</sup> Rise International Symposium on Materials Science : Modelling of structure and mechanics of materials from microscale to product*.
- [Taylor, 1938] Taylor, G. (1938). Plastic strains in metals. *J. Inst. Metals*, 62 :307–324.
- [Ukai and Ohtsuka, 2007] Ukai, S. and Ohtsuka, S. (2007). Low cycle fatigue properties of ODS ferritic-martensitic steels at high temperature. *Journal of Nuclear Materials*, Accepted Manuscript.
- [Vasina et al., 1995] Vasina, R., Lukas, P., Kunz, L., and Sklenicka, V. (1995). Interaction of high cycle fatigue and creep in 9%Cr-1Mo steel at elevated temperature. *Fatigue Fract. Engng Mater. Struct.*, 18 :27–35.
- [Velay et al., 2006] Velay, V., Bernhart, G., and Penazzi, L. (2006). Cyclic behavior modeling of a tempered martensitic hot work tool steel. *International Journal of Plasticity*, 22 :459–496.
- [Vengrenovich et al., 2002] Vengrenovich, R., Gudyma, Y., and Yarema, S. (2002). Ostwald ripening under dislocation diffusion. *Scripta Materialia*, 46 :363–367.
- [Verleene et al., 2006] Verleene, A., Vogt, J.-B., Serre, I., and Legris, A. (2006). Low cycle fatigue behaviour of T91 martensitic steel at 300°C in air and in liquid lead bismuth eutectic. *International Journal of Fatigue*, 28 :843–851.

- [WESTERN ELECTRIC, 1956] WESTERN ELECTRIC (1956). *Statistical Quality Handbook*. AT&T, Indianapolis, IN.
- [Yoshida, 2000] Yoshida, F. (2000). A constitutive model of cyclic plasticity. *International Journal of Plasticity*, 16 :359–380.
- [Zeghadi, 2005] Zeghadi, A. (2005). *Effet de la morphologie tri-dimensionnelle et de la taille de grain sur le comportement mécanique d'agrégats polycristallins*. PhD thesis, Ecole des Mines de Paris.
- [Zhou et al., 2005] Zhou, D., Moosbrugger, J., Jia, Y., and Morrison, D. (2005). A sub-structure mixtures model for the cyclic plasticity of single slip oriented nickel single crystal at low plastic strain amplitudes. *International Journal of Plasticity*, 21 :2344–2368.





## Chapitre 3

# Endommagement et durée de vie

*Ce troisième chapitre, à l'instar du précédent, s'ouvre sur une revue bibliographique des données en fluage, fatigue, fatigue-fluage et fatigue-relaxation, relatives aux aciers à 9-12%Cr et disponibles dans la littérature. L'influence de la température, du niveau de déformation, de la vitesse de sollicitation, des temps de maintien et de l'environnement sur la durée de vie ainsi que sur la nature, l'amorçage et la propagation de l'endommagement y sont décrites. Cet état de l'art à l'esprit, je présenterai, dans un second temps, l'ensemble des durées de vie obtenues au sein de cette étude. Afin de mieux comprendre les mécanismes d'endommagement régissant ces durées de vie, je résumerai les résultats d'observations menées (MEB, optique, AFM...). C'est sur la base de ces mécanismes que je proposerai dans une troisième partie un modèle de prévision de durée de vie en fatigue-fluage et que je le comparerai aux résultats expérimentaux. Finalement, des essais menés sous différentes atmosphères, de même qu'une comparaison avec les données de la littérature, me permettront de discuter ces résultats ainsi que les capacités d'extrapolation dudit modèle. Une large partie des résultats présentés au sein de ce chapitre ont été publiés au sein de trois articles parus ou à paraître [Fournier et al., 2006b, Fournier et al., 2007b, Fournier et al., 2007c].*

## 3.1 Etat de l'art.

### 3.1.1 Durées de vie en fluage.

Comme je l'évoquai au chapitre précédent, la tenue au fluage des aciers à 9-12%Cr est un sujet à part entière que je me contenterai ici d'effleurer, avec pour optique de fournir l'ensemble des données nécessaires pour aborder les problématiques de fatigue-fluage. Ainsi, même si de larges bases de données (comme par exemple celles de l'European Creep Collaborative Committee) existent concernant les durées de vie en fluage des aciers à 9-12%Cr, je me bornerai, dans un souci de concision, à commenter les résultats fournis par les références rassemblées dans le tableau 3.1.

Références	Nuance	T(°C)	Contrainte (MPa)
[NRIM, 1993]	P91	500 ; 550 ; 600 ; 650	60-320
[NIMS, 2002]	9Cr-2W	650	120-200
[NRIM, 1991]	SUH616-B	500 ; 550 ; 600	150-500
[Ennis and Czyska-Filemonowicz, 2002]	P91 ; P92	600	90-200
[Kimura et al., 2000]	P91	550-725	100-160
[Sklenicka et al., 2003]	P91 ; P92 ; TAF650	600 ; 650	70-350
[Barker et al., 1986]	9Cr1Mo	525	150-200
[Lindau et al., 2002, Fernandez et al., 2005, Lindau et al., 2005]	Eurofer ; F82H ; ODS	450-650	NC
[Kim et al., 2004]	10Cr-1.2MoVNb + différentes teneurs en N	600 ; 650	80-220
[Asada et al., 1994]	P91	500-600	120-350
[Raj et al., 2004]	P91	550 ; 600 ; 650	70-250
[Gaffard, 2005]	P91	450-625	60-400
[Kubon et al., 2000]	P91 ; 11Cr- 1MoVNbN ; 12Cr-1MoV	450-600	60-500
[Abe et al., 2001]	P91 ; P92	550-725	30-250

**TAB. 3.1** : Références présentant des durées de vie en fluage pour les aciers à 9-12%Cr.  
NC : non communiqué.

Une étude rigoureuse de la tenue en fluage nécessite évidemment de prendre en

compte et de quantifier la forte dispersion inhérente à ce type de données. L'optique du présent paragraphe étant bien moins ambitieuse, je soulignerai simplement des tendances générales se basant sur des valeurs moyennes.

L'influence de la température sur la durée de vie de l'acier P91 est illustrée figure 3.1. On peut constater qu'une augmentation de 50°C de la température d'essai peut réduire de 1 à 2 ordres de grandeur la durée de vie. Cette figure illustre, en outre, le fait qu'extrapoler les durées de vie à partir de la seule connaissance des essais à forte contrainte se révèle fort périlleux, puisque, passée une contrainte seuil, la courbe  $\sigma = f(t)$  s'infléchit fortement menant à des extrapolations trop optimistes. Cette inflexion est à rapprocher de la transition entre les deux régimes de déformation (diffusion ou glissement) mise en évidence au chapitre précédent, ainsi qu'à la précipitation de nouvelles phases (phases de Laves, phase Z).

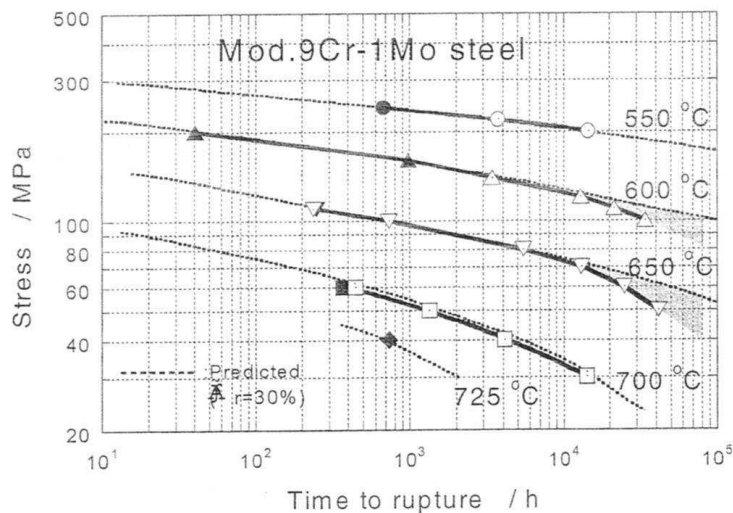


FIG. 3.1 : Influence de la température sur la durée de vie en fluage du P91 [Abe et al., 2001].

En termes de vitesse de fluage stationnaire, le chapitre précédent montrait que le P92 était significativement meilleur que le P91. Cette différence se traduit en termes de durées de vie, comme l'illustre la figure 3.2 à 600°C [Ennis and Czynska-Filemonowicz, 2002]. Outre ces deux aciers, de nombreuses nuances avancées sont aujourd'hui à l'étude, faisant intervenir divers éléments d'addition. La figure 3.3 comporte deux graphiques illustrant le gain, parfois très conséquent, que de petites modifications de composition peuvent apporter. Cependant ces gains, obtenus à forte contrainte, se transforment parfois en perte de résistance à plus basse contrainte, comme dans le cas du TAF650. Kim et al. [Kim et al., 2004] se sont, par exemple, attachés à étudier l'influence de la teneur en azote des 9%Cr sur leur tenue au fluage (figure 3.4). Ils montrent que, dans la gamme étudiée une teneur optimale autour de 0.08%N existe. La figure 3.5, quant à elle, présente

l'influence du niobium, de l'aluminium et de l'azote sur la résistance au fluage à 600°C (i.e. la contrainte pour laquelle la durée de vie atteint 100000h). On peut ainsi constater que, si l'aluminium et le niobium se révèlent néfastes pour la tenue au fluage, l'azote, quant à lui, semble améliorer cette dernière.

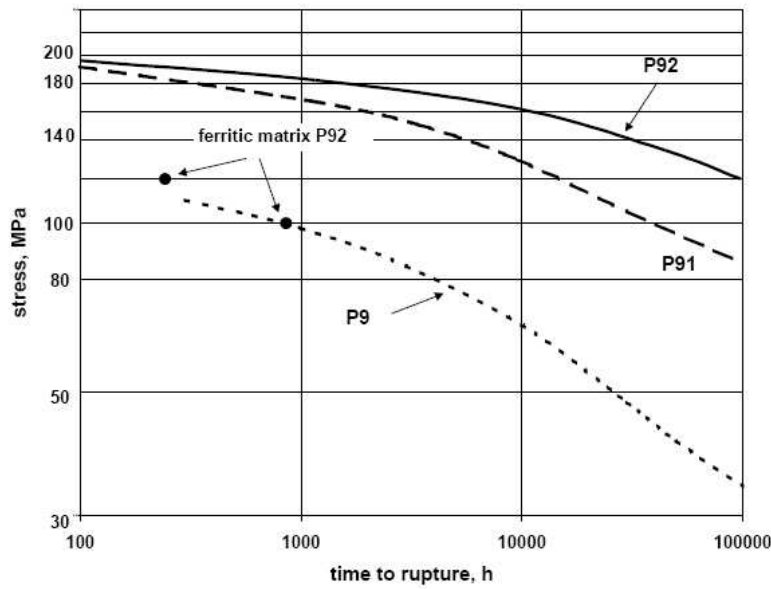


FIG. 3.2 : Durées de vie à 600°C de trois nuances commerciales d'aciers à 9%Cr [Ennis and Czyska-Filemonowicz, 2002].

Outre les éléments d'addition, une autre piste est aussi explorée afin d'offrir de meilleures propriétés en fluage. Il s'agit des aciers à dispersion d'oxydes, dits ODS, qui, comme l'illustre la figure 3.6, offrent des perspectives intéressantes par rapport à des nuances classiques.

Le vieillissement à haute température est aussi un facteur déterminant la durée de vie finale des aciers à 9-12%Cr en fluage, comme l'illustrent Sklenicka et al. [Sklenicka et al., 2003] sur la figure 3.7. En effet, entre un matériau vieilli 10000h à 650°C et le matériau à l'état trempé revenu, à contrainte égale, la durée de vie en fluage peut différer d'un facteur 5 à 10.

### 3.1.2 Durées de vie en fatigue et fatigue-fluage.

Les aciers martensitiques à 9-12%Cr ont été abondamment étudiés en fatigue et en fatigue-relaxation dans le domaine des hautes températures. Ainsi de nombreuses références, qu'il s'agisse de revues assez générales ou de travaux de recherche spécifiques, fournissent des valeurs de durée de vie ( $N_r$ ) pour ces matériaux. Du fait du

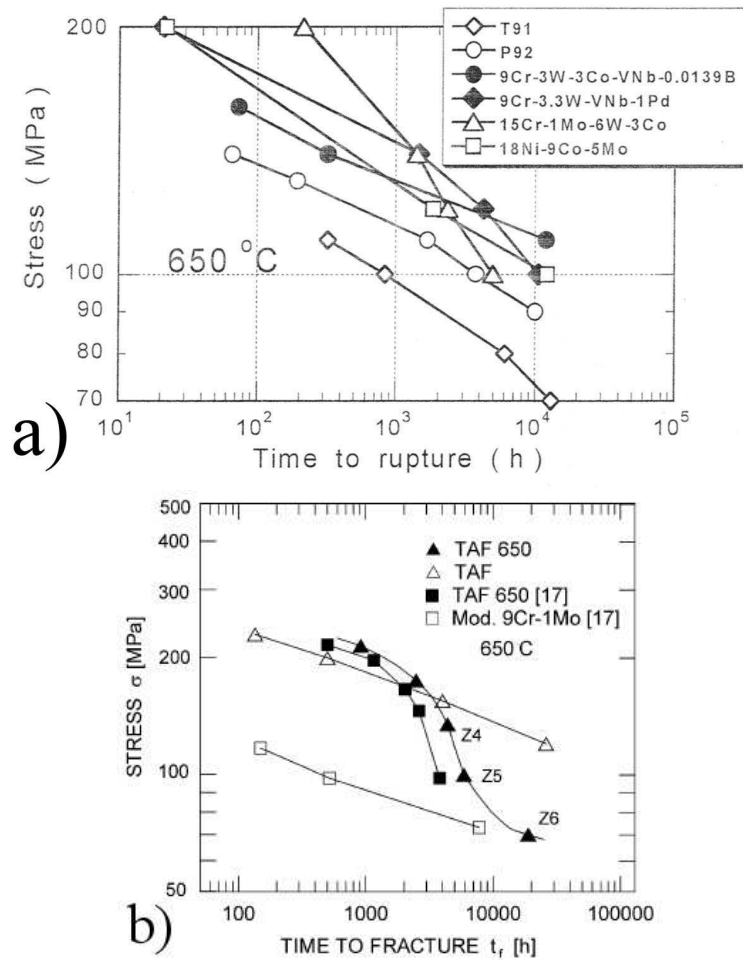


FIG. 3.3 : Comparaison de la durée de vie en fluage à 650°C entre diverses nuances commerciales et avancées [Abe et al., 2001, Sklenicka et al., 2003].

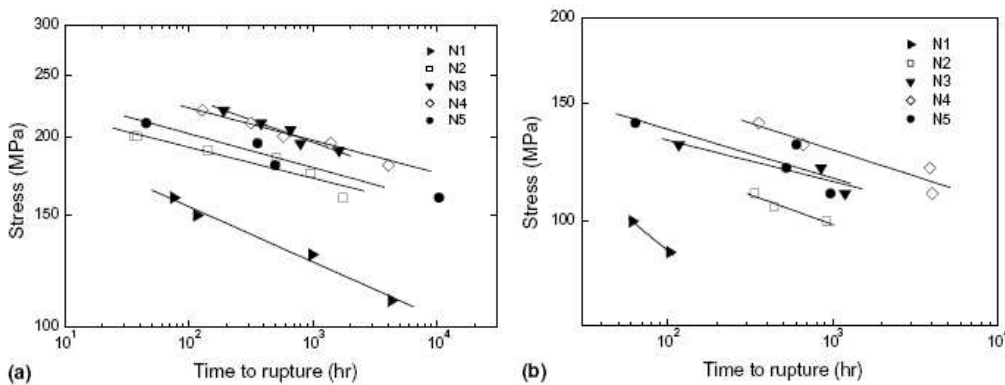


FIG. 3.4 : Influence de la teneur en N des aciers à 9%Cr sur leur tenue au fluage a) à 600°C et b) 650°C. N1 : 0.003%N, N2 : 0.02%N, N3 : 0.045%N, N4 : 0.079%N, N5 : 0.093%N [Kim et al., 2004].

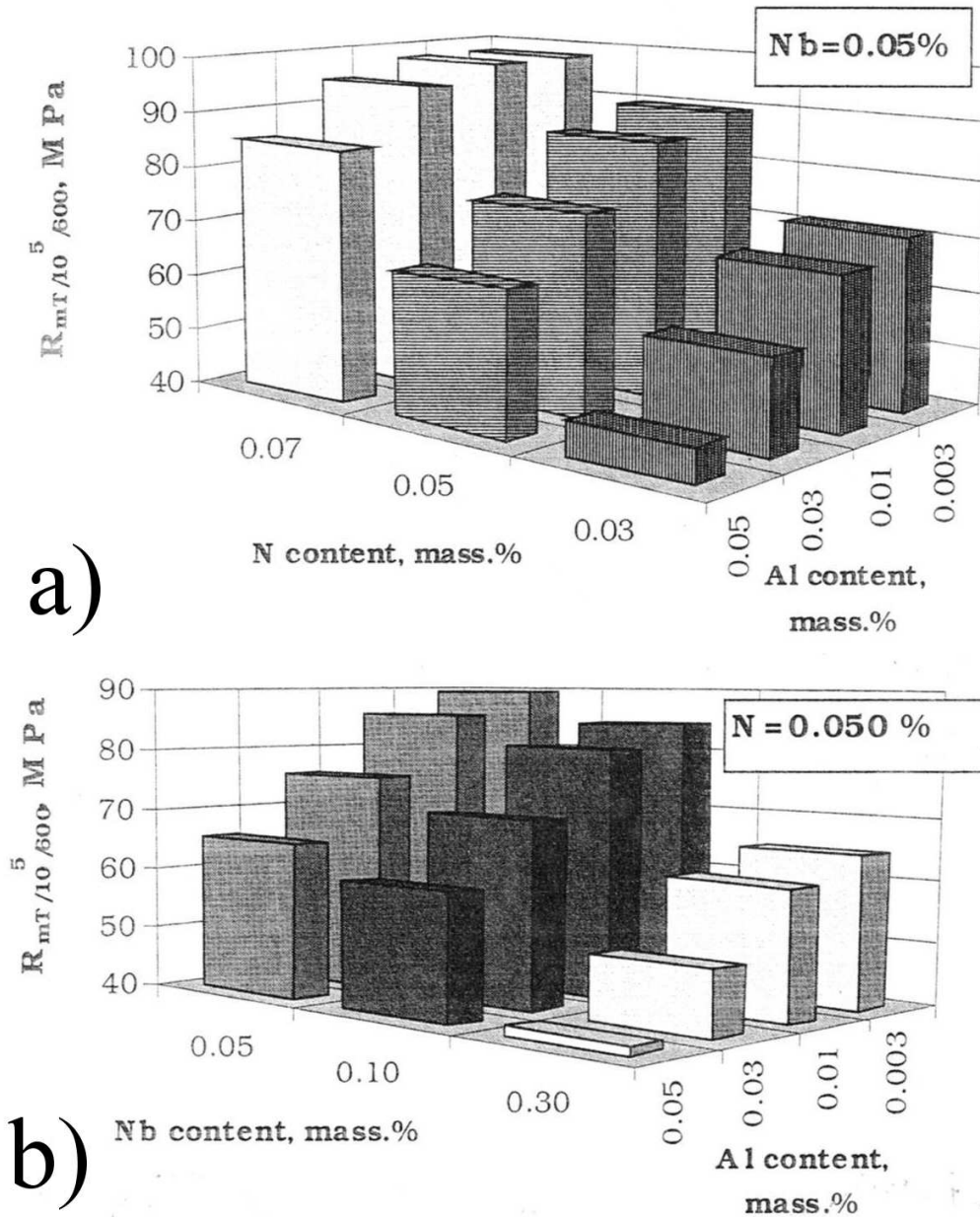


FIG. 3.5 : Influence de la teneur en N, Nb et Al des aciers à 9%Cr sur leur tenue au fluage caractérisée par la contrainte menant à rupture en 100000h à 600°C [Kubon et al., 2000].

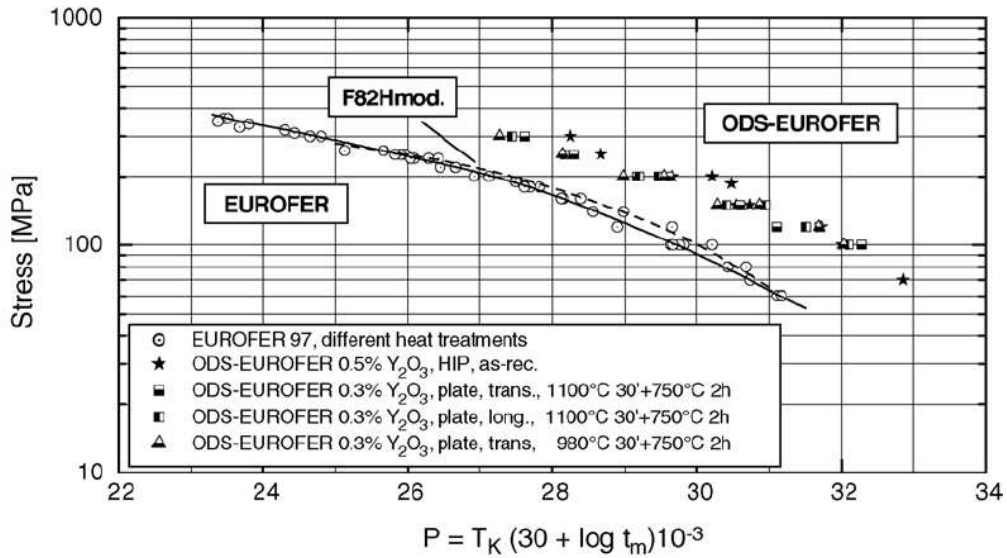


FIG. 3.6 : Comparaison des durées de vie en fluage d'un acier à 9%Cr classique (Eurofer), avec un acier à 9%Cr renforcé par dispersion d'oxydes (Eurofer-ODS) [Lindau et al., 2005].

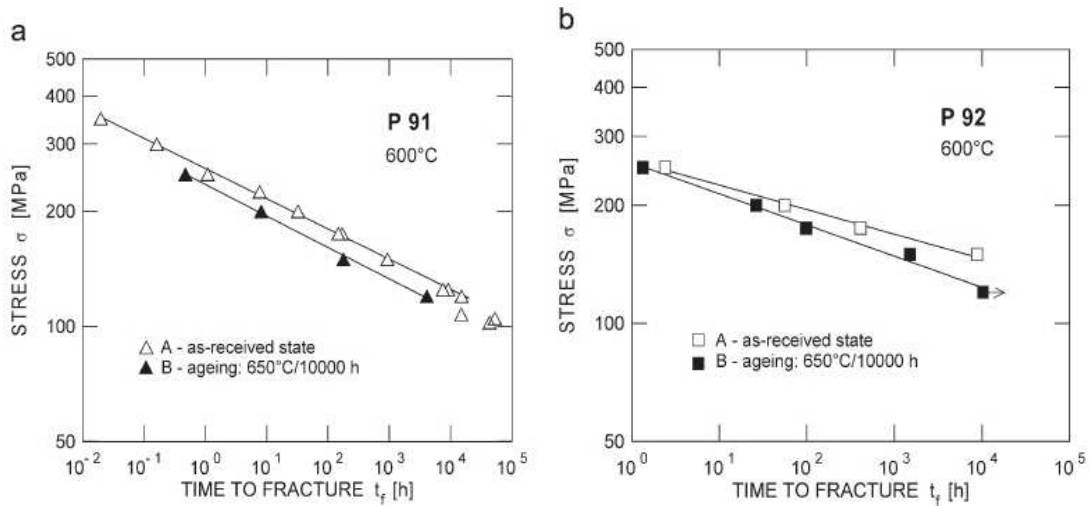


FIG. 3.7 : Influence d'un vieillissement sur la durée de vie en fluage à 600°C a) d'un P91 et b) d'un P92 [Sklenicka et al., 2003].

large panel d'applications au sein desquelles les aciers à 9-12%Cr sont utilisés, les données disponibles dans la littérature couvrent une gamme étendue de températures (de l'ambiante à 700°C), de niveaux de déformation ( $0.2 \leq \Delta\epsilon_t \leq 4\%$ ), d'environnements (air, vide, eutectique PbBi,...), de vitesses de sollicitation ( $10^{-6} \leq \dot{\epsilon} \leq 10^{-2} s^{-1}$ ), de temps de maintien ( $1 \text{ min} \leq t_m \leq 10 \text{ h}$ ) ou encore de nuances. Le tableau 3.2 présente un récapitulatif de l'ensemble des données qui ont pu être rassemblées au cours de cette étude, en fournissant leur source ainsi que le détail des résultats qui y sont rapportés. Si cette base de données est probablement loin d'être exhaustive, elle réunit néanmoins plus de 800 valeurs de durées de vie. Une telle richesse en termes de données de fatigue est évidemment très rare, voire inespérée. Explorer cette base dans le détail et comparer l'ensemble des conclusions auxquelles aboutissent les études citées dans le tableau 3.2 avec la totalité des données disponibles est une tentation à laquelle je me garderai de céder dans un souci de concision. Afin de rester synthétique, je me contenterai donc de mettre en lumière les principales tendances et les paramètres les plus influents. Ainsi, après avoir abordé la question de la dispersion des données et les effets de nuance, j'étudierai l'influence de la température, du temps de maintien, de la vitesse de déformation et de l'environnement sur les durées de vie en fatigue.



Référence	Nuance	Traitements thermiques	Température (°C)	Type d'essais	Sens de maintien	Durée de maintien (min)	$\Delta\varepsilon_t$ (%)	Atmosphère
[Mottot and Noblecourt, 2004]	P91	1070°C (7h) 760°C (8h) ou 1050°C (30min) 750°C (1h)	20/400/550	PF RF CF	T ou C	0.5-30	0.4-1	air
[Tavassoli et al., 1997]	P91	NC	538/550	PF RF	T ou C	30-120	0.3-1.5	air
[Gieseke et al., 1993]	P91	1040°C (1h) 760°C	538	PF RF	T ou C	15-60	0.5-0.8	air et vide ( $2.10^{-4}$ Pa)
[Nagesha et al., 2002]	P91	1040°C (1h) 760°C (1h)	500/550/600	PF	∅	∅	0.5-2	air
[Kim and Weertman, 1988]	P91	1038°C (1h) 760°C (1h)	593	PF RF	T ou C	2	0.7-2.5	air et vide ( $10^{-3}$ Pa)
[Aoto et al., 1994]	P91	NC	500/550	PF RF	T	10-60	0.5-1	air
[Ebi and McEvily, 1984]	P91	1038°C (1h) 760°C (1h)	538	PF	∅	∅	0.5-1.6	air et vide ( $5.10^{-3}$ Pa)
[Hecht, 1992]	P91	1040°C (1h) 760°C (90min)	600/660	RF	T ou C	2	0.5-1.6	air et vide (1 et $10^{-3}$ Pa)
<i>A suivre...</i>								

Référence	Nuance	Traitements thermiques	Température (°C)	Type d'essais	Sens de maintien	Durée de maintien (min)	$\Delta \epsilon_t$ (%)	Atmosphère
<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>
[Asada, 1993]	P91	1060°C (1h) 760°C (1h)	600	PF RF	T ou C	10	0.5-1.4	air et vide (0, 1.10 <sup>-6</sup> Pa)
[Asada et al., 1994]	P91	1060°C (1h) 760°C (1h)	550	PF RF	T ou C	1-60	0.5-1	air
[Park et al., 2001]	P91 ; 9Cr0.2Mo1.2W ; 9Cr0.2Mo1.8W ; 9Cr0.2Mo2.7W	1050°C (1h) 750°C (1h)	20-600	PF	∅	∅	1-3	air
[Li et al., 2006]	JLF-1	1050°C (1h) 780°C (1h)	20-400	PF	∅	∅	0.6-4	air et vide (5.10 <sup>-3</sup> Pa)
[Lindau et al., 2002]	Eurofer ; F82H	980°C (27min) 760°C (90min)	250	PF	∅	∅	0.5-1.5	vide (3.10 <sup>-3</sup> Pa)
[Verleene et al., 2006]	T91	1050°C (1h) 750°C (1h)	300	PF	∅	∅	0.4-2.7	air et eutectique PbBi
[Earthman et al., 1989]	12CrMoV	1030°C (1h) 700°C (1h)	600	PF	∅	∅	0.55-2	air et vide (10 <sup>-3</sup> Pa)
<i>A suivre...</i>								

Référence	Nuance	Traitements thermiques	Température (°C)	Type d'essais	Sens de maintien	Durée de maintien (min)	$\Delta\epsilon_t$ (%)	Atmosphère
<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>
[Shankar et al., 2006]	P91	1040°C (1h) 760°C (1h)	600	PF RF	T ou C ou T+C	1-10	1.2	air
[Riou, 2006]	P91	NC	500/550	PF RF	T ou C	1-600	0.35- 1.5	air
[Ruggles and Ogata, 1994]	P91	1060°C (90min) 760°C (1h)	20-600	PF RF	T ou C ou T+C	10-60	0.5- 1.4	air
[Filacchioni et al., 2006a]	Eurofer	980°C (30min) 760°C (90min)	20/450/550	PF RF	T ou C ou T+C	0.16- 16.6	0.4-2	air
[NRIM, 1993]	P91	1050°C (10min) 770°C (1h) 740°C (1h)	20-650	PF RF	T	6-60	0.35- 2	air
[NIMS, 2002]	9Cr2W	1060°C (1h) 770°C (2h)	20-700	PF	∅	∅	0.17- 3.5	air
[NRIM, 1991]	12Cr1Mo1W0.3V	1030°C (NC) 630°C (NC)	20-600	PF RF	T	10-60	0.5-2	air
<i>A suivre...</i>								

Référence	Nuance	Traitements thermiques	Température (°C)	Type d'essais	Sens de maintien	Durée de maintien (min)	$\Delta\varepsilon_t$ (%)	Atmosphère
<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>	<i>(suite)</i>
[Mottot, 2001]	P91	1050°C(1h) 750°C(1h)	20-600	PF RF	T ou C	6-600	0.2-2	air
[Nishimura et al., 2000]	JLF-1	1050°C(1h) 780°C(1h)	20	PF	∅	∅	0.4-2	air

TAB. 3.2: Ensemble des références présentant des résultats d'essais de fatigue (PF), fatigue-relaxation (RF) ou fatigue-fluage (CF) sur des aciers à 9-12%Cr. NC : Non communiqué, T : traction, C : compression, ∅ : absence.

### 3.1.2.1 Nature des distributions de durées de vie.

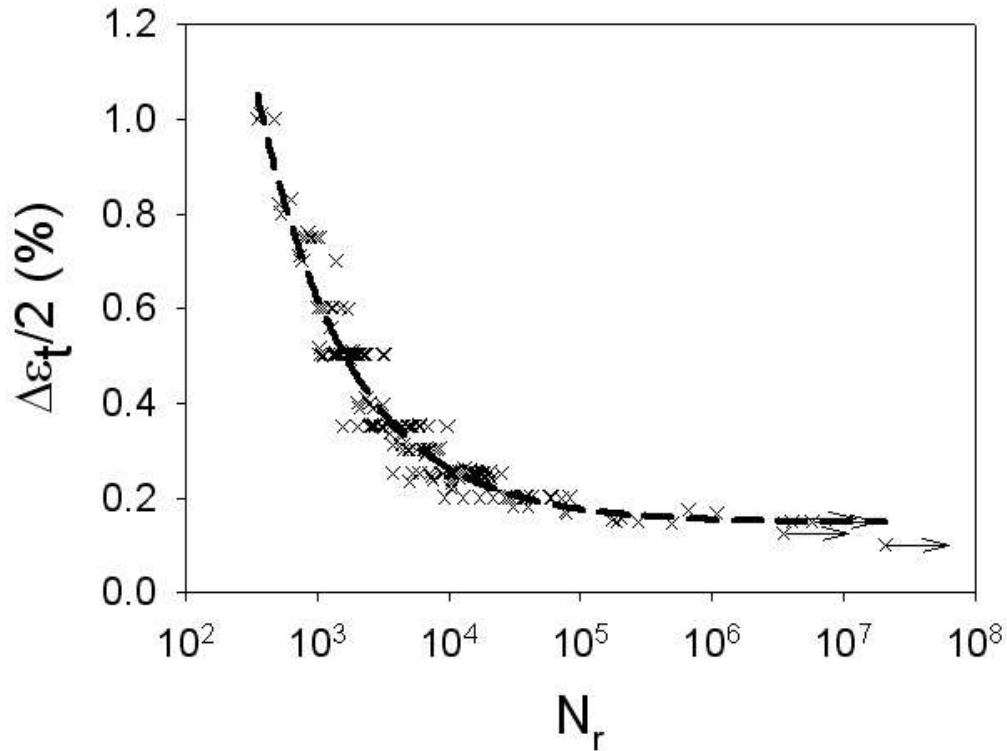
D'un point de vue macroscopique, la durée de vie en fatigue est une variable intrinsèquement aléatoire, obéissant à une loi de probabilité, comme le mentionnait déjà le premier chapitre. La variété des sources, des nuances, des traitements thermiques et des dispositifs expérimentaux qui constituent notre base de données induit évidemment une dispersion supérieure à celle qui serait obtenue dans le cadre d'une étude unique au sein d'un même laboratoire, sur une seule nuance, etc. . . C'est pourquoi il est essentiel de bien appréhender l'étendue de cette dispersion afin de distinguer l'influence des paramètres significatifs du simple bruit statistique. Au sein des données disponibles, le plus grand nombre d'essais a été mené à 550°C, sous air et pour l'acier P91. J'aborderai donc la question de la distribution de durée de vie dans ce cas précis, pour lequel l'incertitude liée à l'échantillonnage est la plus faible. La figure 3.8 présente l'ensemble des durées de vie obtenues dans ces conditions ainsi que la courbe de Langer d'équation :

$$\frac{\Delta \epsilon_f}{2} = \epsilon_0 + \alpha_{\text{Langer}} N_r^{\beta_{\text{Langer}}} \quad (3.1)$$

et qui approche le mieux notre série de données. Si cette courbe reproduit bien la tendance générale, elle reste néanmoins insuffisante pour rendre compte de la dispersion de  $N_r$ . Pour ce faire, il faut, pour chaque niveau de déformation, étudier les statistiques descriptives de la distribution de durées de vie.

Le tableau 3.3 rapporte la valeur des quatre premiers moments (la moyenne, qui caractérise la tendance centrale, l'écart-type mesurant la dispersion, le skewness indiquant le degré de (dis)symétrie et le kurtosis lié à l'aplatissement de la distribution) de ces distributions pour divers niveaux de déformation. Tout d'abord on peut noter que plus le niveau de déformation est faible, plus la dispersion est forte (écart-type :  $std$ ), comme l'illustre la figure 3.9.a. Ce constat, assez fréquent, n'a de sens que comparé à la valeur moyenne ( $\hat{\mu}$ ) de la distribution. De ce fait, on utilise usuellement le ratio  $\frac{3std}{\hat{\mu}}$  dont on donne l'évolution sur la figure 3.9.b. On constate bel et bien que la distribution de durées de vie est d'autant plus étalée que le niveau de déformation est faible. Par ailleurs, si aucun test d'adéquation classique (test du  $\chi^2$ , test de Kolmogorov-Smirnov, test de Lilliefors,...) ne se révèle capable de rejeter l'hypothèse gaussienne pour ces distributions, on peut néanmoins remarquer que les valeurs des troisième et quatrième moments sont assez éloignées de celles d'une loi normale (skewness = 1 et kurtosis = 3), la distribution des durées de vie pour  $\frac{\Delta \epsilon_f}{2} = 0.25\%$  étant par exemple fortement dissymétrique (faible skewness).

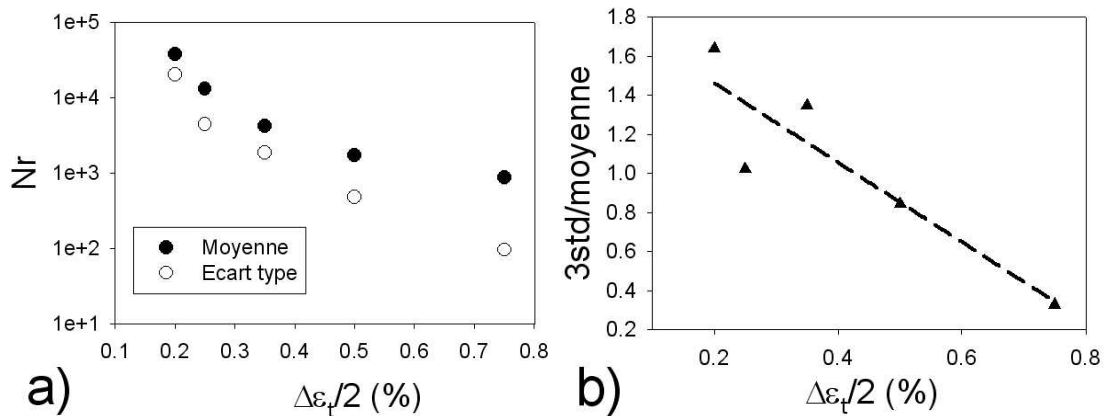
L'hypothèse d'une distribution gaussienne des durées de vie, si fréquemment invoquée, est ici irrémédiablement invalidée lorsque l'on regarde de plus près les distributions de durées de vie dans leur ensemble. La figure 3.10 présente les probabilités cumulées des durées de vie obtenues à quatre niveaux de déformation ainsi que les distributions normales et de Weibull qui les approchent le mieux. La loi normale étant, par définition, infinie à droite et à gauche, cela implique qu'elle considère comme possible l'occurrence



**FIG. 3.8 :** Ensemble des durées de vie disponibles à 550°C sous air pour l'acier P91 provenant des références citées dans le tableau 3.2. La courbe en pointillés est la courbe de Langer approchant au mieux les données.

$\frac{\Delta\varepsilon_t}{2} (\%)$	Nombre de données	moyenne	écart-type	skewness	kurtosis
0.2	15	37460	20471	0.67	2.86
0.25	38	13163	4486	0.19	3.13
0.35	25	4295	1884	1.02	3.92
0.5	44	1739	488	1.01	4.26
0.75	7	881	97	0.60	1.98

**TAB. 3.3 :** Statistiques descriptives des distributions de durées de vie obtenues pour 5 niveaux de déformation à 550°C, sous air pour un acier P91.

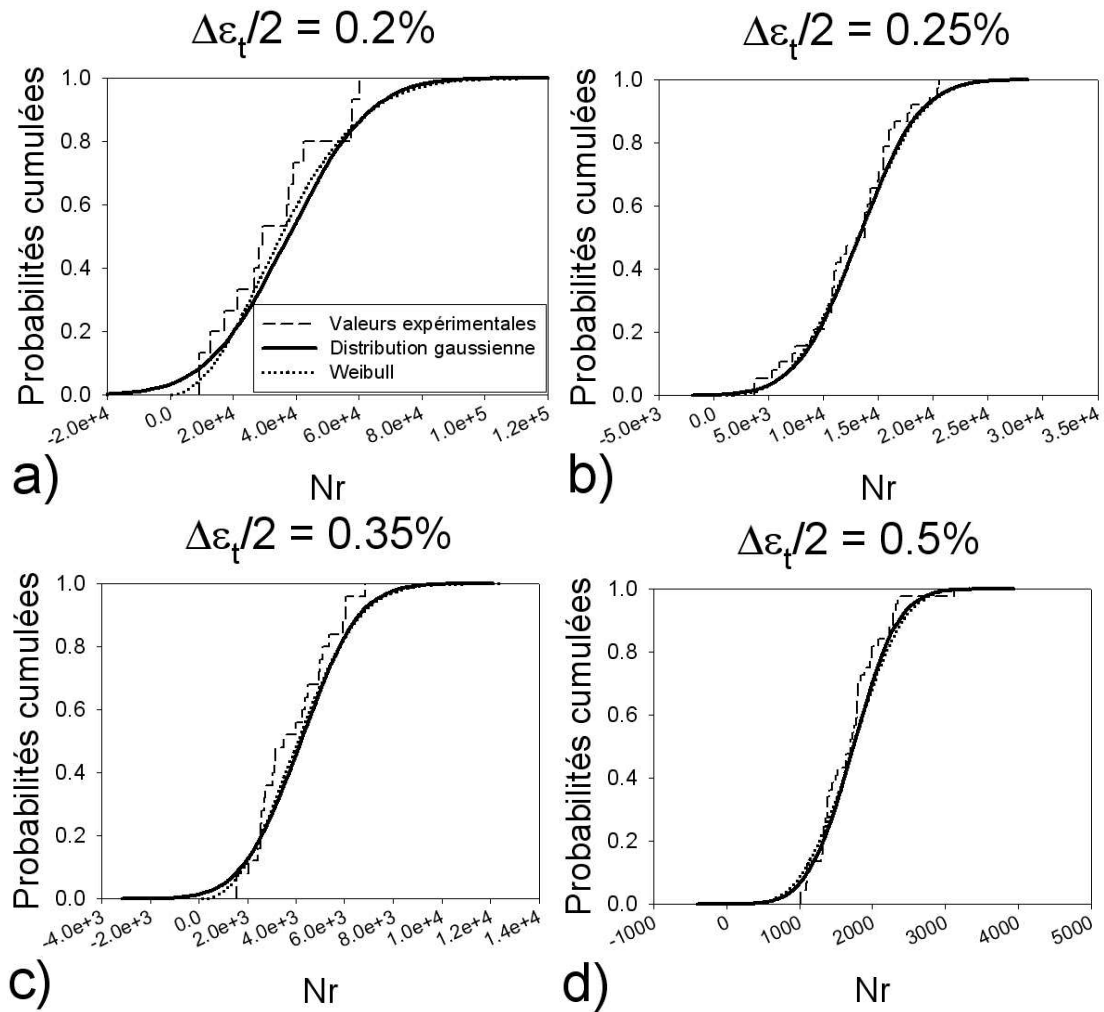


**FIG. 3.9 :** Evolution, en fonction de l'amplitude de déformation, a) de la moyenne ( $\hat{\mu}$ ) et de l'écart type ( $std$ ), ainsi que b) du ratio  $\frac{3std}{\hat{\mu}}$  des distributions de durées de vie pour un acier P91 sollicité à 550°C.

de valeurs négatives. Néanmoins, malgré cette limitation théorique, on utilise souvent cette distribution pour modéliser les durées de vie en fatigue. Ceci peut éventuellement se justifier lorsque la distribution est suffisamment décalée par rapport à 0 et relativement resserrée (de ce fait la probabilité de rencontrer une durée de vie négative est insignifiante). Néanmoins, dans le cas présent, lorsque l'on modélise nos populations de durées de vie par une loi gaussienne, la probabilité de rencontrer des durées de vie négatives (non-sens physique) est loin d'être négligeable, notamment pour  $\frac{\Delta\epsilon_t}{2} = 0.2\%$  et  $0.35\%$ . L'utilisation d'une loi de Weibull à deux paramètres permet d'éviter cet écueil tout en conservant une adéquation équivalente (distances de Kolmogorov-Smirnov similaires). Il est évidemment possible d'améliorer cette adéquation en utilisant une loi de Weibull à trois paramètres, cependant cela requiert d'estimer un seuil en deçà duquel la rupture ne peut se produire. Par ailleurs, des distributions plus souples, comme les Lambda Distributions Généralisées (GLD) [Bigerelle et al., 2006, Bigerelle and Iost, 1999] ont déjà été utilisées avec succès pour modéliser des durées de vie en fatigue. Ces dernières offrent notamment l'avantage d'être bornées à droite et à gauche [Fournier et al., 2007a], considérant ainsi comme impossible l'occurrence de durées de vies infinies en fatigue oligocyclique.

### 3.1.2.2 Influence de la vitesse de déformation.

Les essais de fatigue oligocyclique sont généralement menés à vitesse assez réduite (de l'ordre de  $10^{-3}s^{-1}$ ), ce qui offre un bon compromis entre durée d'essai et représentativité des sollicitations rencontrées en pratique. Par ailleurs, dans le cas d'essais de fatigue-relaxation, comme la partie la plus longue du cycle est, de loin, la phase de maintien, il y a peu d'intérêt à augmenter fortement la vitesse de déformation, comme cela peut être fait dans le cas de la fatigue à très grand nombre de cycles. Néanmoins, dans le cas de



**FIG. 3.10 :** Modélisation des distributions expérimentales de durées de vie (acier P91 à 550°C) par une loi gaussienne et une loi de Weibull (à deux paramètres) pour quatre amplitudes de déformations.



l'industrie nucléaire, où l'utilisation des aciers à 9-12%Cr est pressentie principalement pour les conduites de fluide caloporteur, on peut s'attendre à des vitesses de sollicitation encore plus faibles, du fait de l'inertie thermique du système. Ainsi, il est intéressant d'évaluer l'impact de la vitesse de déformation sur la durée de vie en fatigue. La figure 3.11 compare, à 550 et 600°C, les durées de vie obtenues en fatigue pure sur l'acier P91. Il s'avère que, sur les cinq décades explorées à 550°C, aucune influence de la vitesse de sollicitation n'est mesurable en termes de durée de vie. Et ce, même si la déformation viscoplastique par cycle est supérieure pour les essais les plus lents. A l'inverse, à 600°C, les essais menés à  $10^{-5} s^{-1}$  conduisent systématiquement aux durées de vie les plus courtes. C'est le caractère répétitif de cette différence, observée pour chaque niveau de déformation inférieur à  $\frac{\Delta\varepsilon}{2} = 0.6\%$ , qui rend statistiquement significative cette conclusion.

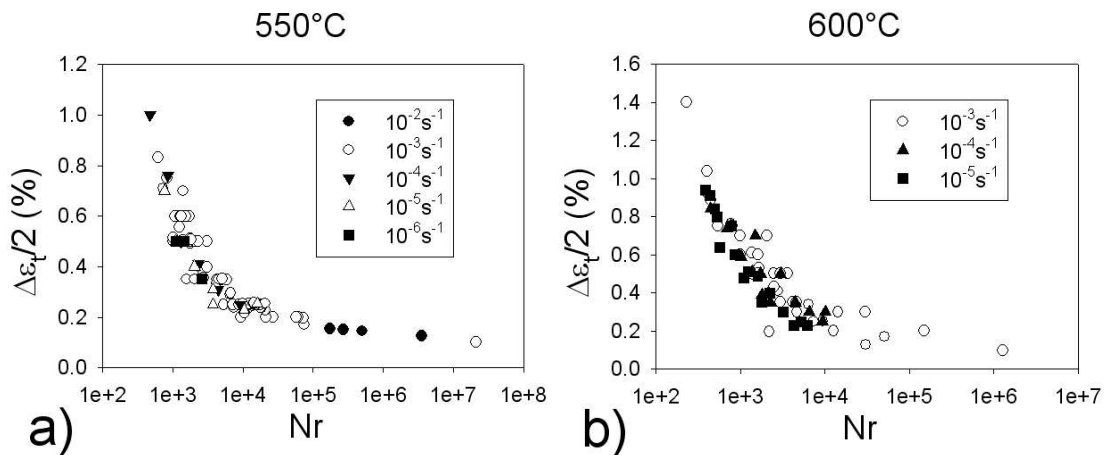


FIG. 3.11 : Influence de la vitesse de déformation sur la durée de vie du P91 en fatigue pure à a) 550°C et b) 600°C.

Ce résultat, couplé au fait qu'aucune différence n'est mesurable à 550°C, suggère qu'à 600°C, pour les vitesses de sollicitation les plus lentes, un mécanisme d'endommagement supplémentaire apparaît. A  $10^{-5} s^{-1}$  un cycle de fatigue dure plusieurs minutes, ce qui mène à plusieurs jours de sollicitation à haute température dans le cas d'essais à faibles niveaux de déformation. On peut ainsi supposer qu'à 600°C, les essais de fatigue pure à très faible vitesse de déformation mènent à des endommagements de fatigue, mais aussi de fluage. Par ailleurs, les évolutions de microstructure (grossissement des sous grains, mais aussi des précipités), évoquées au chapitre précédent, ont davantage de temps pour se produire, pouvant ainsi conduire à une détérioration de la résistance en fatigue.

### 3.1.2.3 Influence de la nuance.

Les différentes nuances d'acier à 9-12%Cr ont, comme nous l'avons évoqué, des résistances au fluage significativement différentes, et c'est sur ce critère qu'elles ont principalement été développées et testées. Cependant, ces différences sont-elles toujours

les mêmes en fatigue et en fatigue-fluage ? En effet, dans le cas d'applications réelles où les sollicitations de fatigue sont couplées à celles de fluage, une nuance optimisée offrant une excellente tenue au fluage, mais une piètre tenue en fatigue pourrait se révéler un très mauvais compromis. A partir des références citées dans le tableau 3.2, la figure 3.12 compare diverses nuances d'aciers à 9-12%Cr en fatigue pure à 4 températures différentes. Pour chaque température, la base de données la plus étendue concerne le P91, qui sera donc notre nuance de référence.

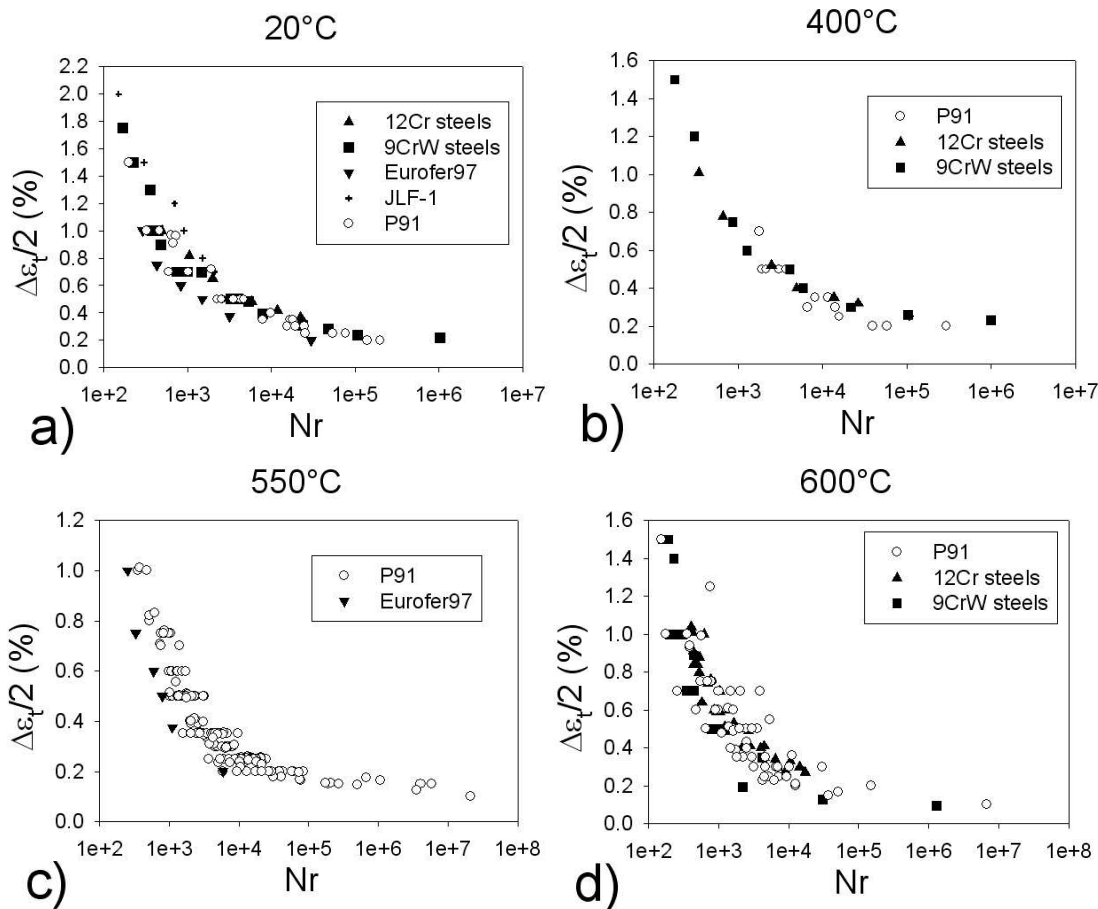


FIG. 3.12 : Influence de la nuance d'acier sur la durée de vie en fatigue pure à a) 20°C, b) 400°C, c) 550°C et d) 600°C.

A température ambiante comme à 550°C, l'Eurofer présente une durée de vie significativement inférieure à celle du P91 et de l'ensemble des autres nuances. Des données sur l'acier JLF-1 ne sont disponibles qu'à température ambiante et semblent indiquer des durées de vie en fatigue légèrement meilleures que celles du P91. Néanmoins, le faible nombre d'essais, ainsi que le fait que seules des amplitudes de déformation élevées aient été testées, ne permettent pas de préjuger des propriétés du JLF-1 soumis à des sollicitations proches de celles en service. De même, à 20 et 400°C les aciers à 9%Cr et contenant

de 1.2 à 2.7%W [NIMS, 2002, Park et al., 2001] présentent une durée de vie plus longue que le P91, et ce pour les faibles amplitudes de déformation  $\frac{\Delta \epsilon_t}{2} \leq 0.3\%$ . Cependant, à 600°C, ce n'est plus du tout le cas, au point que leur durée de vie est nettement plus faible que celle du P91, et ce pour ces mêmes faibles amplitudes de déformation. Par ailleurs, concernant ces mêmes aciers, une étude récente [Park et al., 2001] s'attache à essayer d'évaluer l'impact de la teneur en tungstène sur la durée de vie en fatigue pure (figure 3.13), et conclut à l'existence d'une teneur "optimale" située proche de 1.8%. Enfin, même si les durées de vie obtenues pour les aciers à 12%Cr se situent dans l'intervalle de confiance des durées de vie du P91, on pourra remarquer que celles-ci se situent toujours dans la partie supérieure de cet intervalle, que ce soit à 20, 400 ou 600°C et pour  $\frac{\Delta \epsilon_t}{2} \leq 0.4\%$ . Ceci tendrait à suggérer que les aciers à 12%Cr présentent une résistance à la fatigue légèrement meilleure que ceux à 9%Cr.

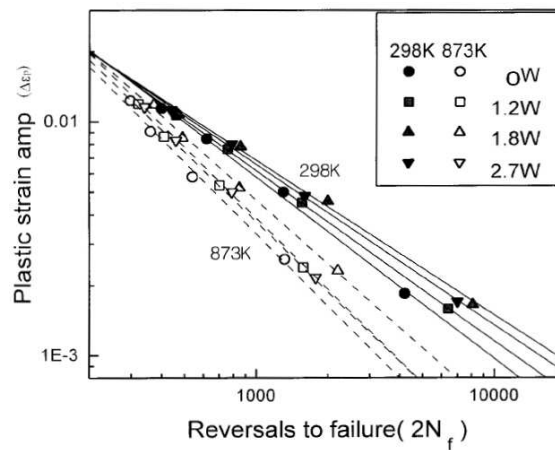


FIG. 3.13 : Influence de la teneur en W des aciers à 9%Cr sur leur durée de vie en fatigue.

Par ailleurs, une étude menée sur produit épais [Choudhary et al., 1996] (les anciens grains austénitiques y sont nettement plus gros que dans un P91 standard), illustre bien l'importance de la microstructure sur la durée de vie. En effet, sur ce matériau ayant une microstructure beaucoup moins fine que le P91 usuel, la durée de vie en fatigue pure est sévèrement réduite. Ainsi, outre la nuance à proprement parler, l'état microstructural du matériau joue un rôle significatif sur la durée de vie en fatigue, comme le notaient déjà Ebi et McEvily [Ebi and McEvily, 1984].

#### 3.1.2.4 Influence de la température.

Une première influence de la température sur la durée de vie est liée à l'effet du vieillissement. Alors que Kim et Weertman [Kim and Weertman, 1988] concluent qu'un vieillissement de 5000h à 593°C ne modifie pas la tenue en fatigue à cette même température, des essais menés sur la même tôle, et rapportés quelques années plus tard [Gieseke et al., 1993], montrent que des vieillissements, de 50000h et 75000h à 538°C et 593°C respectivement, réduisent la durée de vie en fatigue continue (aux

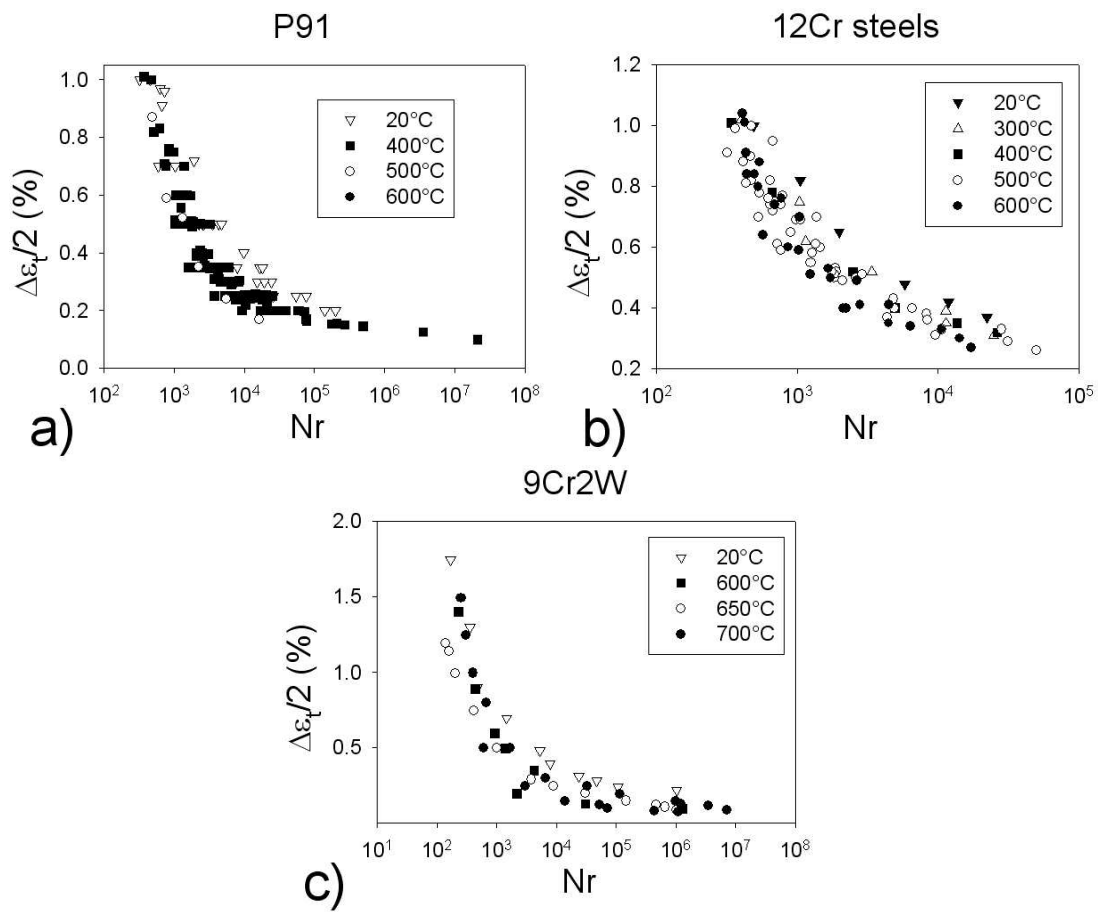
mêmes températures) de 20 et 70%. De ces résultats apparemment contradictoires il serait possible de conclure que seuls de très longs vieillissements sont délétères pour la tenue en fatigue. Néanmoins, comme nous l'avons mentionné au chapitre précédent, un simple vieillissement à 550°C ne modifie pas, ou très peu, la microstructure de ces aciers. En outre, lorsque l'on trace les points obtenus sur des matériaux vieillis, ils restent strictement contenus dans la dispersion expérimentale évaluée à l'aide de l'ensemble des données recueillies sur le P91 (cette dernière étant toutefois aussi liée à la diversité des machines, nuances,... composant notre base de données). Il semblerait donc que les conclusions liées au vieillissement publiées par Gieseke et al. soient par trop pessimistes du fait d'une sous-estimation de la dispersion intrinsèque des durées de vie. Au vu de l'ensemble des données recueillies, il paraît raisonnable de conclure que le vieillissement (à 550°C) n'affecte pas, ou peu, la tenue en fatigue pure à haute température.

Comparons maintenant l'influence directe de la température d'essai sur la durée de vie en fatigue. La figure 3.14 présente pour le P91, les aciers à 12%Cr et un acier à 9%Cr et 2%W l'évolution des durées de vie en fatigue pure pour diverses températures. Pour ce dernier alliage, aucune tendance nette ne semble se dessiner en fonction de la température. Pour le P91 et les aciers à 12%Cr, à l'inverse, les durées de vie à haute température ( $T > 400^\circ\text{C}$ ) sont significativement inférieures à celles observées à température ambiante, comme le notaient Nagesha et al. [Nagesha et al., 2002].

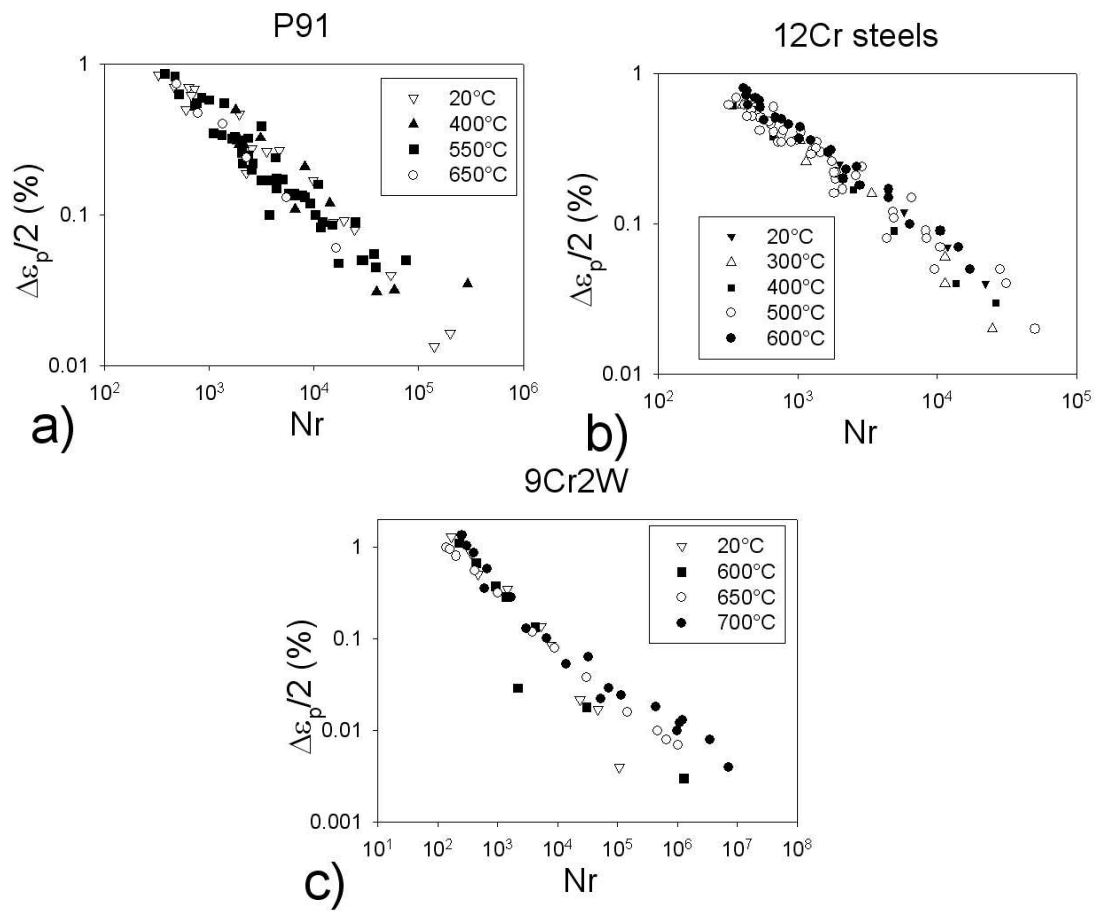
Cependant, comme ces aciers s'écrouissent (en traction monotone) d'autant moins que la température est élevée, la déformation (visco)plastique imposée à chaque cycle est supérieure à haute température, et ce, pour une même déformation totale. De ce fait, si l'on trace ces résultats en fonction de la déformation (visco)plastique imposée à chaque cycle  $\frac{\Delta\varepsilon_p}{2}$  (mesurée à mi-durée de vie), comme le présente la figure 3.15, on note que les durées de vie ne dépendent plus de la température d'essai, mais seulement de  $\frac{\Delta\varepsilon_p}{2}$ . Cette indépendance vis-à-vis de la température a une conséquence directe en termes d'application industrielle. En effet, l'une des principales origines des sollicitations de fatigue en service est liée aux transitoires thermiques. Le fait que la durée de vie des aciers à 9-12%Cr soit, à déformation (visco)plastique égale, indépendante de la température implique que, pour approcher les conditions de sollicitations réelles, des essais isothermes sont suffisants. La fatigue thermique n'est donc pas un mode d'endommagement en soi pour ces matériaux. Les phénomènes de faïençage [Maillet, 2003], au centre de tant d'études sur les aciers austénitiques, ne doivent cependant pas être négligés, en lien notamment avec l'oxydation dont l'influence en fatigue sera abondamment détaillée dans ce chapitre.

### 3.1.2.5 Influence du temps de maintien.

Comme nous l'avons abordé au sein du premier chapitre, les interactions entre fatigue et fluage peuvent revêtir de multiples formes et prédire l'influence d'un temps de maintien sur la durée de vie n'est pas chose aisée. Même si, dans la plupart des cas, ajouter une phase de maintien lors d'un cycle de fatigue aura pour effet de réduire la durée de vie



**FIG. 3.14 :** Analyse de l'influence de la température sur la durée de vie de trois nuances d'acier martensitique en fonction de l'amplitude de déformation totale appliquée (l'ensemble des données rassemblées dans le tableau 3.2 ont été ici analysées).



**FIG. 3.15 :** Analyse de l'influence de la température sur la durée de vie de trois nuances d'acier martensitique en fonction de l'amplitude de déformation viscoplastique appliquée (l'ensemble des données rassemblées dans le tableau 3.2 ont été ici analysées).

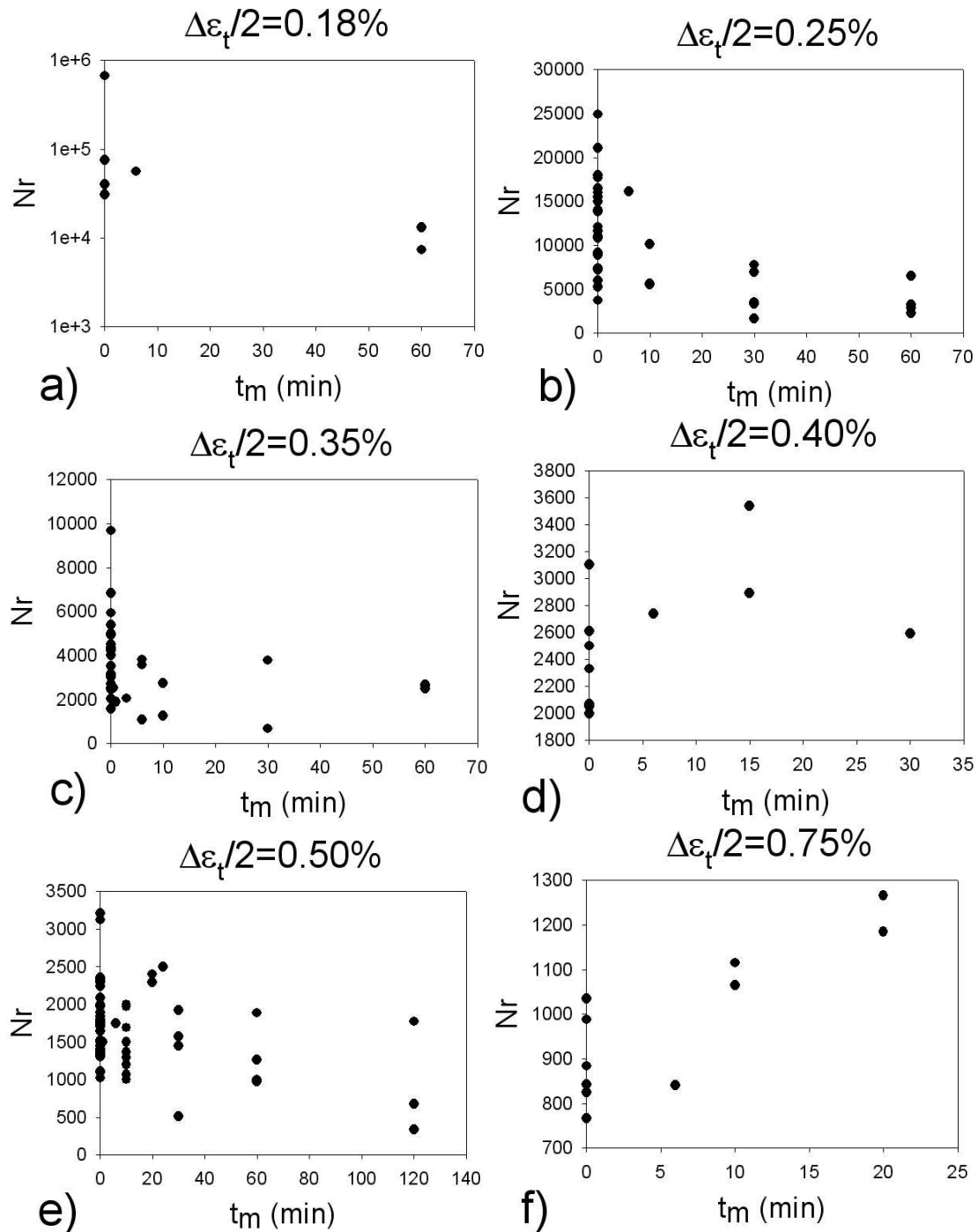
à amplitude de déformation égale, il existe néanmoins des contre-exemples (voir figure 1.8). Dans le cas des aciers à 9-12%Cr, il est généralement admis qu'à 550°C et 600°C, la durée de vie en fatigue-relaxation est inférieure à celle mesurée en fatigue pure [Gieseke et al., 1993, Kim and Weertman, 1988, Filacchioni et al., 2006b]. Néanmoins, lorsque l'on considère l'ensemble de la base de données à notre disposition, la conclusion qui s'impose s'avère quelque peu plus nuancée.

**3.1.2.5.1 Temps de maintien en traction.** Les figures 3.16 et 3.17 reportent l'effet d'un temps de maintien en traction sur la durée de vie du P91 à 550°C et 600°C respectivement.

A 550°C, si l'on constate en effet qu'à très faible niveau de déformation  $\frac{\Delta\epsilon_t}{2} = 0.18\%$ , ajouter 1h de maintien à chaque cycle divise par plus de 18 la durée de vie moyenne, ce ratio tombe à moins de 3 pour  $\frac{\Delta\epsilon_t}{2} = 0.25\%$ . Au delà de  $\frac{\Delta\epsilon_t}{2} = 0.35\%$  aucune réduction de durée de vie (les valeurs obtenues en fatigue-relaxation peuvent raisonnablement être considérées comme appartenant à la distribution des durées de vie de fatigue pure) n'est plus mesurable, sauf, peut-être, pour de très longs temps de maintien (il est peu probable, au sens des tests statistiques d'adéquation, que les trois durées de vie obtenues à  $\frac{\Delta\epsilon_t}{2} = 0.5\%$  et  $t_m = 120\text{min}$  appartiennent à la distribution obtenue en fatigue pure). Des essais menés par le Central Research Institute of Electric Power Industry au Japon [Takahashi, 2007] fournissent aussi des données très intéressantes.

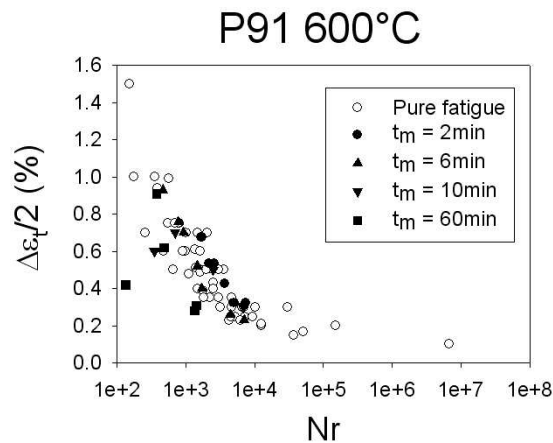
A 600°C, on dispose de beaucoup moins de données de fatigue-relaxation. Néanmoins, on peut constater que seuls les maintiens de plus de 60min réduisent significativement les durées de vie, et ce, pour des amplitudes de déformation inférieures à  $\frac{\Delta\epsilon_t}{2} = 0.4\%$ . Des maintiens d'une durée inférieure à 10min ne semblent nullement réduire la durée de vie mesurée en fatigue pure.

**3.1.2.5.2 Différence entre maintien en traction et maintien en compression.** Si, pour des temps de maintien de 2 minutes à 593°C, Kim et Weertman [Kim and Weertman, 1988] ne notent pas de différence significative de durée de vie entre temps de maintien en traction et temps de maintien en compression, de nombreux auteurs [Aoto et al., 1994, Taguchi et al., 1993, Asada et al., 1994, Shankar et al., 2006, Ruggles and Ogata, 1994] s'accordent sur le fait que les maintiens en compression sont plus endommageants que les maintiens en traction. La figure 3.18 récapitule l'ensemble des durées de vie disponibles à 550°C, à la fois pour des maintiens en traction et des maintiens en compression, à partir des références citées dans le tableau 3.2. Par ailleurs, la figure 3.19 tirée de [Hecht, 1992] présente les mêmes résultats obtenus à 600°C pour des temps de maintien de 2 minutes. Quels que soient le niveau de déformation ou la température, la durée de vie moyenne pour les essais avec temps de maintien en compression est plus courte que pour les essais avec temps de maintien en traction. Il est évident que le nombre d'essais disponibles est trop faible pour correctement évaluer la dispersion intrinsèque des durées de vie sous ce



**FIG. 3.16** : Analyse de l'influence d'un temps de maintien en traction sur la durée de vie en fatigue pour l'acier P91 à 550°C (l'ensemble des données rassemblées dans le tableau 3.2 ont été ici analysées).



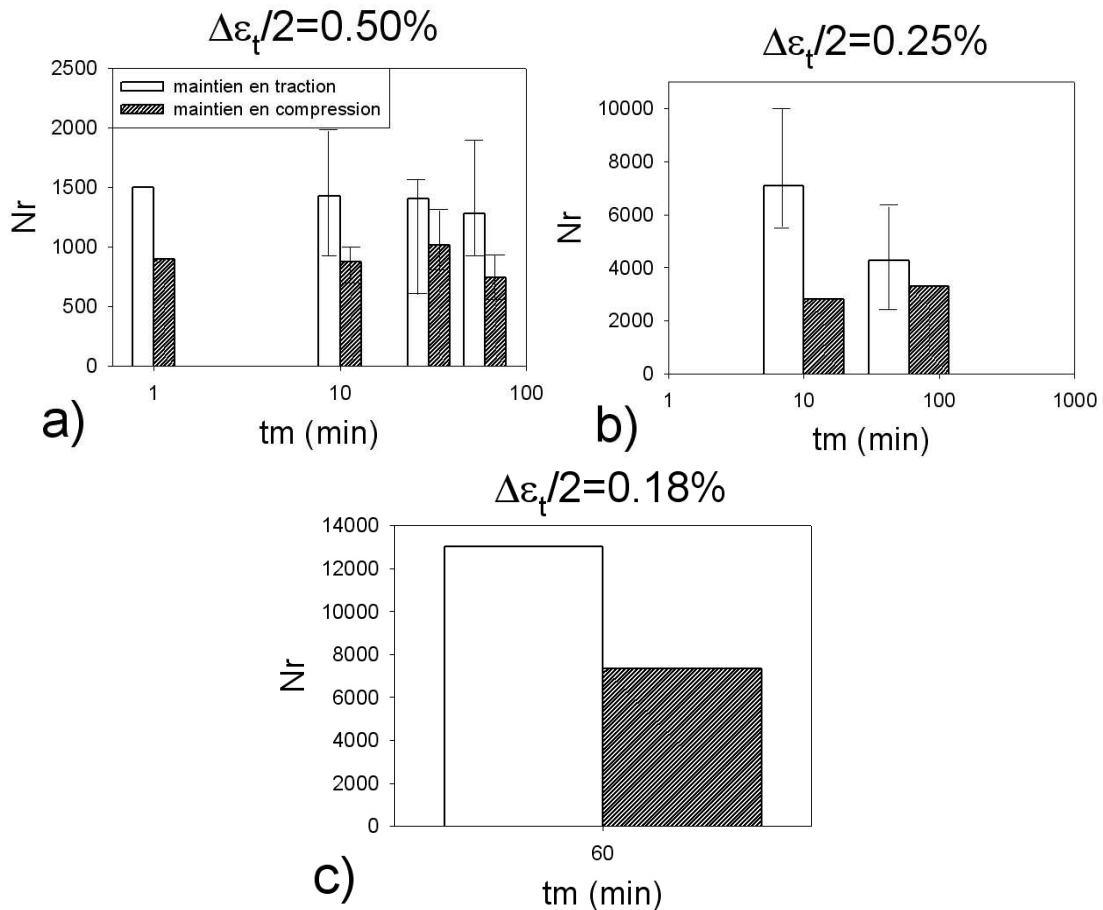


**FIG. 3.17 :** Analyse de l'influence d'un temps de maintien en traction sur la durée de vie en fatigue pour l'acier P91 à 600°C (l'ensemble des données rassemblées dans le tableau 3.2 ont été ici analysées).

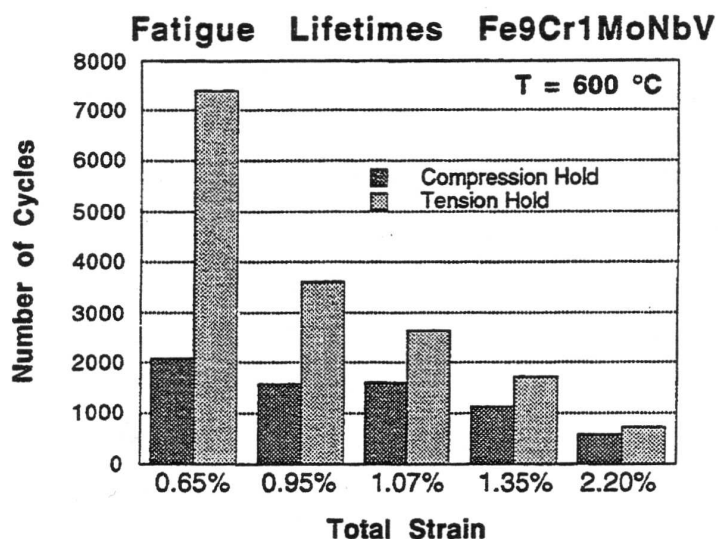
type de sollicitation. Néanmoins, on peut tout de même conclure à une réelle différence de durée de vie entre les deux sens de maintien. En effet, si l'on prend l'exemple des essais rapportés à la figure 3.19, et si l'on suppose que les valeurs obtenues appartiennent à la même distribution de durée de vie (aussi bien en traction qu'en compression), alors, la probabilité pour que, sur les cinq niveaux testés, la valeur obtenue pour un temps de maintien en compression soit toujours inférieure à celle obtenue pour un temps de maintien en traction est de  $0.5^5 \approx 3\%$ . Si à cela s'ajoutent les essais rapportés à la figure 3.18, cette probabilité descend vertigineusement. On peut donc conclure que les temps de maintien en compression sont plus délétères que les temps de maintien en traction.

Cependant, une fois encore, il faut nuancer cette conclusion. En effet, sur la figure 3.19 on remarque que pour les niveaux de déformation les plus élevés ( $\frac{\Delta \epsilon_f}{2} = 0.5\%$ ) et les longs temps de maintien ( $t_m \geq 30\text{min}$ ), les durées de vie avec maintien en compression appartiennent à la dispersion des valeurs obtenues lors de temps de maintien en traction. De même, on note sur la figure 3.19 que la différence entre traction et compression s'amenuise à mesure que le niveau de déformation augmente. Ainsi les temps de maintien en compression sont nettement plus délétères aux faibles niveaux de déformation et pour les temps de maintien relativement courts.

L'une des explications couramment avancée est liée à la contrainte moyenne de traction (resp. compression) créée lors d'essais avec temps de maintien en compression (resp. traction). En effet, comme le montrent les résultats de Ullmaier et Schmitz [Ullmaier and Schmitz, 1989] obtenus à 550°C sur un acier proche, une contrainte moyenne positive, même faible, peut significativement réduire la durée de vie en fatigue (figure 3.20). Cependant, si seule la contrainte moyenne était responsable de la différence traction/compression, les résultats rapportés à la figure 3.18 seraient difficiles à expli-



**FIG. 3.18 :** Différence de durée de vie entre temps de maintien en traction et temps de maintien en compression à 550°C sur l'acier P91. Les barres représentent les valeurs moyennes lorsque plusieurs valeurs sont disponibles. Les valeurs minimales et maximales sont indiquées par la barre d'erreur.



**FIG. 3.19** : Différence de durée de vie entre des temps de maintien de 2 minutes en traction et en compression à 600°C sur l'acier P91 [Hecht, 1992].

quer : plus le temps de maintien est long plus la contrainte moyenne créée est élevée, ce qui devrait avoir pour effet d'accroître l'effet délétère des longs temps de maintien en compression. Or nous avons pu constater que ce n'était pas le cas. Par ailleurs, les résultats présentés par Vasina et al. [Vasina et al., 1995] montrent que, dans certaines conditions (leurs essais sont menés à contrainte maximale constante), une contrainte moyenne positive peut aussi accroître la durée de vie en fatigue (figure 3.21).

Une autre explication avancée est liée aux phénomènes d'oxydation et à la prépondérance des interactions entre endommagements de fatigue et d'oxydation vis-à-vis de l'endommagement de fluage [Kim and Weertman, 1988, Hecht, 1992], comme nous allons le voir dans les paragraphes suivants.

### 3.1.2.6 Influence de l'environnement.

Avec 9 à 12% de chrome, les aciers étudiés ne peuvent prétendre au caractère inoxydable que confère une teneur en chrome plus élevée. De ce fait, à 550°C et a fortiori à 600°C, une couche d'oxyde se forme lorsque ces aciers sont sollicités sous air. Davantage de détails sur le comportement à l'oxydation des aciers à 9-12%Cr sont donnés dans l'annexe D. Pour quantifier l'effet de l'oxydation sur la durée de vie en fatigue, plusieurs auteurs se sont attachés à mener des essais sous vide. La figure 3.22 présente les résultats de ces essais à 550°C sur du P91 et à 600°C sur du P91 ainsi que sur une nuance à 12%Cr. On constate que, dans les trois cas, les durées de vie sous vide sont nettement supérieures à celles observées sous air, illustrant ainsi l'effet endommageant de l'oxydation. De telles différences sont aussi rapportées par Ullmaier et Schmitz [Ullmaier

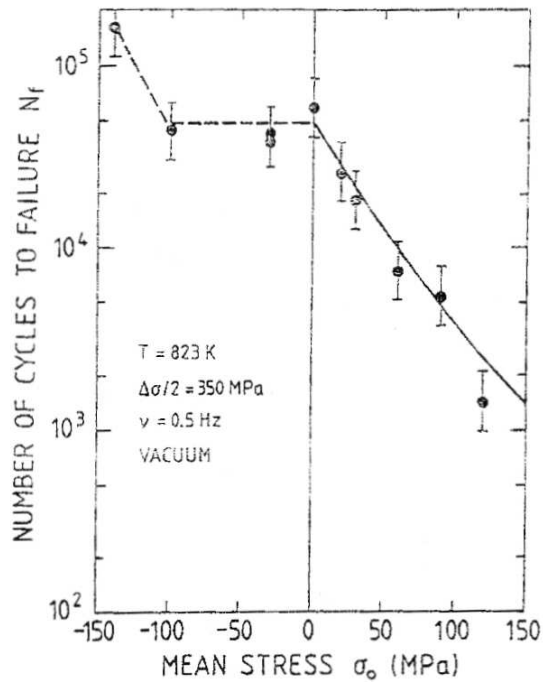


FIG. 3.20 : Influence de la contrainte moyenne sur la durée de vie en fatigue de l'acier MANET à 550°C sous vide [Ullmaier and Schmitz, 1989].

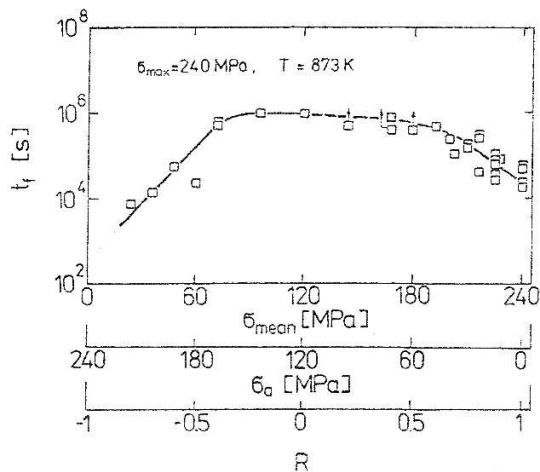


FIG. 3.21 : Influence de la contrainte moyenne sur la durée de vie en fatigue du P91 à 600°C [Vasina et al., 1995]. Ces résultats sont obtenus pour des essais où la contrainte maximale est constante (240MPa), et la contrainte minimale varie de -240MPa à 240MPa.

and Schmitz, 1989] sur un acier MANET (figure 3.23) à température ambiante.

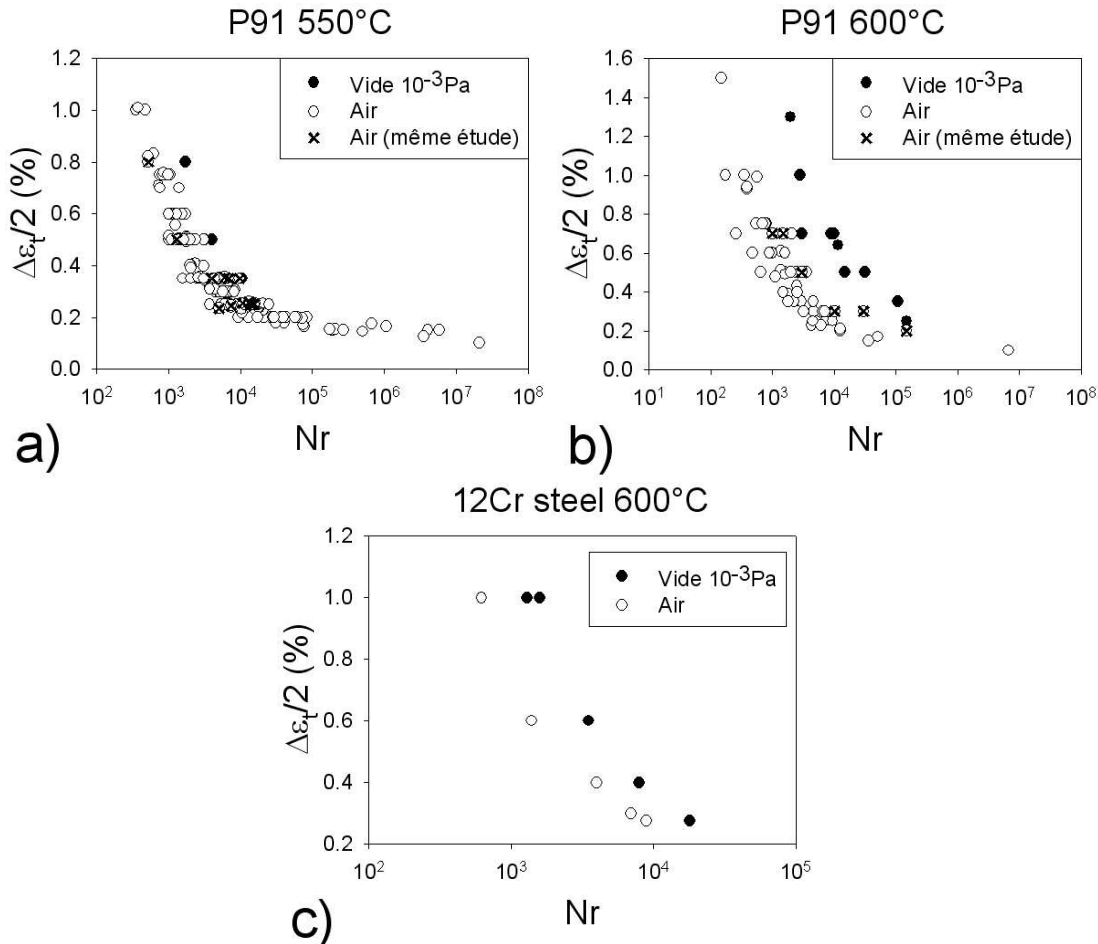


FIG. 3.22 : Influence de l'environnement sur la durée de vie en fatigue pure à haute température.

En fatigue-relaxation cependant, aucune différence significative n'est mesurable entre durées de vie sous air et durées de vie sous vide à 600°C, comme l'illustre la figure 3.24, ce qui concorde avec les résultats de Gieseke et al. [Gieseke et al., 1993], reproduits figure 3.25. La réduction de durée de vie sous air n'est mesurable qu'en fatigue pure ou pour des temps de maintien courts (à 600°C et pour 2 minutes de maintien, Hecht [Hecht, 1992], observe une légère différence entre air et vide).

D'autres effets liés à l'environnement sont aussi rapportés dans la littérature sur la durée de vie en fatigue. Ainsi, la durée de vie à température ambiante est réduite sous l'effet de la fragilisation par l'hydrogène [Maday and Pilloni, 2005]. Des atmosphères plus "exotiques" sont étudiées, notamment dans le cadre des cibles de spallation pour lesquelles les aciers à 9-12%Cr sont pressentis et devraient fonctionner au sein d'un milieu de plomb-bismuth liquide. Ainsi, au sein d'un eutectique PbBi, Verleene et al. [Verleene

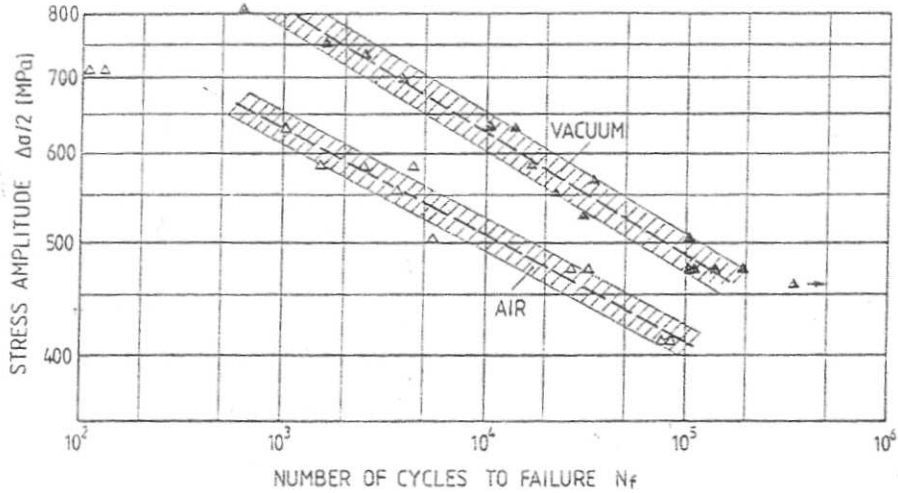


FIG. 3.23 : Influence de l'environnement sur la durée de vie en fatigue pure de l'acier MANET à température ambiante [Ullmaier and Schmitz, 1989].

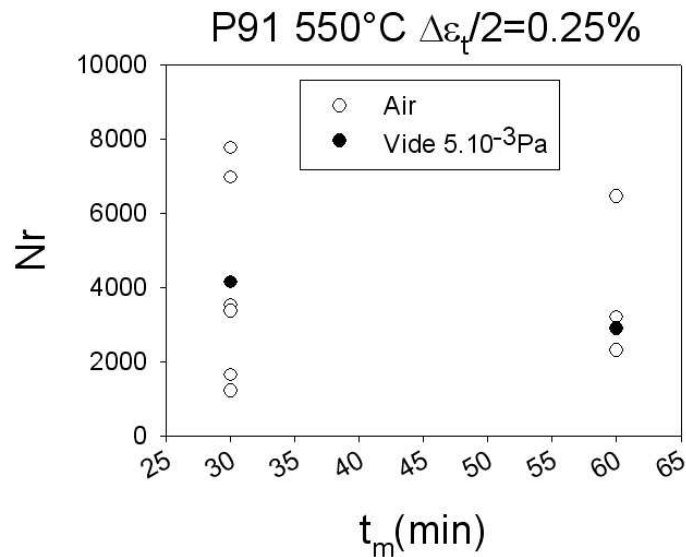


FIG. 3.24 : Influence de l'environnement sur la durée de vie en fatigue-relaxation du P91 à 600°C et pour  $\frac{\Delta\epsilon_t}{2} = 0.25\%$ .

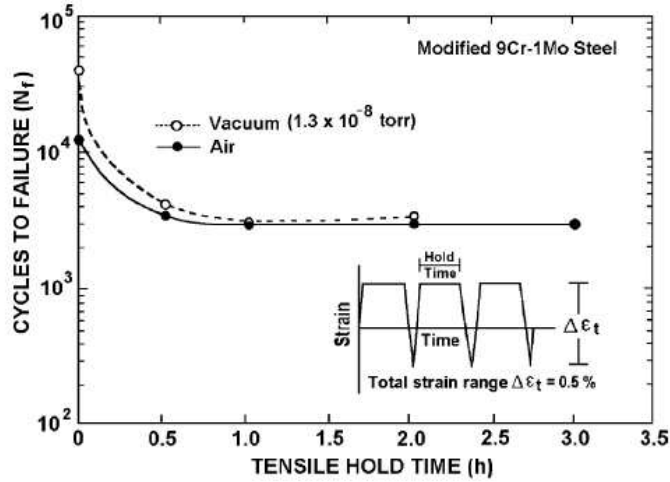


FIG. 3.25 : Influence de l'environnement sur la durée de vie en fatigue-relaxation du P91 à 593°C et pour  $\frac{\Delta\epsilon_t}{2} = 0.25\%$  [Gieseke et al., 1993].

et al., 2006] rapportent une réduction de durée de vie, à 300°C, par rapport à l'air (figure 3.26).

### 3.1.2.7 Lois empiriques de durée de vie.

Les nombreux auteurs qui ont contribué à la base de données rassemblée dans ce chapitre ont évidemment cherché à relier, de manière simple et directe, la durée de vie en fatigue pure au niveau de déformation imposé. Plusieurs lois usuelles sont généralement utilisées pour ce faire. Parmi celles-ci nous retiendrons les trois suivantes : tout d'abord, la relation proposée par Basquin [Basquin, 1910], Manson [Manson, 1954] et Coffin [Coffin, 1954] :

$$\frac{\Delta\epsilon_t}{2} = \frac{\Delta\epsilon_e}{2} + \frac{\Delta\epsilon_p}{2} = \frac{\sigma'_f}{E} (2N_f)^b + \epsilon_f^{MC'} (2N_f)^c \quad (3.2)$$

Avec  $\frac{\Delta\epsilon_t}{2}$ ,  $\frac{\Delta\epsilon_e}{2}$  et  $\frac{\Delta\epsilon_p}{2}$  les amplitudes de déformation totale, élastique et plastique respectivement et  $N_f$  le nombre de cycles à rupture.

Une version simplifiée de cette relation est souvent donnée pour les forts niveaux de déformation :

$$\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = \epsilon_f^{MC'} (N_f)^c \quad (3.3)$$

Par ailleurs, une troisième relation, attribuée à Langer [Langer, 1967], est aussi fréquemment utilisée :

$$\Delta\epsilon_t = \epsilon_f^{L'} (N_f)^c + \epsilon_0 \quad (3.4)$$

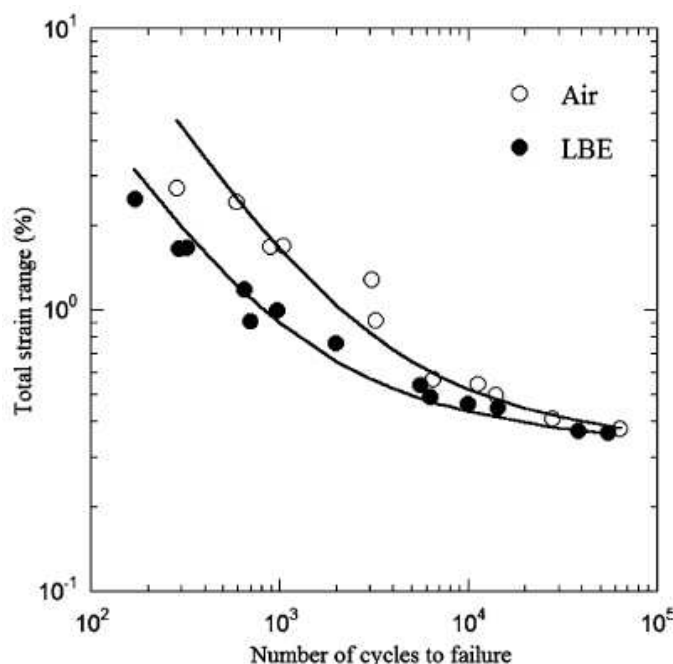


FIG. 3.26 : Comparaison des durées de vie à 300°C du T91 entre air et eutectique PbBi [Verleene et al., 2006].

A titre d'exemple, le tableau 3.4 propose un récapitulatif de l'ensemble des lois proposées dans la littérature pour le P91 à diverses températures et sous air.

### 3.1.3 Mécanismes d'endommagement en fatigue-fluage.

#### 3.1.3.1 Phase d'amorçage.

Si, en fluage, de l'endommagement par cavités a déjà été observé et rapporté comme s'amorçant sur des précipités de type  $M_{23}C_6$  [Sklenicka et al., 2003, Gampe and Seliger, 2001, Kunz and Lukas, 2001, Kimura et al., 2006], la présence d'endommagement intergranulaire n'est notée en fatigue-fluage que beaucoup plus rarement. En effet, seules des éprouvettes, testées à 600°C et au delà [Gieseke et al., 1993, Yaguchi et al., 1995, Sugiura et al., 1994], et avec de très longs temps de maintien [Aoto et al., 1994] à faibles niveaux de déformation, semblent présenter des cavités intergranulaires. Sous ces conditions, des phénomènes de glissement aux joints de grains (GBS) ont pu être mis en évidence [Earthman et al., 1989] et sont proposés comme mécanisme d'amorçage pour l'endommagement intergranulaire.

Cependant, ces quelques exemples mis à part, la plupart des observations disponibles dans la littérature présentent l'amorçage de l'endommagement de fatigue et de fatigue-fluage comme essentiellement transgranulaire [Raj et al., 2004], procédant ainsi par les mécanismes usuels (extrusions/intrusions, défauts de surface,...) abordés lors du



Références	Equation	Intervalle de validité (%)	T(°C)	$\frac{\sigma'_f}{E}$	$\epsilon_f^{MC'}$	$\epsilon_f^{L'}$	$b$	$\epsilon_0$	$c$
[Nagesha et al., 2002]	3.2	$0.25 \leq \frac{\Delta\epsilon_t}{2} \leq 1$	500	0.27	66	0	-0.07	0	-0.67
			550	0.43	134	0	-0.11	0	-0.77
			600	0.45	446	0	-0.09	0	-0.96
[Kim and Weertman, 1988]	3.3	$0.2 \leq \Delta\epsilon_p \leq 2$	600	0	44	0	0	0	-0.52
[Ebi and McEvily, 1984]	3.2	$0.25 \leq \frac{\Delta\epsilon_t}{2} \leq 0.75$	538	0.22	73	0	-0.06	0	-0.79
[Hecht, 1992]	3.3	$0.325 \leq \frac{\Delta\epsilon_t}{2} \leq 0.675$	600	0	77	0	0	0	-0.65
[Filacchioni et al., 2006b]	3.4	$0.325 \leq \frac{\Delta\epsilon_t}{2} \leq 0.625$	550	0	0	88.12	0	0.207	-0.707
[Filippini, 1996]	3.4	NC	20	0	0	326.42	0	0.35	-0.725
			360	0	0	2057.04	0	0.34	-0.956
			525	0	0	66.27	0	0.26	-0.582
[Tavassoli et al., 1997]	3.4	$\Delta\epsilon_t \leq 2\%$	525/538	0	0	38.91	0	0.28	-0.534
			550	0	0	78.61	0	0.28	-0.642
[Mottot and Noblecourt, 2004]	3.4	$\Delta\epsilon_t \leq 2\%$	550	0	0	100.96	0	0.31	-0.671

TAB. 3.4 : Récapitulatif de l'ensemble des lois empiriques utilisées dans la littérature pour approcher les durées de vie en fatigue pure.

premier chapitre. C'est d'ailleurs en se fondant sur le modèle de Tanaka et Mura [Tanaka and Mura, 1981, Mura, 1994] qu'une étude récente [Brückner-Foit and Huang, 2006] modélise avec succès la densité de fissures amorcées en fatigue oligocyclique (figure 3.27). L'observation des surfaces d'éprouvettes confirme l'existence de bandes de glissement intense du fait de la présence d'extrusions en surface [Verleene et al., 2006]. C'est sur la base de ce type d'observations qu'Earthman et al. [Earthman et al., 1989] définissent la taille d'amorçage entre 10 et 20 $\mu\text{m}$ .

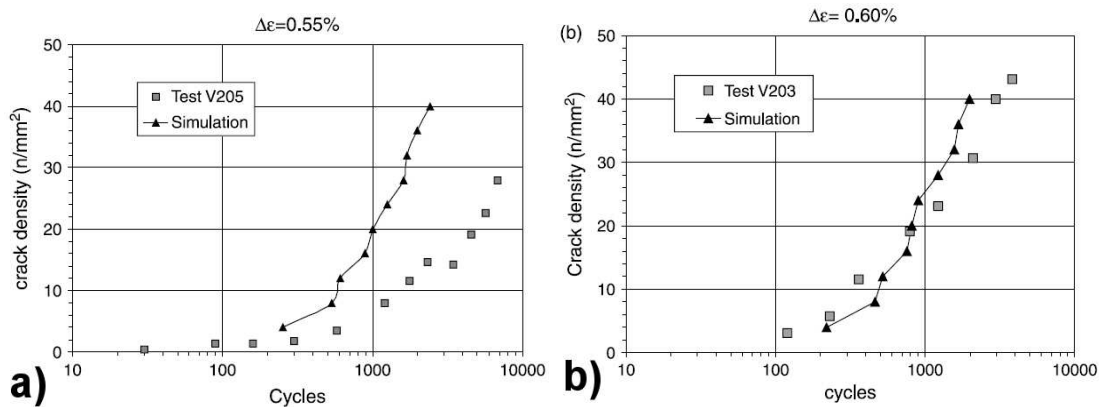


FIG. 3.27 : Comparaison des densités de fissures prévues par une approche Tanaka et Mura avec les mesures effectuées à différents niveaux de déformation en fatigue oligocyclique et à température ambiante [Brückner-Foit and Huang, 2006].

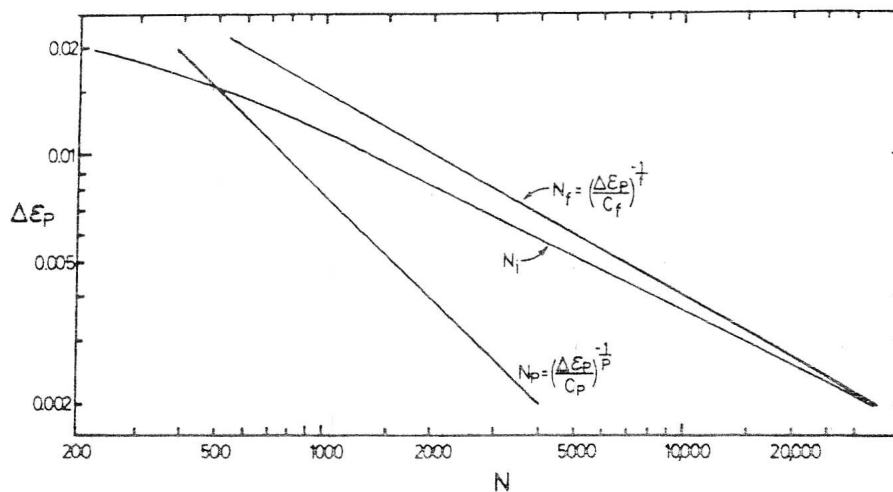


FIG. 3.28 : Evaluation du nombre de cycles nécessaires à l'amorçage d'une fissure de 10 $\mu\text{m}$  à 538°C sur le P91 [Ebi and McEvily, 1984].

Une démarche plus macroscopique et empirique est proposée par Ebi et McEvily [Ebi

and McEvily, 1984] qui, ayant constaté que le nombre de cycles à rupture en fatigue pure à 538°C du P91 suivait globalement la relation de Manson-Coffin (équation 3.3) et proposant une loi du même type pour le nombre de cycles nécessaires pour propager la fissure déjà amorcée, en déduisent une expression du nombre de cycles à l'amorçage  $N_a$  (figure 3.28) de la forme :

$$N_a = \left( \frac{\Delta \epsilon_p}{C_a(\Delta \epsilon_p)} \right)^{-\frac{1}{i(\Delta \epsilon_p)}} \quad \text{avec} \quad i = \frac{dN_a}{d\Delta \epsilon_p} \quad (3.5)$$

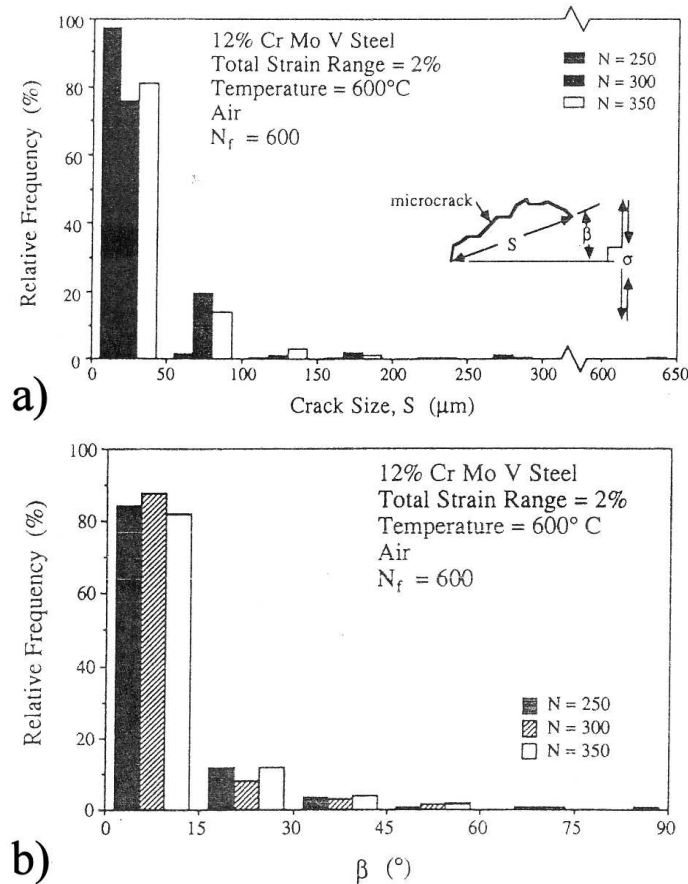
où  $C_a$  et  $i$  sont deux paramètres matériau dépendant de  $\Delta \epsilon_p$ . Cette étude met, par ailleurs, en évidence l'importance de la taille des anciens grains austénitiques sur le nombre de cycles à l'amorçage. A l'aide de traitements thermiques différents, deux tailles d'ex-grains  $\gamma$  (19 et 31  $\mu\text{m}$ ) sont obtenues pour la même composition chimique et l'amorçage en fatigue est d'autant plus rapide que cette taille est grande. Outre cette approche, Filacchioni et al. [Filacchioni et al., 2006a, Filacchioni et al., 2006b] proposent d'évaluer le nombre de cycles à l'amorçage par le biais de l'évolution de la contrainte maximale à chaque cycle. Aussi pragmatique et facile d'emploi que puisse être cette démarche, il reste très difficile de la relier de manière fiable à une taille d'amorçage précise.

Néanmoins, l'une des conclusions qui ressort le plus fréquemment des observations d'éprouvettes sollicitées à haute température, est bien l'influence de l'oxydation sur l'amorçage des fissures de fatigue. Qu'il s'agisse de fatigue ou de fatigue-fluage, de nombreux auteurs notent que la formation et la rupture de la couche d'oxyde favorisent et accélèrent l'amorçage [Aoto et al., 1994, Sugiura et al., 1994, Ebi and McEvily, 1984, Wareing and Tavassoli, 1995, Hecht, 1992, Earthman et al., 1989, Shankar et al., 2006, Ogata and Yamamoto, 1997]. Cette constatation permet, au moins partiellement, d'expliquer la différence de durée de vie entre air et vide.

### 3.1.3.2 Phase de propagation.

**3.1.3.2.1 Nature et morphologie.** L'endommagement de fluage par cavitation n'est observé qu'à partir de 600°C [Gieseke et al., 1993, Kunz and Lukas, 2001, Hecht, 1992, Yaguchi et al., 1995, Gampe and Seliger, 2001]. Pour des températures de sollicitation plus faibles, aucun endommagement intergranulaire n'est observé, et ce, que ce soit en fatigue [Nagesha et al., 2002, Choudhary et al., 1996, Okamura et al., 1999, Wareing and Tavassoli, 1995, Aktaa and Lerch, 2005, Taguchi et al., 1993, Park et al., 2001, Shankar et al., 2006, Ullmaier and Schmitz, 1989, Ruggles and Ogata, 1994] ou en fluage [Raj et al., 2004, Barker et al., 1986]. Ainsi, de manière générale, il est possible de conclure que l'endommagement en fatigue et fatigue-fluage est principalement de nature transgranulaire (la notion de grain faisant ici référence aux anciens grains austénitiques) pour les aciers à 9-12%Cr.

Ainsi, on note fréquemment la présence d'un grand nombre de fissures secondaires en fatigue et en fatigue-fluage [Kim et al., 2006]. A titre d'exemple, Earthman et al. [Earthman et al., 1989] présentent des histogrammes de taille et d'orientation de fissures, mesurées à divers nombres de cycles, sur un acier à 12%Cr sollicité en fatigue pure à 600°C (figure 3.29).



**FIG. 3.29 :** Histogrammes représentant les distributions a) de tailles et b) d'orientations des fissures secondaires observées à diverses fractions de la durée de vie totale d'un acier à 12%Cr sollicité à 600°C en fatigue pure ( $\Delta\epsilon_t = 2\%$ ) [Earthman et al., 1989].

Divers facteurs semblent favoriser la présence d'un grand nombre de ces fissures secondaires :

1. Une température élevée [Nagesha et al., 2002].
2. La présence d'un temps de maintien [Choudhary et al., 1996] et tout particulièrement d'un temps de maintien en compression [Taguchi et al., 1993, Shankar et al., 2006].
3. Une forte amplitude de déformation [Okamura et al., 1999].

4. La présence d'une couche d'oxyde [Ebi and McEvily, 1984, Earthman et al., 1989].

Par ailleurs, ces fissures sont généralement décrites comme sinueuses et constituées de multiples embranchements [Nagesha et al., 2002, Mannan and Valsan, 2006]. Ces bifurcations semblent d'autant plus nombreuses que le niveau de déformation est élevé. L'ajout d'un temps de maintien modifie sensiblement cette morphologie. En effet, Hecht [Hecht, 1992] distingue les temps de maintien en traction, où les fissures se propagent de manière rectiligne sans bifurcation visible, des temps de maintien en compression où de nombreux embranchements apparaissent.

**3.1.3.2.2 Vitesse de propagation.** Une fois qu'elles sont amorcées, davantage que leur nombre ou leur morphologie, c'est la vitesse de propagation des fissures qui détermine principalement la durée de vie globale du matériau, que ce soit en fatigue ou en fatigue-fluage.

Dans le cas du fluage pur, quelques rares études [Nikbin et al., 2003, Barker et al., 1986] présentent des données de vitesse de propagation. L'irradiation semble, en outre, accélérer la propagation des fissures de fluage, lors de phases transitoires [Honda et al., 2003].

Le tableau 3.5 réunit les références de plusieurs études au sein desquelles des données de vitesse de propagation, à la fois en fatigue et en fatigue-relaxation, peuvent être trouvées concernant les aciers à 9-12%Cr.

Parmi ces études, l'effet de la température est étudié en détail dans [Aktaa and Lerch, 2005, Aktaa and Lerch, 2006, Kim et al., 2006]. La figure 3.30 présente la vitesse de propagation obtenue à quatre températures différentes et pour deux valeurs du rapport de charges  $R = \frac{\sigma_{\min}}{\sigma_{\max}}$ . On peut notamment constater que, pour un rapport de charges de 0.5, la vitesse de propagation est d'autant plus élevée que la température augmente. Cependant pour un rapport de charges moindre, la vitesse de propagation à 300°C est plus faible qu'à température ambiante. Les auteurs justifient cet effet par émoussement en pointe de fissure supérieur à 300°C, alors qu'à 500 et 550°C c'est l'interaction entre fatigue et oxydation qui prédomine, minimisant ainsi l'influence d'un émoussement.

L'influence de l'oxydation est en effet fréquemment rapportée dans la littérature [Nakamura et al., 1985, Mannan and Valsan, 2004, King and Cotterill, 1990, Ebi and McEvily, 1984] comme accélérant la propagation des fissures de fatigue. La figure 3.31 montre qu'à température ambiante, comme à 538°C, la propagation sous air est nettement plus rapide que sous vide. L'effet de l'environnement sur le seuil de propagation est néanmoins plus complexe. Dans un environnement encore plus sévère (eau ou eau supercritique), plusieurs études [Yi et al., 2006, Perkins and Bache, 2005] rapportent une accélération de la propagation par rapport aux essais sous air.

Références	Nuance	T(°C)	Environnement	Type d'essai	Présentation des données
[Nakamura et al., 1985, King and Cotterill, 1990]	P91	20 538	air et vide	PF	$\frac{da}{dN} = f(\Delta K_{\text{eff}})$
[Okamura et al., 1999]	P91	550 ; 600 ; 650	air	PF	$a = f\left(\frac{N}{N_f}\right)$
[Ebi and McEvily, 1984]	P91	538	air et vide	PF	$\frac{da}{dN} = f(a)$
[Kim et al., 2006, Yoon et al., 2002]	JLF-1	20 ; 400	air	PF	$\frac{da}{dN} = f(\Delta K)$
[Aktaa and Lerch, 2006]	Eurofer	20 ; 300 ; 500 ; 550	air	PF	$\frac{da}{dN} = f(\Delta K)$
[Chaswal et al., 2005]	9Cr1Mo	20	air	PF	$\frac{da}{dN} = f(\Delta K)$
[Filippini, 1996]	9Cr1Mo	525	air	PF	$\frac{da}{dN} = f(\Delta K)$
[Härkegard et al., 2005]	12%Cr	20 ; 450	air	PF	$\frac{d \ln a}{dN} = f(\Delta \epsilon_p)$
[Skelton, 2005]	T91 12%Cr	565	air	PF RF	$\frac{da}{dN} = f(a)$
[Ogata and Yamamoto, 1997]	P91	550	air et vide	PF RF	$\frac{da}{dN} = f(a)$
[Maile et al., 2000]	P91	600	air	RF	$\frac{da}{dN} = f(\Delta K)$

**TAB. 3.5 :** Références proposant des données de vitesse de propagation pour les aciers à 9-12%Cr.

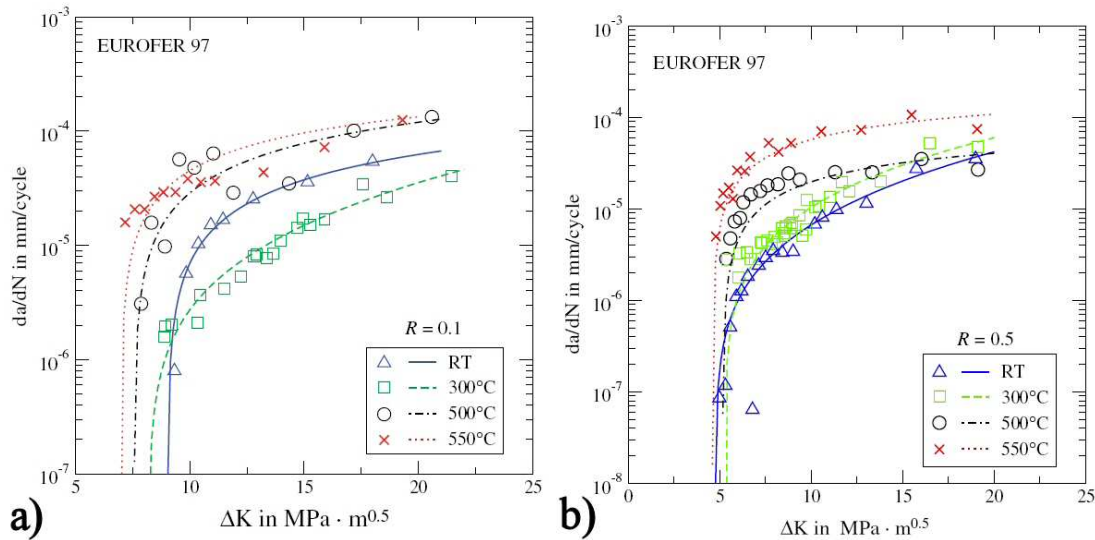


FIG. 3.30 : Vitesses de propagation en fatigue sur l'acier Eurofer à plusieurs températures pour a)  $R = 0.1$  et b)  $R = 0.5$  [Aktaa and Lerch, 2006].

En fatigue oligocyclique, lorsque l'ensemble du matériau se déforme plastiquement à chaque cycle, plusieurs études [Härkegard et al., 2005, Skelton, 2005, Ogata and Yamamoto, 1997] montrent que la vitesse de propagation peut être correctement modélisée par une loi de Tomkins (équation 1.8). Par ailleurs, les résultats présentés par Skelton [Skelton, 2005] suggèrent que les temps de maintien n'ont qu'une faible influence sur la vitesse de propagation à haute température, comme l'illustre la figure 3.32.

### 3.1.4 Conclusions partielles.

Cette synthèse bibliographique a eu pour objectif de mettre en lumière les principaux phénomènes d'endommagement régissant la durée de vie des aciers à 9-12%Cr en fluage comme en fatigue.

En ce qui concerne la durée de vie en fluage, je me suis borné à en esquisser les principales caractéristiques que l'on peut résumer comme suit :

- La durée de vie en fluage dépend fortement de la nuance d'acier. Le P92 étant, par exemple, significativement meilleur que le P91.
- L'addition de W, Co, B, V, N ou Al augmente généralement la durée de vie sous forte contrainte, mais à plus faible contrainte la question reste ouverte, les mécanismes d'endommagement étant différents.
- Les aciers ODS semblent offrir une résistance au fluage meilleure que celle des aciers à 9-12%Cr classiques.

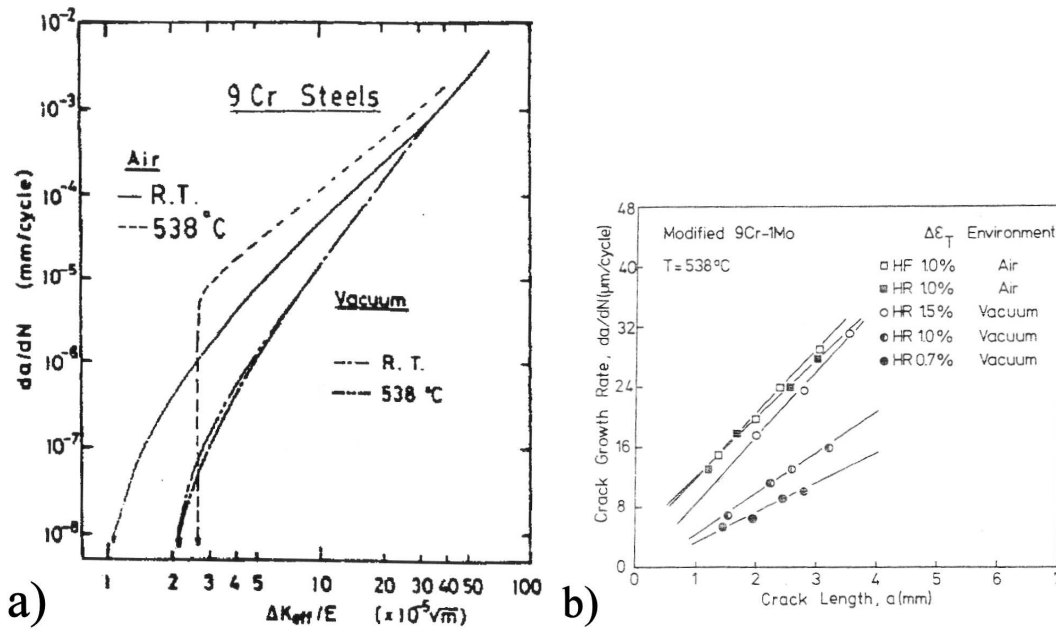


FIG. 3.31 : Effet de l'environnement sur la vitesse de propagation des fissures de fatigue sur un acier P91 a) [Nakamura et al., 1985] et b) [Ebi and McEvily, 1984].

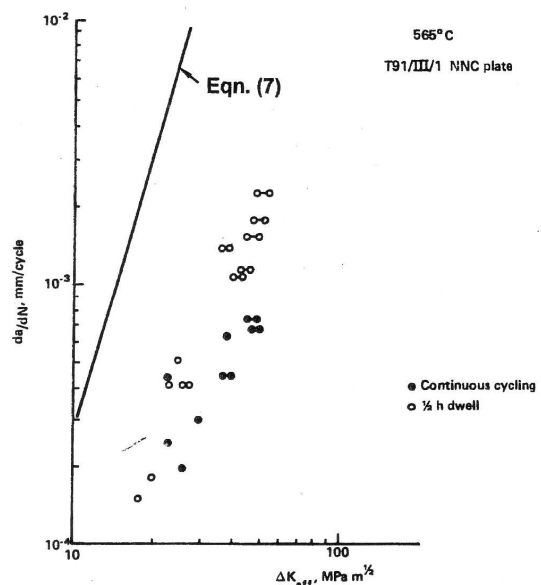


FIG. 3.32 : Effet d'un temps de maintien en traction de 30 min sur la vitesse de propagation à 565°C sur un acier T91 [Skelton, 2005].



La durée de vie en fatigue, qui est au centre de cette étude, a été plus abondamment étudiée. On pourra retenir les principaux points suivants :

- En fatigue, une base de données renfermant plus de 800 essais a été rassemblée, couvrant une large gamme de nuances, de température (de l'ambiante à 700°C), de niveaux de déformation ( $0.2 \leq \Delta \varepsilon_t \leq 4\%$ ), d'environnements,...
- La distribution des durées de vie en fatigue est d'autant plus dispersée que le niveau de déformation est faible.
- La vitesse de déformation ne semble avoir d'influence que pour des températures supérieures à 600°C, où un endommagement de fluage supplémentaire pourrait être à l'origine de la réduction de durée de vie observée aux faibles vitesses de déformation.
- L'Eurofer est significativement moins résistant en fatigue que le P91 (à basse et haute température).
- Les aciers à forte teneur en tungstène semblent légèrement moins résistants en fatigue que le P91 à partir de 600°C et pour de faibles niveaux de déformation. L'existence d'une teneur optimale (qui maximise la durée de vie) en W a été mise en évidence dans la littérature.
- Un vieillissement à  $T \leq 600^\circ\text{C}$  n'affecte pas ou peu la durée de vie en fatigue.
- A même déformation viscoplastique imposée, la température n'affecte pas la durée de vie en fatigue.
- L'application d'un temps de maintien ne réduit la durée de vie que pour les faibles niveaux de déformation.
- Les temps de maintien en compression sont globalement plus délétères que les temps de maintien en traction.
- L'oxydation réduit fortement la durée de vie.

Enfin, en ce qui concerne les mécanismes d'endommagement à proprement parler, je soulignerai les quatre points qui suivent :

- En fatigue et en fatigue-fluage, l'endommagement est principalement transgranulaire.
- Des indices d'endommagement intergranulaire ne sont observés qu'au delà de 600°C.
- Des extrusions/intrusions en surface ont pu être observées en fatigue à température ambiante et des indices de l'existence de bandes de glissement persistantes sont rapportés dans la littérature.
- L'oxydation favorise l'amorçage et accélère la propagation des fissures de fatigue.

## 3.2 Résultats des essais mécaniques.

### 3.2.1 Durées de vie en fatigue pure, fatigue-relaxation et fatigue-fluage.

#### 3.2.1.1 Durées de vie en fatigue pure.

La matrice des essais de fatigue pure (PF), fatigue-relaxation (RF) et fatigue-fluage (CF) avec temps de maintien en traction est donnée au chapitre précédent. Dans le présent chapitre toutes les analyses faites concernent des essais menés à 550°C.

La figure 3.33 présente les durées de vie obtenues en PF et montre qu'elles se situent bien à l'intérieur de la dispersion intrinsèque qui est évaluée à l'aide des deux enveloppes tirées de la littérature (à partir de la figure 3.8). Comme le mentionnait le paragraphe 3.1.2.7, on peut approcher ces données à l'aide d'une loi de type Manson-Coffin (équation 3.3) ou Langer (équation 3.4). Il est évident qu'approcher notre série de données avec l'une de ces relations ne donnera pas le même résultat qu'en utilisant l'ensemble des données de la littérature, les paramètres étant entachés d'une incertitude d'autant plus grande que le nombre de données est faible. L'une des manières d'estimer cette incertitude liée à l'échantillonnage est d'utiliser le Bootstrap [Efron and Tibshirani, 1993, Bigerelle and Iost, 1999] (technique de rééchantillonnage permettant, notamment, d'obtenir des intervalles de confiance ainsi que de réduire les biais statistiques, et ce, sans aucune hypothèse quant à la nature de la distribution sous-jacente). Le tableau 3.6 présente un exemple d'utilisation de cette technique afin d'évaluer l'intervalle de confiance à 95% des paramètres d'une courbe de Langer estimés sur les données présentées à la figure 3.33.  $\epsilon'$  et  $c$  sont définis dans l'équation 3.4, le paramètre  $b$ , qui représente la limite d'endurance, est fixé à 0.28% (l'essai à  $\Delta\epsilon_t = 0.3\%$  a été arrêté après  $2,5 \cdot 10^6$  cycles sans endommagement macroscopique observable). Ces résultats montrent à quel point la forte dispersion des données de durée de vie (notamment à faible niveau de déformation) peut entraîner d'incertitude sur les paramètres de ces lois. Ceci explique notamment pourquoi ces paramètres sont si différents d'une étude à l'autre (cf tableau 3.4), et souligne le caractère dangereux d'extrapolations menées à partir de telles relations.

	$\epsilon'$	$c$
valeur moyenne	51.98	-0.57
percentile 2.5	36.37	-0.62
percentile 97.5	78.08	-0.53

**TAB. 3.6 :** Valeur des paramètres de la relation de Langer ainsi que de leurs intervalles de confiance estimés sur les données de la figure 3.33. Dans ce tableau les valeurs des percentiles 2.5 et 97.5 sont données sans prise en compte de la corrélation entre ces deux paramètres.

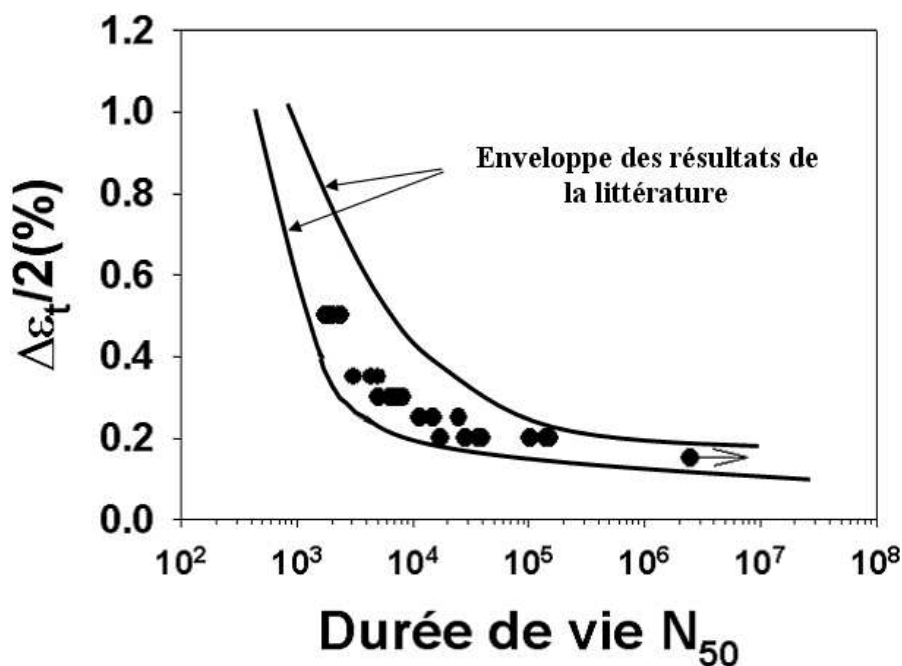


FIG. 3.33 : Durées de vie en PF à 550°C sur l'acier P91 obtenues au SRMA.

### 3.2.2 Influence des temps de maintien en traction.

Comme le montraient les résultats de la littérature, l'application d'un temps de maintien de traction en RF n'entraîne une réduction de durée de vie que pour les faibles niveaux de déformation ou les très longs temps de maintien. C'est bien ce qu'illustre la figure 3.34. Ceci peut notamment s'expliquer par l'augmentation de la déformation viscoplastique appliquée à chaque cycle du fait de la présence d'un temps de maintien. On constate ainsi que, en fonction de la déformation totale appliquée ( $\Delta\varepsilon_t$ ), une réduction de durée de vie significative est mise en évidence du fait d'un maintien en relaxation. Cependant, si l'on retrace les mêmes données en fonction de la déformation viscoplastique par cycle ( $\Delta\varepsilon_{vp}$ ), on constate que les essais de RF se situent au sein de la dispersion des essais de PF.

En ce qui concerne les essais de CF, qui permettent d'appliquer une déformation de fluage bien supérieure à la déformation viscoplastique de relaxation (à durée égale), l'effet du temps de maintien est nettement plus délétère. Comme le montre la figure 3.35, à déformation totale donnée, l'application d'un temps de maintien de fluage en traction peut diviser par plus de 10 la durée de vie obtenue en fatigue pure. Si l'on trace ces mêmes données en fonction de la déformation viscoplastique appliquée à chaque cycle, certains essais de CF s'alignent sur la relation de Manson-Coffin décrivant les données de PF. Néanmoins, pour les déformations viscoplastiques très élevées ( $\geq 0.7\%$  notamment), les durées de vie des essais de CF sont significativement en dessous de celles de PF, alors que la dispersion des données en PF est très faible. C'est l'indice d'un mécanisme

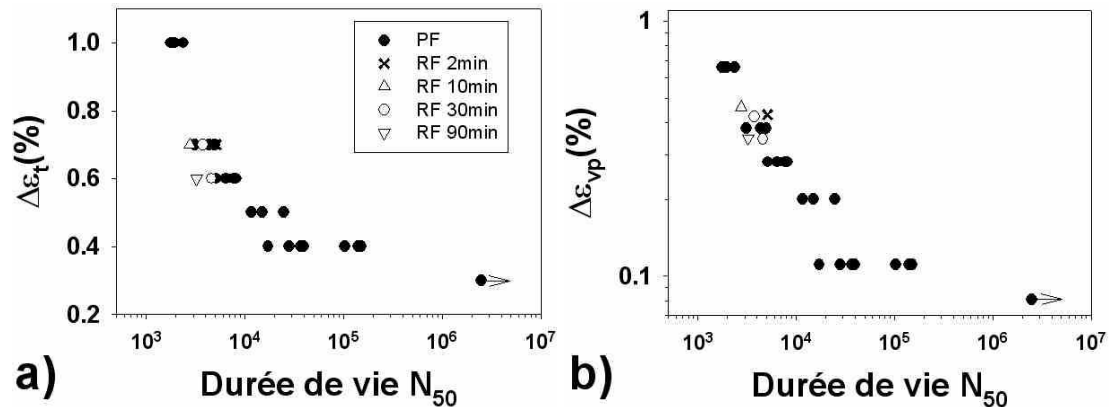


FIG. 3.34 : Effet d'un temps de maintien de traction en RF sur la durée de vie en fonction a) de la déformation totale et b) de la déformation viscoplastique par cycle estimée à mi-durée de vie ( $T=550^{\circ}\text{C}$ ).

d'endommagement supplémentaire, venant accélérer, à déformation viscoplastique égale, la ruine du matériau en CF par rapport aux essais de PF et RF.

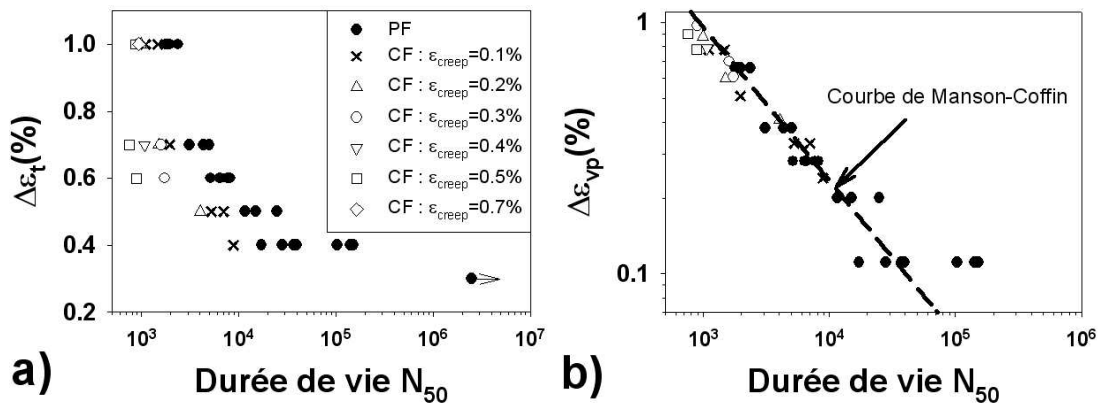


FIG. 3.35 : Effet d'un temps de maintien de traction en CF sur la durée de vie en fonction a) de la déformation totale et b) de la déformation viscoplastique par cycle estimée à mi-durée de vie ( $T=550^{\circ}\text{C}$ ).

A déformation totale donnée, plus le temps de maintien en fluage est long, plus la durée de vie est courte, comme l'illustre la figure 3.36. On constate, notamment à  $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ , que la durée de vie ne semble toujours pas stabilisée : même après 0.5% de déformation de fluage, elle chute encore. Ainsi, la nature du temps de maintien (fluage ou relaxation), au même titre que sa durée, influent sur la durée de vie. Les temps de maintien de fluage sont nettement plus pénalisants que les temps de maintien de relaxation, car, à durée équivalente, la déformation viscoplastique appliquée est supérieure. Cependant cette différence de déformation viscoplastique ne suffit pas à expliquer l'ensemble des résultats. En effet, si seul ce facteur était en jeu, tous les points se situeraient le long de

la relation de Manson-Coffin approchant les données de PF. La figure 3.35 montre que ce n'est plus le cas en CF à fort niveau de déformation. Ceci induit qu'une déformation viscoplastique, appliquée lors d'une phase de fluage, entraîne une réduction de durée de vie supérieure à la même déformation viscoplastique créée lors d'un maintien de relaxation. C'est ce qu'illustre le tableau 3.7, pour des déformations viscoplastiques appliquées similaires, l'essai de CF est nettement plus pénalisant que l'essai de RF.

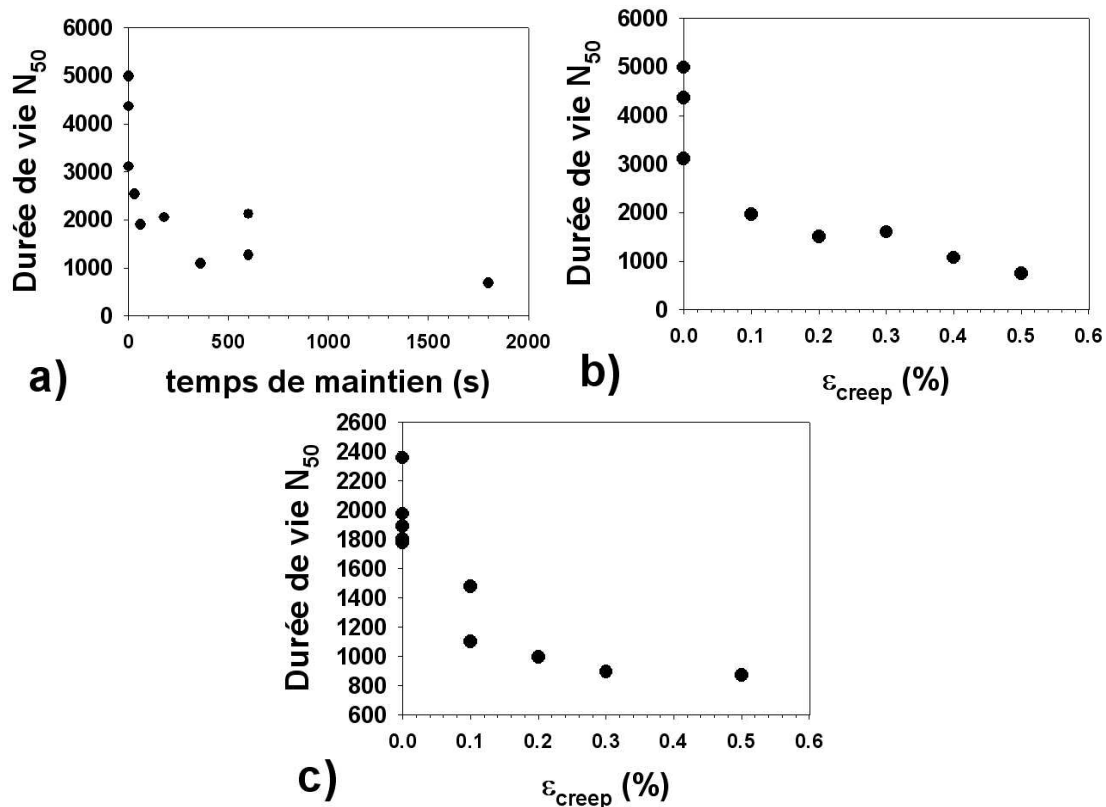


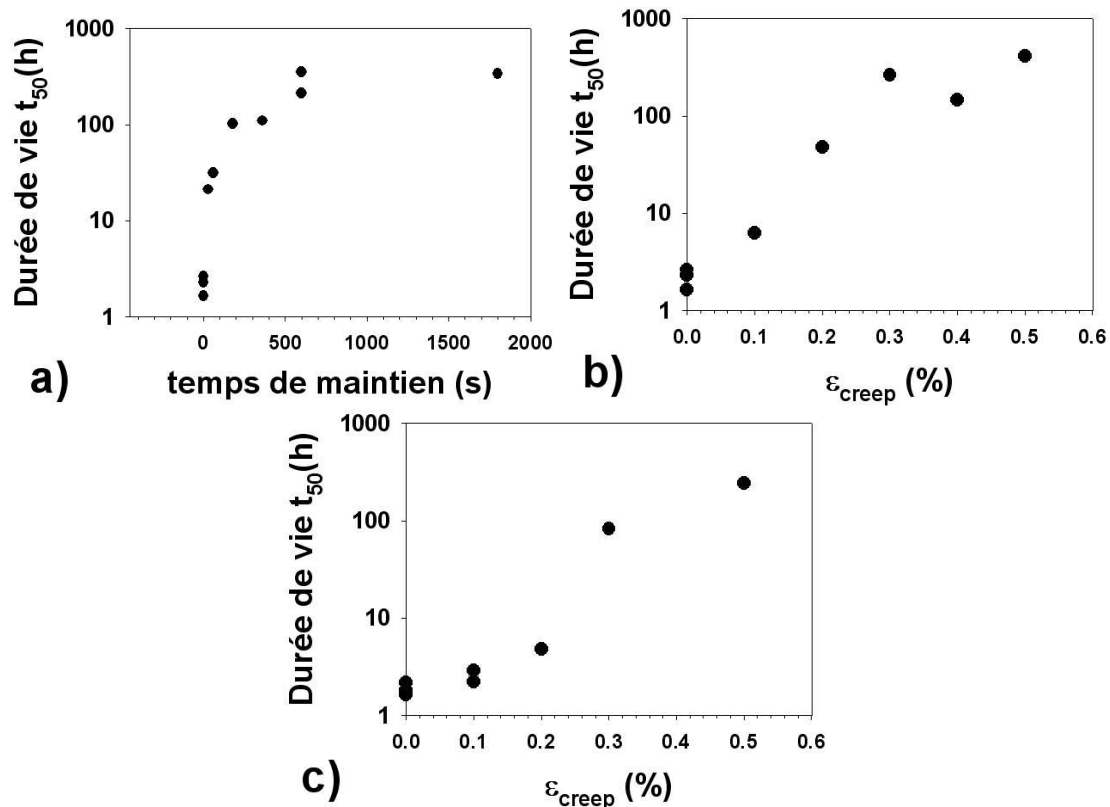
FIG. 3.36 : Influence de la durée du maintien de traction en CF sur la durée de vie pour a) des maintiens d'une durée donnée ( $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ ), b) des maintiens jusqu'à une déformation de fluage  $\epsilon_{creep}$  donnée avec  $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$  et c)  $\Delta\epsilon_t = 1\%$  ( $T=550^\circ\text{C}$ ).

Si l'ajout d'un temps de maintien peut réduire le nombre de cycles à rupture, il augmente dans tous les cas la durée de vie (exprimée en temps) du matériau vis-à-vis de la fatigue pure, c'est ce qu'illustre la figure 3.37.

Comme le mentionnait le premier chapitre, dans une optique de dimensionnement, les essais de fatigue-fluage sont généralement placés au sein d'un diagramme d'interaction positionnant ces essais en fonction de leur endommagement de fluage et de leur endommagement de fatigue [Nagesha et al., 2002, Sugiura et al., 1994, Gieseke et al., 1993, Tavassoli et al., 1997, Cabrillat et al., 2006, Asada, 1993, Vasina et al., 1995, RCC-MR, 1993]. La figure 3.38 présente un tel diagramme dans le cas de l'acier P91 sollicité à  $550^\circ\text{C}$  en

Type de maintien	CF	RF
$\Delta\varepsilon_{fat}$	0.7%	0.7%
Déformation viscoplastique appliquée lors du maintien	0.1%	0.07%
Durée du maintien (à $N_{50}/2$ )	6.8s	1800s
$N_{50}$ (cycles)	1964	3778
$\frac{N_{50}}{N_{50}^{PF}}$	0.48	0.92

**TAB. 3.7 :** Comparaison entre un essai de CF et un essai de RF menés à la même déformation totale et avec des déformations viscoplastiques par cycle comparables. Les maintiens sont en traction ( $T=550^{\circ}\text{C}$ ).



**FIG. 3.37 :** Influence de la durée du maintien de traction en CF sur la durée de vie (exprimée en heures) pour a) des maintiens d'une durée donnée, b) des maintiens jusqu'à une déformation de fluage  $\varepsilon_{creep}$  donnée avec  $\Delta\varepsilon_t = 0.7\%$  et c)  $\Delta\varepsilon_t = 1\%$  ( $T=550^{\circ}\text{C}$ ).

CF. Aucun facteur de sécurité et aucune étape d'approximation (les valeurs moyennes de durées de vie sont utilisées) ne sont mis en jeu pour calculer le deux endommagements définis à l'équation 1.14. On peut notamment constater que de très sévères réductions de durée de vie en fatigue sont observées, alors que l'endommagement de fluage est relativement faible.

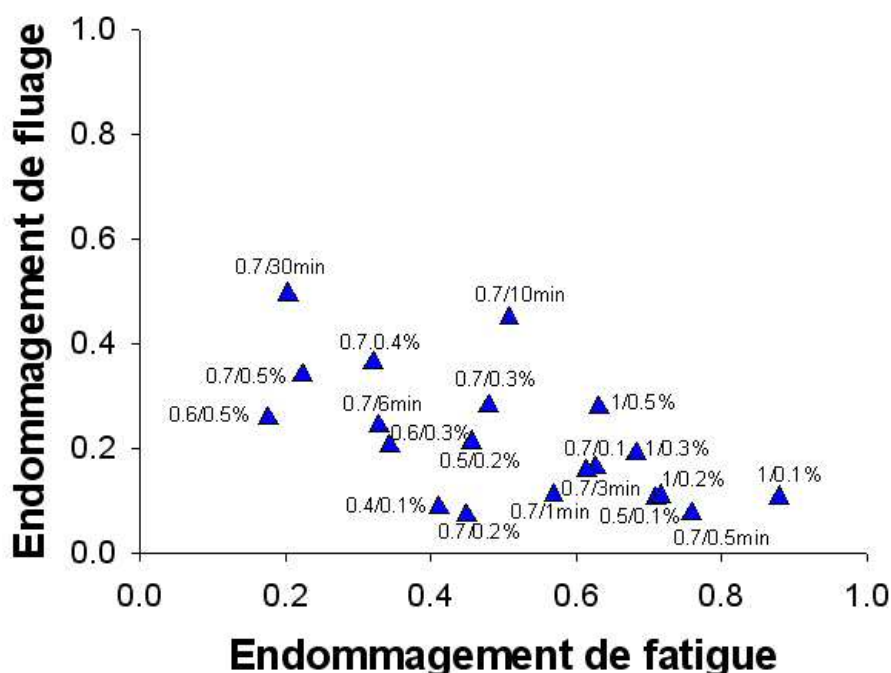


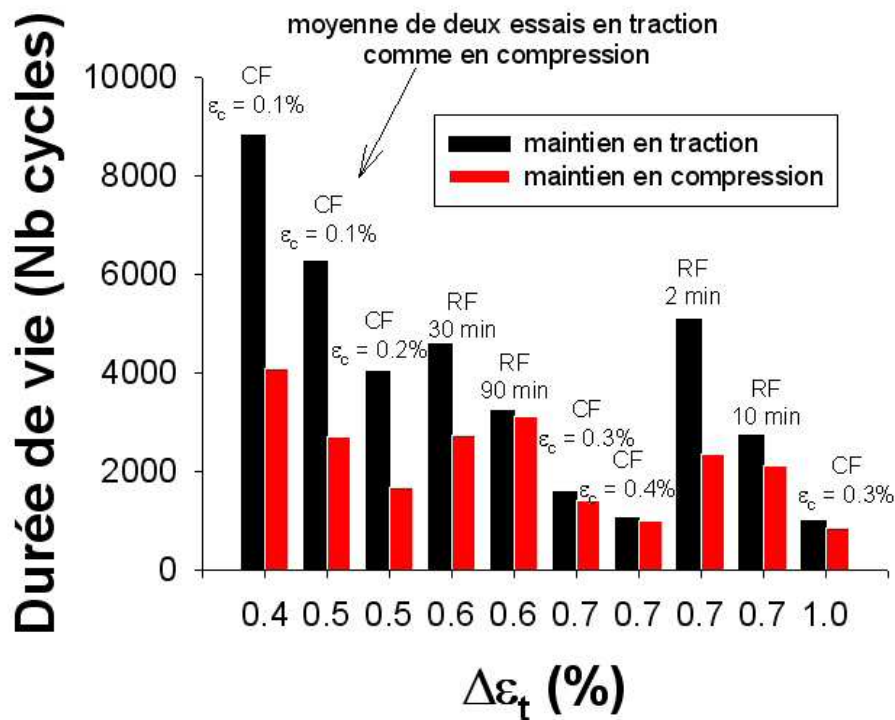
FIG. 3.38 : Diagramme d'interaction fatigue-fluage obtenu à 550°C pour les essais CF (maintien en traction) sur P91.

### 3.2.3 Influence des temps de maintien en compression.

En plus des essais avec temps de maintien en traction, une campagne d'essais avec maintien, de relaxation comme de fluage, en compression a été menée. Le tableau 3.8 présente la matrice d'essais correspondante, indiquant, pour chaque niveau, le nombre d'essais ainsi que la durée de la phase de maintien lorsque celle-ci est pilotée en déformation (calculée à mi-durée de vie). Les durées de vie obtenues sont rapportées à la figure 3.39 en comparaison des essais avec temps de maintien en traction correspondants. On peut se rendre compte que, pour les faibles niveaux de déformation et les temps de maintien relativement courts (ou à faible  $\epsilon_{creep}$ ), la durée de vie lors des maintiens en compression est nettement plus faible que celle des maintiens en traction équivalents. Même en tenant compte de la dispersion des durées de vie, un effet significativement délétère des maintiens en compression est mis en évidence. Ceci concorde bien avec les résultats de la littérature rapportés au début de ce chapitre.

$\Delta\varepsilon_{fat}(\%)$	CF tests				RF tests			
	$\varepsilon_{creep}(\%)$				temps de maintien (min)			
	0.1	0.2	0.3	0.4	2	10	30	90
0.4	1(837)	0	0	0	0	0	0	0
0.5	2(672)	1(924)	0	0	0	0	0	0
0.6	0	0	0	0	0	0	1	1
0.7	0	0	1(239)	1(654)	1	1	0	0
1	0	0	1(30)	0	0	0	0	0

**TAB. 3.8 :** Nombre d'essais en CF et RF menés à 550°C avec temps de maintien en compression. La durée de la période de maintien (mesurée à  $N_{50}/2$ ) est indiquée entre parenthèses en secondes, lorsque ceux-ci sont pilotés en déformation.



**FIG. 3.39 :** Comparaison entre durée de vie avec maintien en traction et maintien en compression.



En supposant que la durée de vie de fluage en compression est la même que celle en traction, on peut tracer un diagramme d'interaction fatigue-fluage contenant les essais CF avec maintien en compression et en traction.<sup>1</sup> La figure 3.40 présente un tel diagramme. On constate que, de manière globale, les essais avec maintien en compression se situent dans la même zone du diagramme que ceux avec maintien en traction. Cependant, lorsque l'on compare les essais similaires (seul le sens de maintien diffère), on constate que les maintiens en compression mènent à des endommagements de fluage légèrement plus élevés, alors que l'endommagement de fatigue est, quant à lui, toujours plus faible.

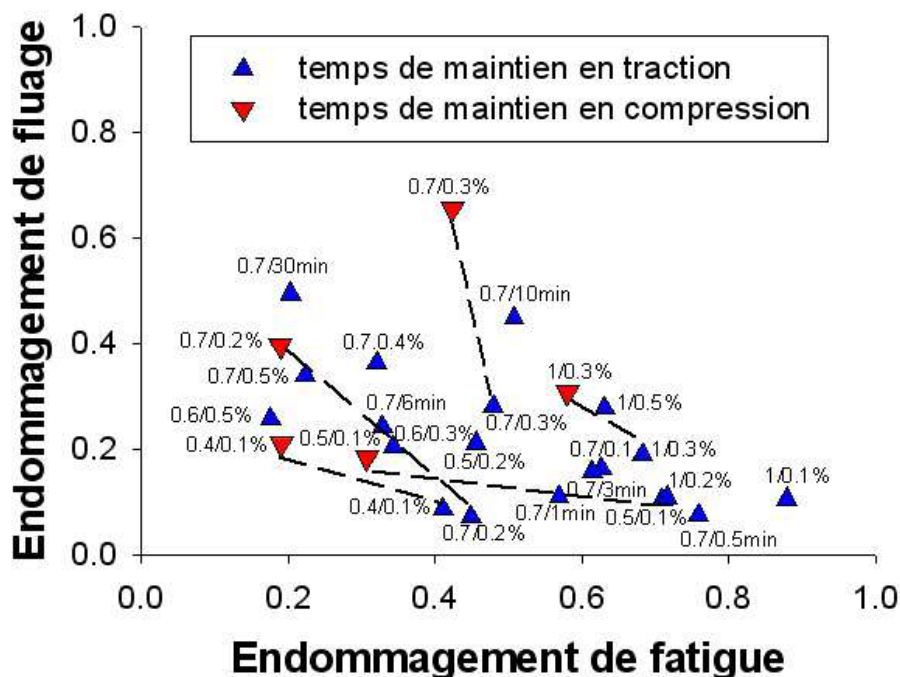


FIG. 3.40 : Diagramme d'interaction fatigue-fluage obtenu à 550°C pour les essais CF (maintien en traction ou en compression) sur P91. Les essais qui ne diffèrent que par le sens du maintien (traction ou compression) sont reliés par une droite.

Afin d'expliquer la différence entre maintien en traction et maintien en compression, deux principales hypothèses peuvent être avancées. D'une part, comme je le notais au début du présent chapitre, plusieurs auteurs ont déjà pu constater une telle différence lors d'essais de fatigue relaxation [Kschinka and Stubbins, 1989, Hecht, 1992, Mannan and Valsan, 2006, Challenger et al., 1981, Aoto et al., 1994, Sugiura et al., 1994, Taguchi et al., 1993, Hecht and Weertman, 1998, Kim and Weertman, 1988, Hecht and Weertman, 1993, Yaguchi et al., 1995]. Dans toutes ces études, l'effet de l'environnement est stigmatisé comme étant responsable de cette différence. En effet, des essais, menés

<sup>1</sup> Il faut néanmoins garder à l'esprit que, si l'on considère que l'endommagement de fluage procède par une cavitation ou une fissuration intergranulaire, calculer un tel endommagement en fluage de compression n'a pas de réel sens physique (en compression aucune cavité n'est supposée apparaître).

sous vide poussé, présentent une différence de durée de vie beaucoup plus faible entre maintien en traction et maintien en compression. Cependant, l'existence d'une contrainte moyenne positive dans le cas d'essais CF et RF avec maintien en compression (à l'inverse la contrainte moyenne est négative pour les maintiens en traction), est aussi une explication avancée pour rendre compte de cette dissymétrie. Toutefois, cet effet de contrainte moyenne ( $\sigma_m$ ) peut être considéré comme secondaire pour les essais RF, car  $\sigma_m$  reste faible. Dans le cas du dispositif expérimental spécifique présenté dans la présente étude, la possibilité de mener de "vrais" essais de fatigue-fluage (CF) induit des contraintes moyennes beaucoup plus élevées, comme l'illustre la figure 3.41. Ainsi, en CF, en fonction du niveau de déformation appliqué, la contrainte moyenne varie entre 25 et 90MPa en valeur absolue. Même si les niveaux de déformation menant aux plus fortes différences de durée de vie entre maintien en traction et maintien en compression ne se corrélaient pas forcément avec les plus grands écarts de contrainte moyenne, dans le cas des essais CF l'effet de contrainte moyenne ne peut, a priori, pas être négligé. En outre, la forte contrainte moyenne induite par les essais CF peut être un des éléments d'explication au fait qu'à déformation viscoplastique égale, un maintien de fluage est plus néfaste qu'un maintien de relaxation (voir tableau 3.7).

Afin d'essayer d'éclaircir les différences de durée de vie entre maintien en relaxation et maintien en fluage ainsi que celles entre maintien en traction et maintien en compression, de nombreuses éprouvettes ont été observées et expertisées.

### 3.2.4 Conclusions partielles.

- Les durées de vie de fatigue pure à 550°C se recoupent avec les données de la littérature.
- A durée équivalente, un maintien en fluage impose une déformation viscoplastique bien supérieure à un maintien en relaxation et mène donc à une durée de vie plus courte.
- A déformation viscoplastique égale, un maintien en fluage est plus délétère qu'un maintien en relaxation, suggérant donc la présence d'un mécanisme d'endommagement supplémentaire lors des maintiens en fluage.
- Les temps de maintien en compression mènent à des durées de vie significativement plus courtes que les temps de maintien en traction.

## 3.3 Observations : mécanismes d'endommagement.

Afin d'identifier les différents mécanismes d'endommagement régissant les interactions entre fatigue, fluage et oxydation, de nombreuses observations (microscopie optique, MEB) des surfaces du fût des éprouvettes, de leur faciès de rupture, et de coupes

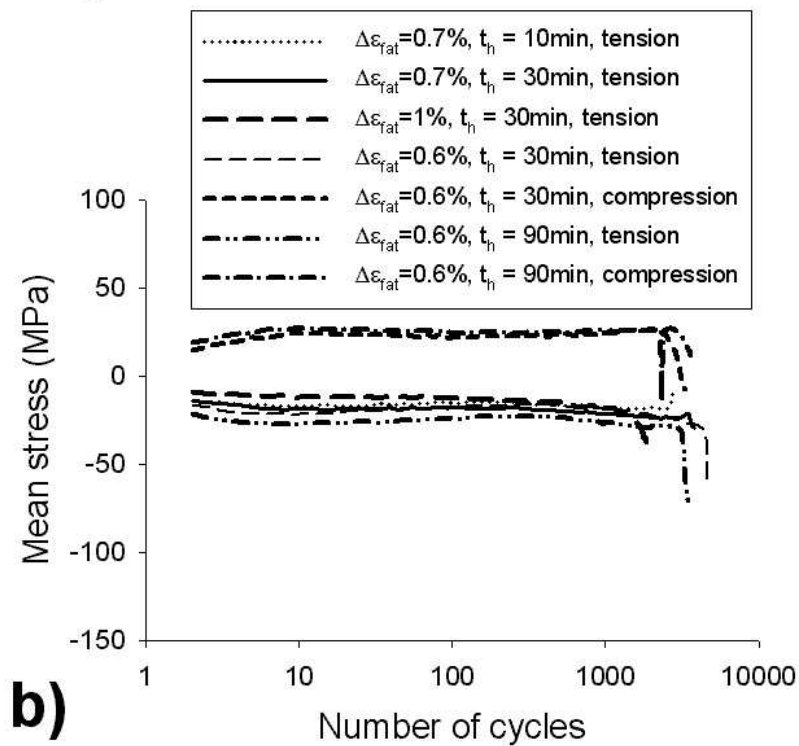
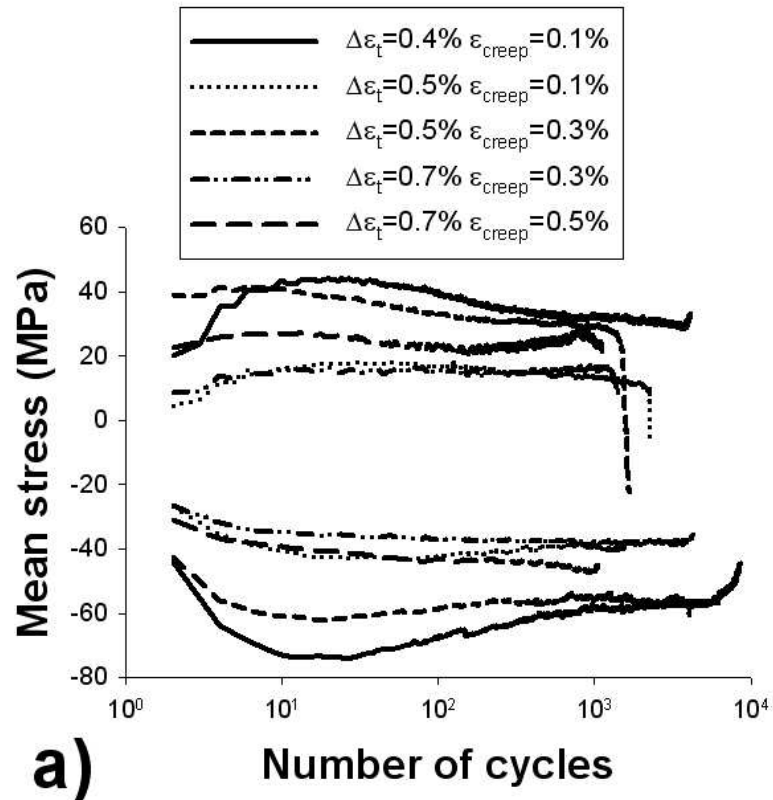


FIG. 3.41 : Contrainte moyenne des essais a) CF et b) RF avec maintien en compression (valeurs positives) ou en traction (valeurs négatives).

longitudinales polies ont été menées.

### 3.3.1 Caractéristiques générales de l'endommagement.

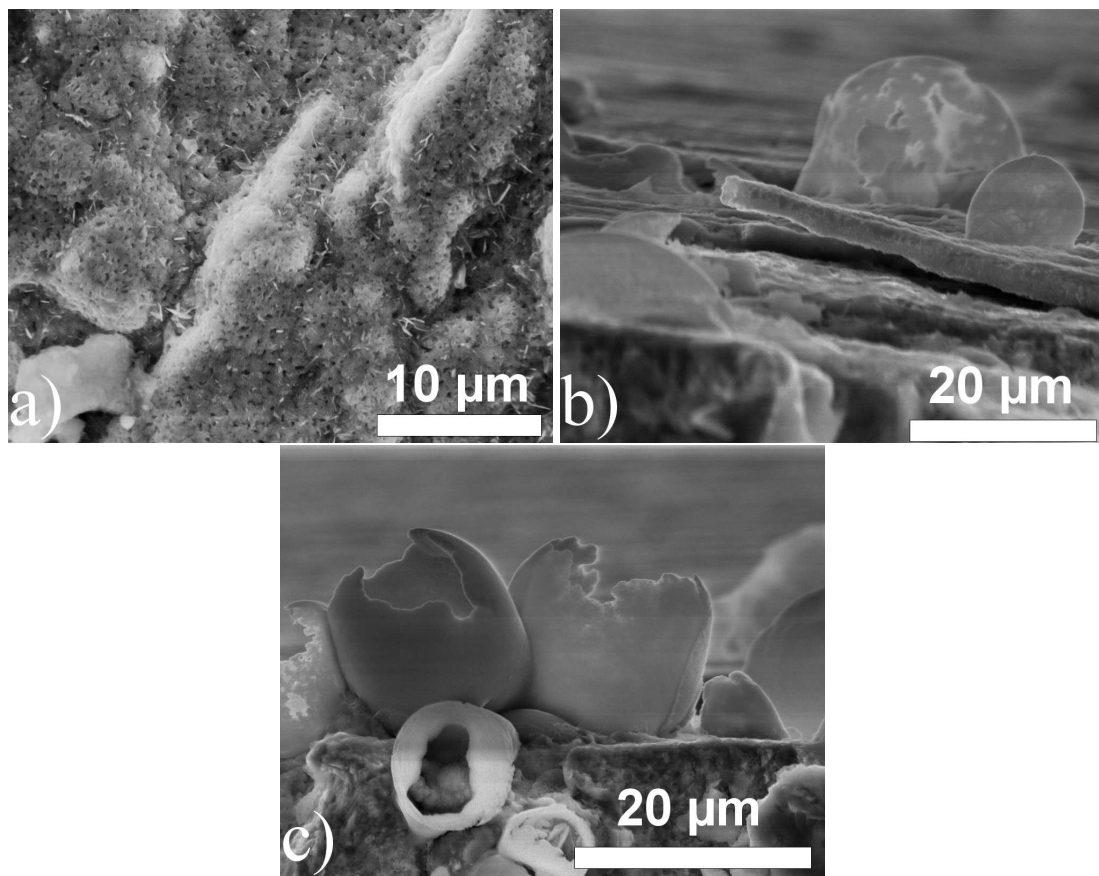
Si ces observations ont permis de distinguer plusieurs types d'endommagement en fonction de la sollicitation appliquée, certaines caractéristiques générales ont pu être mises en évidence sur l'ensemble des éprouvettes observées.

Tout d'abord, à 550°C sous air ambiant, les aciers à 9-12%Cr s'oxydent. Ainsi, l'ensemble des éprouvettes observées sont recouvertes d'une couche uniforme d'oxyde. Cette couche est présente sur le fût des éprouvettes, mais aussi sur leur faciès et sur les lèvres des fissures. Cette oxydation est observable sous la forme d'une couche uniforme ou de nodules sur les faciès de rupture (figure 3.42), et de débris ou de fines lamelles sur les lèvres des fissures secondaires (figure 3.43). Si les nodules creux, mis en évidence sur la figure 3.42, sont très surprenants, les débris observés le long des lèvres de fissures proviennent des ruptures de la couche lors des retours en compression. C'est probablement la rupture des fines lamelles observées sur la figure 3.43 qui mène à la formation de ces débris. Par ailleurs, la couche relativement uniforme observée sur les faciès de rupture présente un relief en "vagues" ou en stries.

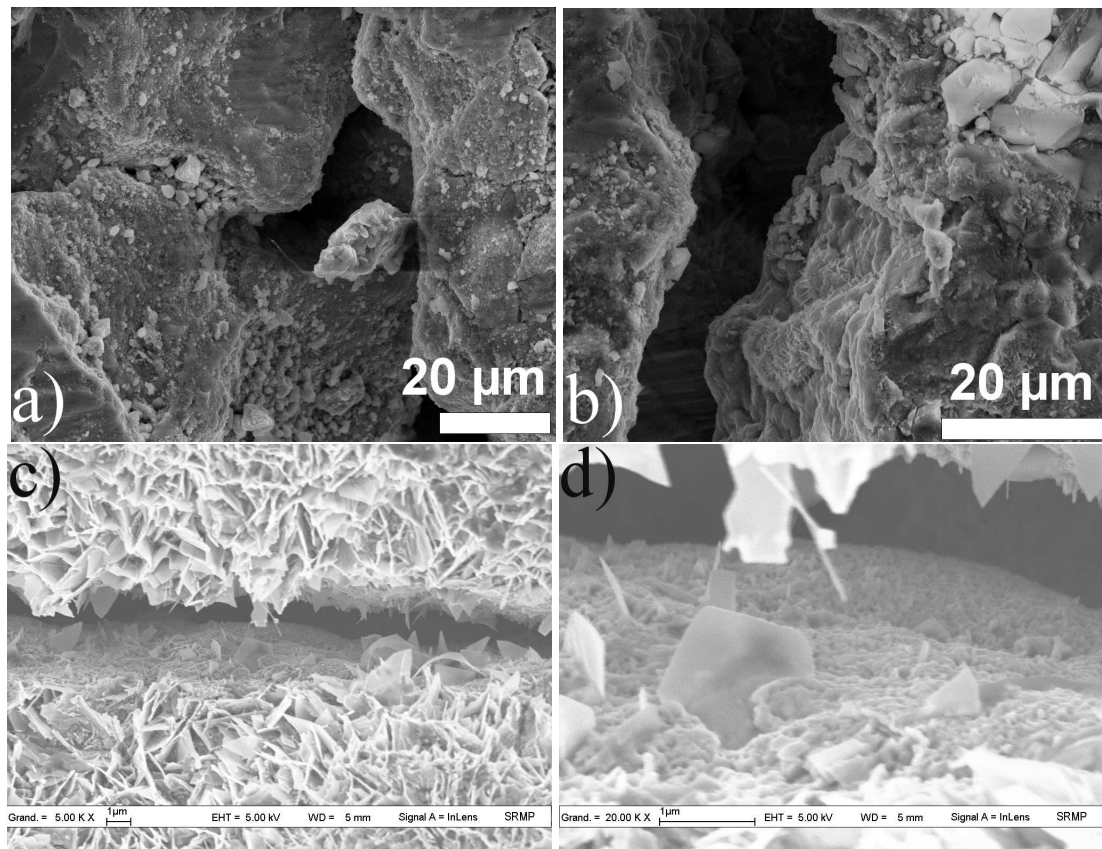
Ces stries sont une autre des caractéristiques observables quelle que soit la sollicitation (PF, RF ou CF) appliquée. Elles correspondent à une propagation de fissure transgranulaire observée sur les essais de PF (figure 3.44), aussi bien que sur les essais avec temps de maintien en traction et en compression (figure 3.45). On peut constater que leur relief est fortement lié à la couche d'oxyde qui s'est développée sur le faciès. Néanmoins, ces stries sont toujours observables après avoir enlevé la couche d'oxyde par attaque chimique. Pour les essais avec temps de maintien en compression, on peut constater un fort matage de la surface lié au frottement entre les lèvres de la fissure lors des retours en compression.

Cette propagation transgranulaire d'une ou plusieurs fissures s'amorce toujours en surface des éprouvettes et mène à une fissure macroscopique de forme globalement semi-elliptique, comme l'illustre la figure 3.46. La rupture finale des éprouvettes se produit par arrachement ductile menant à des faciès caractéristiques tels ceux représentés figure 3.47.

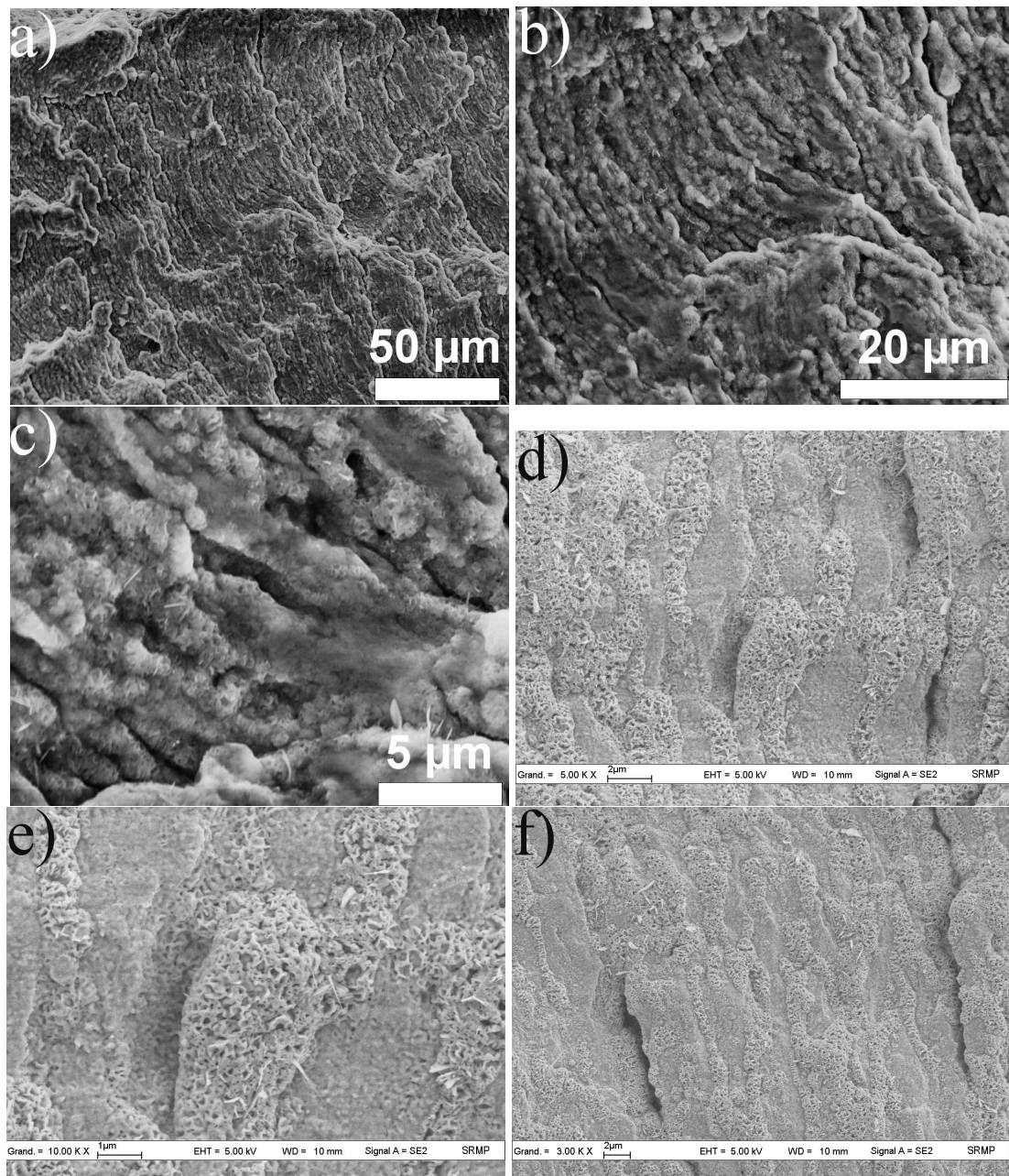
De manière générale, l'endommagement de fatigue et de fatigue-fluage est principalement transgranulaire et consiste en la propagation de fissures semi-elliptiques amorcées en surface du matériau. Ceci est cohérent avec les résultats de la littérature qui ont rapporté que des indices d'endommagement intergranulaire ne sont observés que pour des températures de 600°C et plus. Par ailleurs, cette observation concorde avec les résultats de Gaffard [Gaffard, 2005] reproduits figure 3.48. Ces derniers montrent qu'en



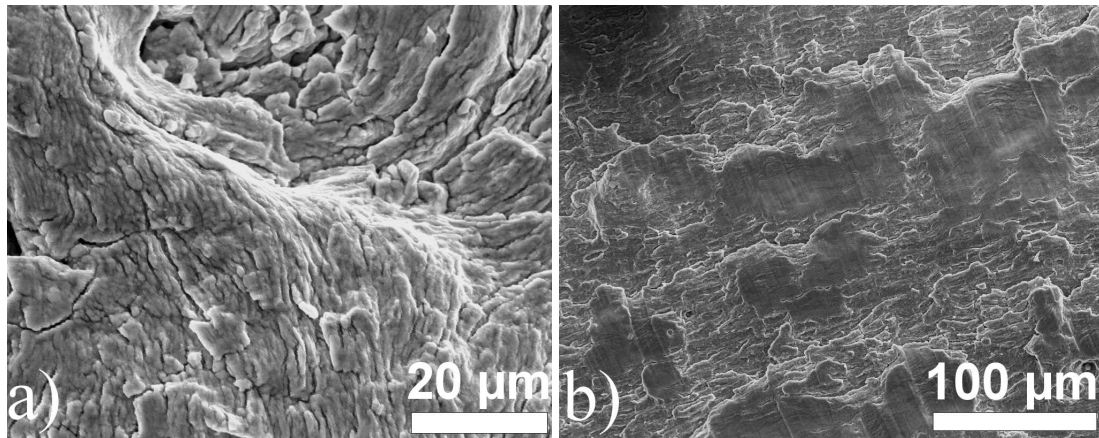
**FIG. 3.42 :** Observations MEB de l'oxydation visible sur les faciès de rupture sous forme a) d'une couche uniforme et b) et c) de nodules.



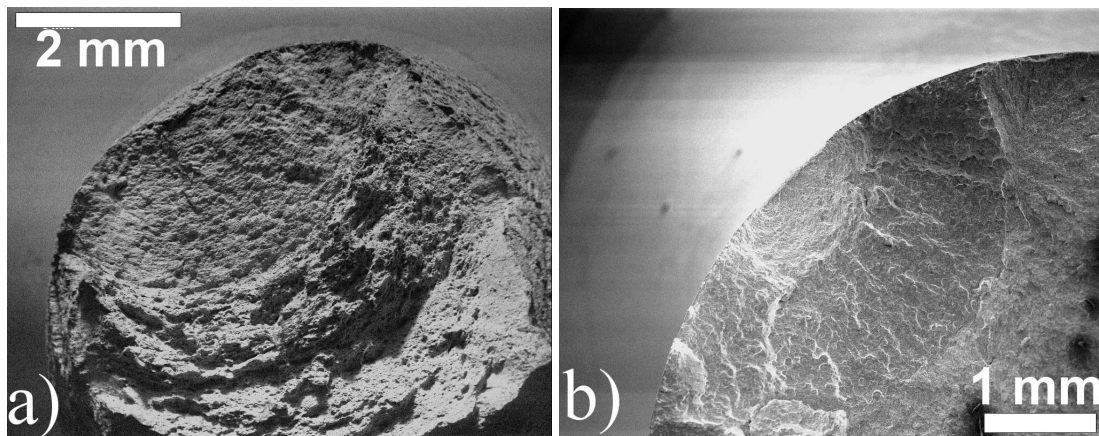
**FIG. 3.43 :** Observations MEB de l'oxydation visible sur les lèvres des fissures secondaires sous forme a) et b) de débris et c) et d) de lamelles.



**FIG. 3.44 :** Observations MEB des stries de fatigue visibles sur un faciès de rupture après un essai de PF à  $\Delta\epsilon_f = 0.6\%$ . Les figures b) et c) sont des agrandissements de la zone observée en a). De même que la figure e) est un détail de la zone observée à la figure d). Les figures a), b) et c) ont été obtenues à l'aide d'un MEB classique, alors que les figures d), e) et f) proviennent d'un MEB FEG.

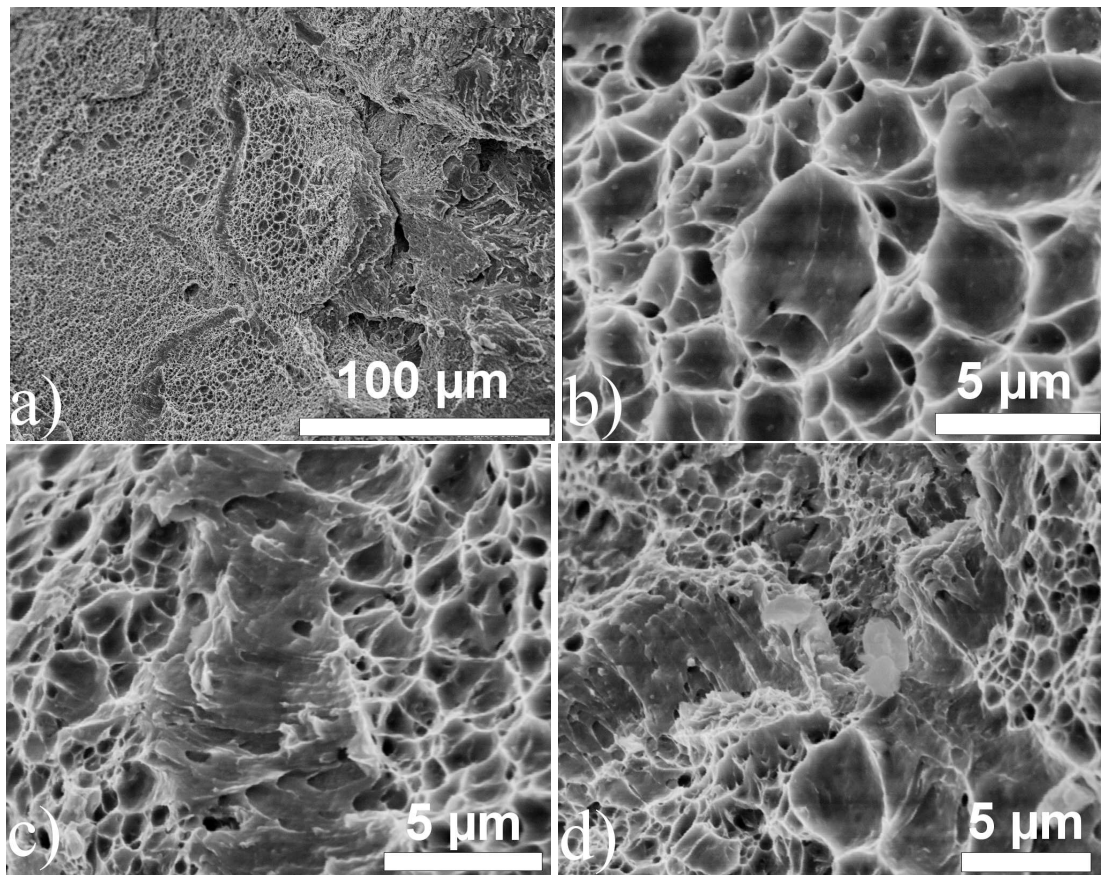


**FIG. 3.45 :** Observations MEB des stries de fatigue visibles sur un faciès de rupture après un essai de CF avec maintien a) en traction et b) en compression.



**FIG. 3.46 :** Observations MEB d'une fissure macroscopique de forme elliptique ayant mené à rupture pour un essai a) de PF et b) de CF.





**FIG. 3.47 :** Observations MEB a) de la transition entre un faciès de propagation transgranulaire de fatigue et un faciès d'arrachement ductile. Détails b) des cupules ductiles, c) d'un joint de grain et d) d'un point triple visibles sur la figure a).

fluage à 625°C, la réduction d'aire à rupture (mesure du phénomène de striction) reste très forte sauf pour les très faibles vitesses de déformation correspondant à de faibles contraintes appliquées. Ceci indique que l'endommagement par coalescence de cavités intergranulaires (dont la croissance est pilotée par des phénomènes de diffusion) n'est prépondérant que pour des vitesses de déformation inférieures à  $10^{-8} \cdot s^{-1}$ . La figure 3.48 indique aussi les domaines de vitesse de déformation atteints au cours des essais RF et CF. Ces derniers sont nettement au dessus de la vitesse de transition à 625°C entre les deux mécanismes. En outre, à 550°C cette vitesse de transition devrait être encore plus faible. L'absence d'endommagement intergranulaire aux niveaux de sollicitation testés en PF, RF et CF n'est donc pas étonnante. Cependant, si les sollicitations de service réelles correspondent à des niveaux de contrainte et de déformation beaucoup plus faibles, il est tout à fait possible qu'un endommagement de fluage intergranulaire vienne s'ajouter à l'endommagement de fatigue transgranulaire observé ici. Ceci souligne à nouveau le caractère périlleux d'extrapolations hasardeuses menées sur la seule base des données de durée de vie obtenues en laboratoire. L'identification des mécanismes physiques d'endommagement est une étape incontournable afin de savoir dans quelle mesure ces résultats sont extrapolables et s'il faut, ou non, prendre en compte des phénomènes supplémentaires.

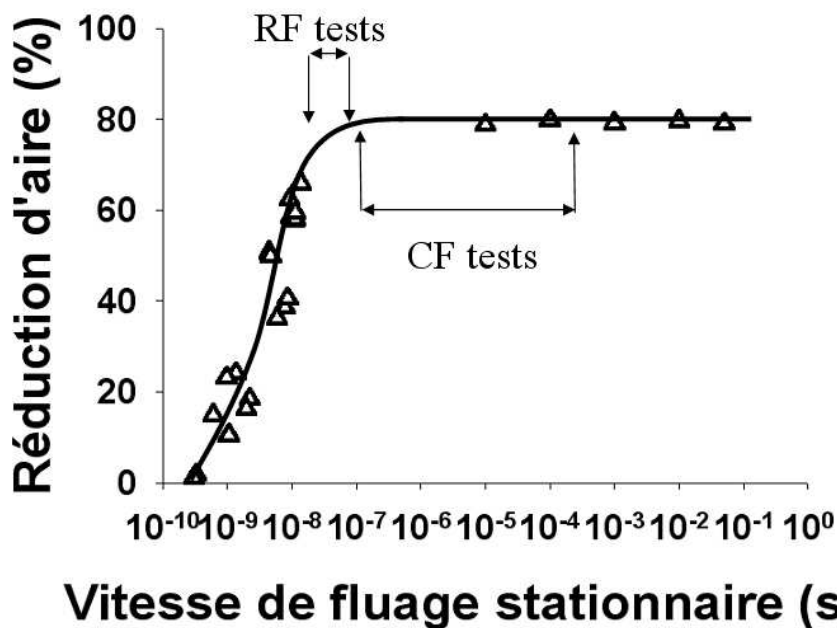
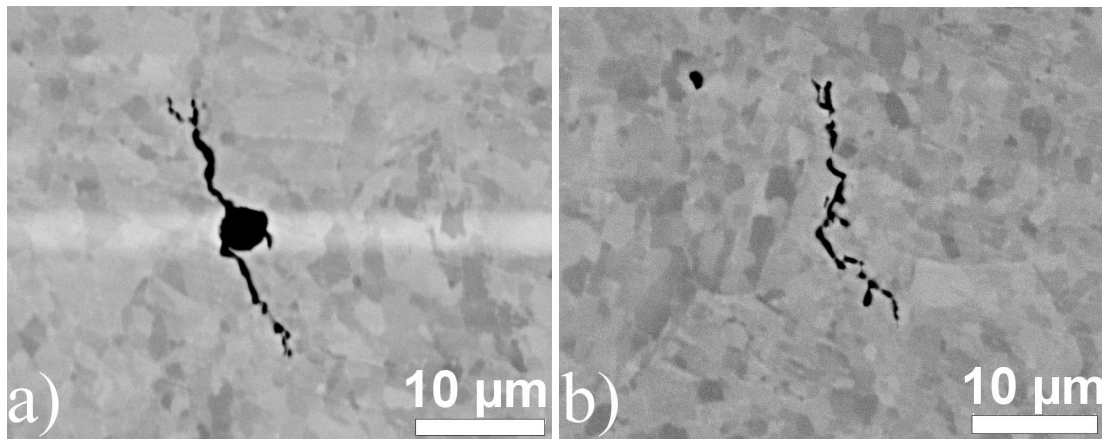


FIG. 3.48 : Réduction d'aire observée sur des éprouvettes sollicitées en fluage à 625°C d'après [Gaffard, 2005] en fonction de la vitesse de déformation minimum. Les domaines de vitesse de déformation des essais CF et RF de la présente étude sont aussi indiqués sur ce graphique.

Une seule exception a pu être observée : dans le cas d'un essai CF à faible niveau de déformation ( $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$  et  $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ ). Quelques très rares fissures se sont amorcées en volume et non pas en surface, et ce, soit sur des inclusions, soit, apparemment, par la coalescence de cavités intergranulaires ou interblochs (figure 3.49).



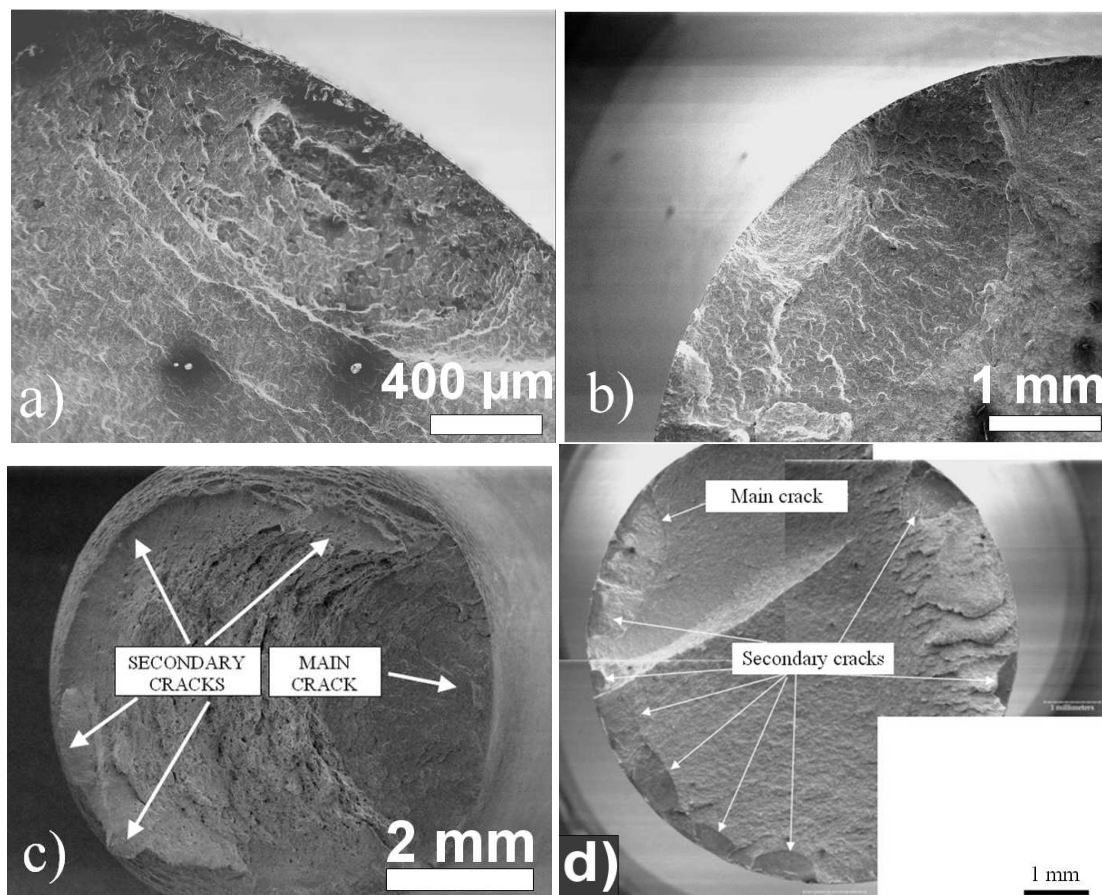
**FIG. 3.49** : Observations MEB en électrons rétrodiffusés de deux fissures de nature intergranulaire ou interblochs (coupe longitudinale polie) amorcées en volume sur un échantillon soumis à un essai CF avec  $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$  et  $\epsilon_{creep} = 0.1\%$  en traction.

### 3.3.2 Identification de deux types d'interaction fatigue-fluage-oxydation.

Outre ces caractéristiques générales, l'ensemble des observations menées ont permis d'identifier deux principaux types d'interaction entre fatigue, fluage et oxydation, en fonction de la sollicitation appliquée. Des différences significatives concernant la densité et la morphologie des fissures ainsi qu'au niveau de la couche d'oxyde ont été mises en évidence. A partir des multiples observations effectuées, les paragraphes qui suivent présentent une synthèse des résultats obtenus.

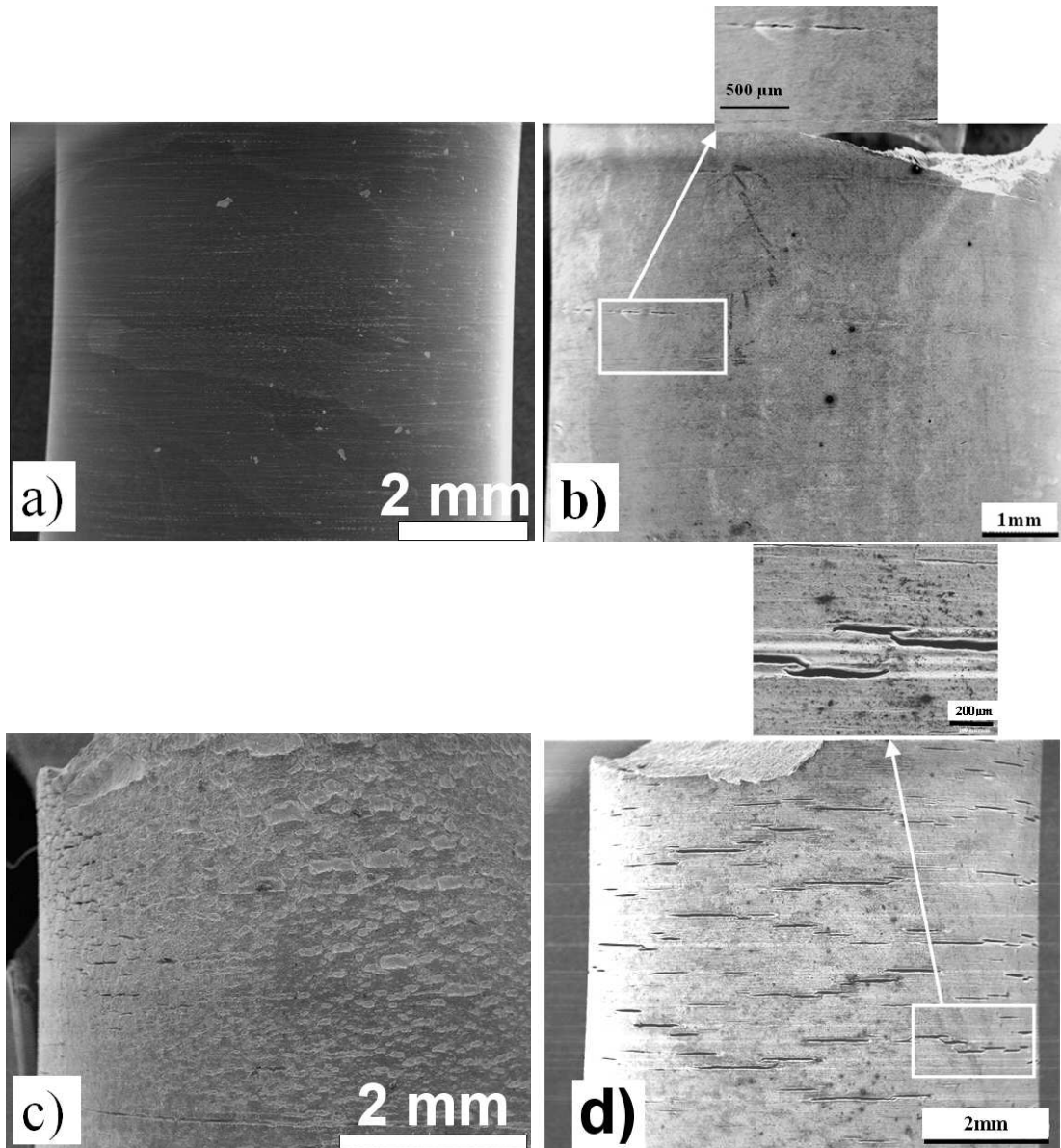
L'observation des faciès de rupture (figure 3.50) ainsi que du fût des éprouvettes (figure 3.51) montre que, pour les essais de fatigue pure (PF) et de fatigue-fluage en traction (CFT) à faible amplitude de déformation, seules quelques fissures s'amorcent et se propagent, la rupture finale étant due à la propagation d'une seule fissure macroscopique. A l'inverse, pour les essais CFT à forte amplitude de déformation ainsi que pour la plupart des essais avec temps de maintien en compression (CFC), de très nombreuses fissures (ayant même parfois coalescé) peuvent être observées sur le fût des éprouvettes (figure 3.51). Par ailleurs, les faciès de rupture montrent que plusieurs fissures se sont amorcées et propagées sur des plans proches, accélérant ainsi la rupture finale. Dans

le cas des essais CFC, jusqu'à 9 fissures macroscopiques (d'un diamètre supérieur à  $500\mu\text{m}$ ) ont pu être observées sur un même faciès. La densité de fissures secondaires est tellement élevée dans le cas des essais CFC et CFT à forte amplitude qu'il est possible, sur une coupe longitudinale d'en observer plus de 200 (sur une longueur de 16mm). La figure 3.52 présente la distribution des longueurs de fissures secondaires mesurées sur une unique coupe longitudinale pour un essai CFT ( $\Delta\varepsilon_{fat} = 0.7\%$  et  $\varepsilon_{creep} = 0.5\%$ ). Si leur profondeur moyenne est d'environ  $10\mu\text{m}$  quelques fissures de plus de  $200\mu\text{m}$  ont pu être mesurées, montrant, d'une part, que l'amorçage des fissures est beaucoup plus facile pour ce type d'essais, et qu'en outre, parmi ces multiples fissures plusieurs réussissent à se propager macroscopiquement.

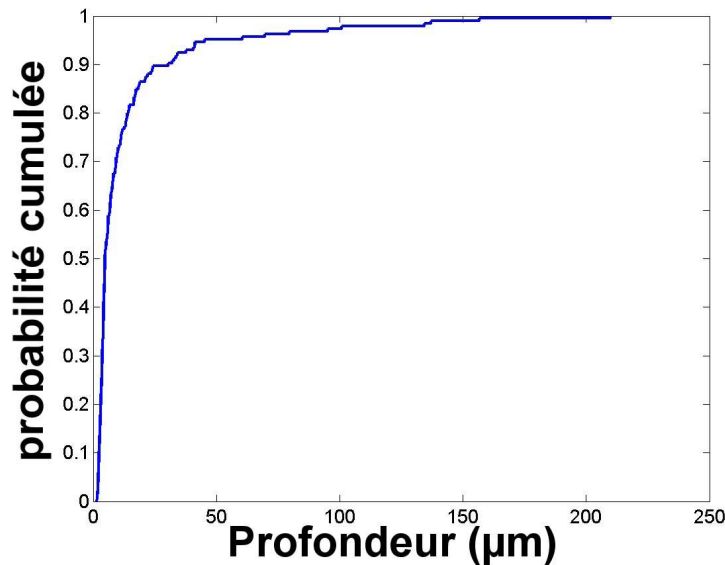


**FIG. 3.50 :** Faciès de rupture d'éprouvettes soumises à un essai a) PF ( $\Delta\varepsilon_{fat} = 0.7\%$ ), b) CFT à faible amplitude de déformation ( $\Delta\varepsilon_{fat} = 0.4\%$  et  $\varepsilon_{creep} = 0.1\%$ ), c) CFT à fort niveau de déformation ( $\Delta\varepsilon_{fat} = 0.7\%$  et  $\varepsilon_{creep} = 0.5\%$ ), et d) CFC ( $\Delta\varepsilon_{fat} = 0.4\%$  et  $\varepsilon_{creep} = 0.1\%$ ).

Si, dans tous les cas, la propagation reste transgranulaire, la morphologie des fissures diffère significativement entre ces deux domaines d'interaction. C'est ce qu'illustre



**FIG. 3.51** : Surface des fûts d'éprouvettes soumises à un essai a) PF ( $\Delta\epsilon_{fat} = 0.7\%$ ), b) CFT à faible amplitude de déformation ( $\Delta\epsilon_{fat} = 0.4\%$  et  $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ ), c) CFT à fort niveau de déformation ( $\Delta\epsilon_{fat} = 0.7\%$  et  $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ ), et d) CFC ( $\Delta\epsilon_{fat} = 0.4\%$  et  $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ ). La couche d'oxyde a été enlevée du fût grâce à une attaque acide.

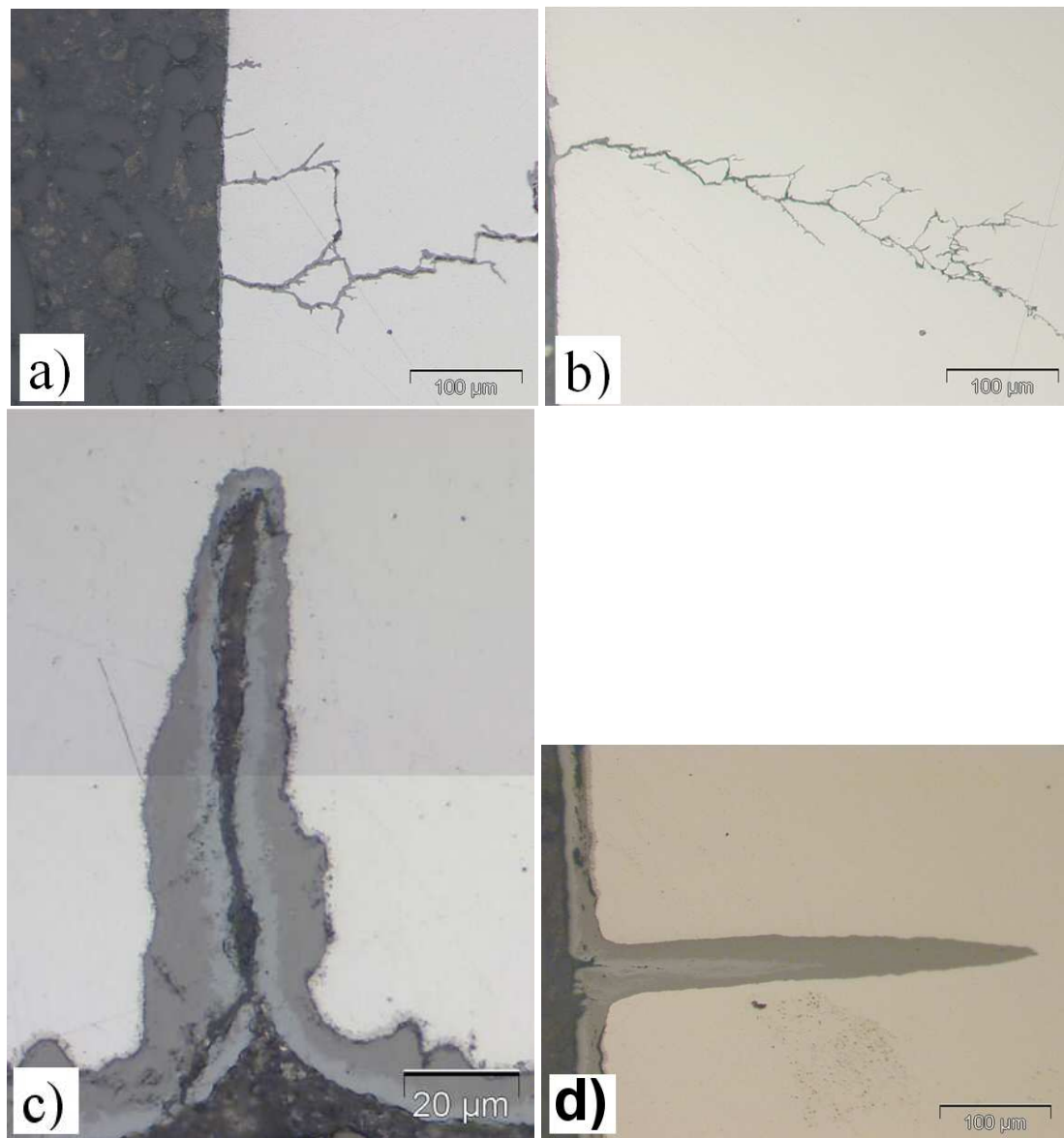


**FIG. 3.52 :** Distribution des profondeurs des 185 fissures observées sur une éprouvette ayant subi un essai CFT ( $\Delta\varepsilon_{fat} = 0.7\%$  et  $\varepsilon_{creep} = 0.5\%$ ).

la figure 3.53 sur laquelle des coupes longitudinales polies observées en microscopie optique présentent les deux morphologies typiques de fissures observées sur les différents échantillons. Dans le cas des essais PF et CFT à faible amplitude de déformation, les fissures, peu nombreuses, présentent une morphologie très sinueuse, faite de multiples embranchements. A l'inverse, dans le cas des essais CFC et CFT à forte amplitude de déformation, les fissures, beaucoup plus nombreuses, se propagent de manière rectiligne, perpendiculairement à l'axe de sollicitation<sup>2</sup>. On note, par ailleurs, dans le premier cas, que les fissures très sinueuses sont aussi très peu ouvertes, alors que dans le second domaine, on observe des fissures largement ouvertes et abondamment remplies d'oxyde.

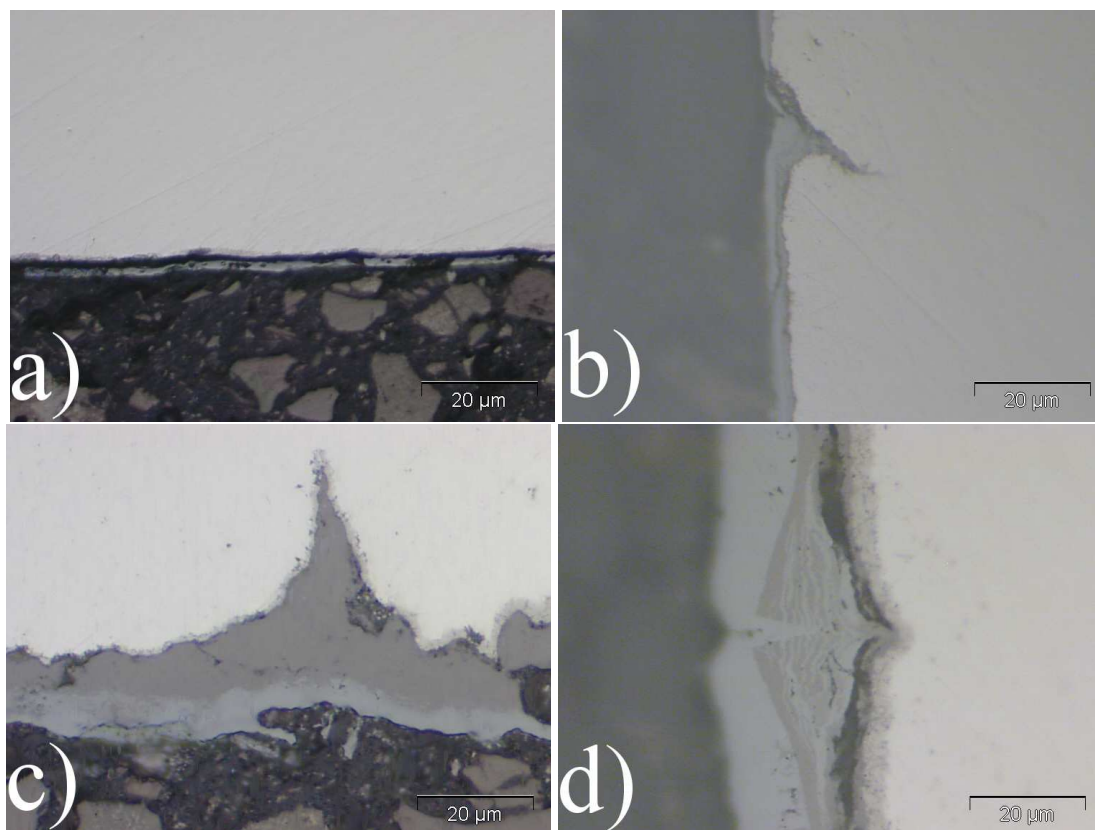
C'est d'ailleurs cette couche d'oxyde qui constitue la dernière différence majeure distinguant ces deux domaines d'endommagement. De manière très surprenante, la couche d'oxyde la plus épaisse n'est pas observée sur l'essai le plus long. En effet, en considérant une cinétique de croissance de la couche d'oxyde proportionnelle à une puissance du temps ( $\frac{1}{2}$  ou  $\frac{1}{3}$  de manière usuelle), il était raisonnable de penser que les essais les plus longs mèneraient à la couche d'oxyde la plus épaisse. La figure 3.54 montre qu'une fois encore c'est le niveau et le type de sollicitation qui régit l'épaisseur de la couche d'oxyde. Les essais PF et CFT à faible amplitude présentent une couche d'oxyde épaisse de quelques microns (2 à 3 en moyenne), alors que les essais CFC et

<sup>2</sup>Ceci est cohérent avec les résultats de la littérature à l'exception du cas des maintiens en traction, pour lesquels Hecht [Hecht, 1992] observait la présence de nombreux embranchements sur les fissures, en contraste avec les fissures très droites issues de temps de maintien en traction.



**FIG. 3.53** : Morphologie des fissures observées en coupe longitudinale sur des éprouvettes soumises à un essai a) PF ( $\Delta\epsilon_{fat} = 0.7\%$ ), b) CFT à faible amplitude de déformation ( $\Delta\epsilon_{fat} = 0.4\%$  et  $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ ), c) CFT à fort niveau de déformation ( $\Delta\epsilon_{fat} = 0.7\%$  et  $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ ), et d) CFC ( $\Delta\epsilon_{fat} = 0.4\%$  et  $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ ).

CFT à forte amplitude de déformation mènent à des couches d'oxyde dont l'épaisseur peut atteindre une vingtaine de microns.



**FIG. 3.54 :** Couche d'oxyde observée sur des coupes longitudinales d'éprouvettes soumises à un essai a) PF ( $\Delta\varepsilon_{fat} = 0.7\%$ ), b) CFT à faible amplitude de déformation ( $\Delta\varepsilon_{fat} = 0.4\%$  et  $\varepsilon_{creep} = 0.1\%$ ), c) CFT à fort niveau de déformation ( $\Delta\varepsilon_{fat} = 0.7\%$  et  $\varepsilon_{creep} = 0.5\%$ ), et d) CFC ( $\Delta\varepsilon_{fat} = 0.4\%$  et  $\varepsilon_{creep} = 0.1\%$ ).

Ces observations nous ont incité à étudier plus attentivement les phénomènes d'oxydation des aciers à 9%Cr. L'annexe D propose une synthèse bibliographique concernant l'oxydation des aciers à 9-12%Cr. Je me contenterai d'illustrer par le biais du tableau 3.9 que la composition de l'oxyde formé sur ces aciers dépend fortement de la température, de l'environnement (air sec, air humide, vapeur d'eau,...) et de la composition exacte de la nuance étudiée. Les couches développées sur les éprouvettes d'oxydation statique sont en fait formées de deux sous-couches d'épaisseur à peu près identique. Des mesures effectuées à l'aide d'une microsonde CAMECA SX 100 ont permis d'étudier en détail leur composition. La couche externe (interface air/oxyde) est un oxyde de fer de composition proche de  $Fe_3O_4$ . Entre cette couche et le substrat métallique se situe une couche de spinelle fer-chrome (de composition approximative  $(Fe, Cr)_3O_4$ ). La figure 3.55 présente les



cartographies des principaux éléments composant ces couches.

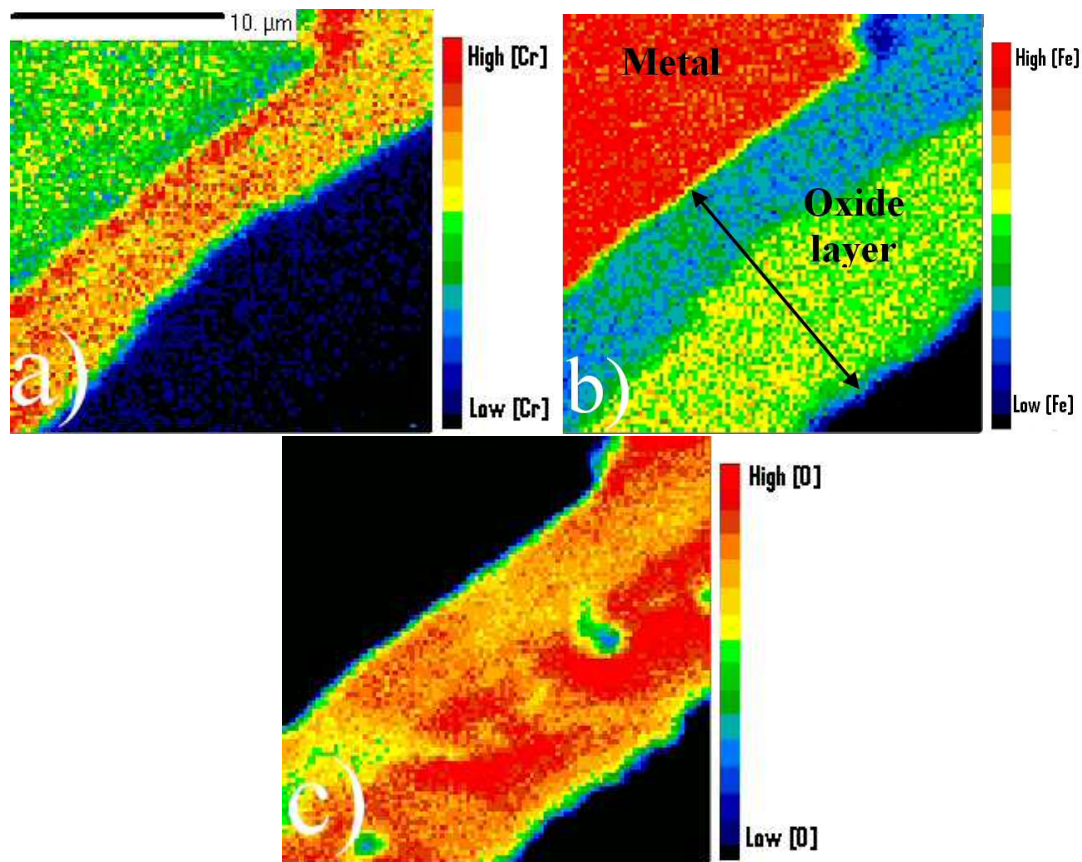


FIG. 3.55 : Cartographies microsonde montrant la nature duplex de la couche d'oxyde formée sur le P91 à 550°C en localisant a) le chrome, b) le fer et c) l'oxygène.

Des essais d'oxydation statique (une éprouvette est simplement posée dans un four à 550°C) ont été menés afin de mesurer la cinétique d'oxydation en l'absence de chargement mécanique. La rugosité des éprouvettes d'oxydation statique est la même que celle des éprouvettes de fatigue décrites au chapitre précédent. De même que pour les essais de fatigue, aucun contrôle de l'atmosphère n'est mis en place, seule la température est maintenue constante à 550°C. La cinétique d'oxydation mesurée suit une loi puissance usuelle (avec un exposant plus proche de 0.3 que de 0.5) et se positionne raisonnablement vis-à-vis des cinétiques rapportées dans la littérature à 500 et 600°C (tableau 3.10 [Khanna et al., 1986, Stobbs et al., 1986, Lloyd et al., 1977]). La figure 3.56 compare cette cinétique d'oxydation aux épaisseurs de couche mesurées sur différentes éprouvettes testées en PF, CF et RF. On peut constater que seuls les essais CFC et CFT à forte amplitude de déformation présentent des couches d'oxyde anormalement épaisses en comparaison de la cinétique d'oxydation statique mesurée au cours de cette étude. Par ailleurs, ces résultats soulignent à nouveau la différence entre maintien de relaxation et maintien de fluage. En effet, alors que l'essai CFT à forte amplitude de déformation

Reference	T (K)	Matériau	Environment	couche externe	couche interne
[Greeff et al., 2000]	< 673	Fe-Cr-1Mo in-service conditions	O <sub>2</sub> and 5.10 <sup>-3</sup> torr	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
	673 < T < 873			Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /FeO	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /FeO
	> 873			Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	
[Khanna et al., 1986]	< 873	for 20 years	O <sub>2</sub> /Air	(Fe,Cr)O <sub>3</sub>	
	973 < T < 1173	Fe-9Cr-xSi		Cr rich oxide	
	> 1173			Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	Cr rich Spinel
[Ostwald and Grabke, 2004]	873	9Cr1MoV	Air	(Mn,Fe)Cr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> /Fe <sub>x</sub> O <sub>y</sub>	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
[Brückman et al., 1972]	1273	Fe-Cr	O <sub>2</sub>	FeO	(Fe,Cr) <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /FeCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub>
[Crouch and Scully, 1981]	673	Fe-13Cr	Air + H <sub>2</sub> O	(Fe,Cr) <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	
	923			Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /(Mn,Cr) <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	
	1073				
[Tokei et al., 2000]	873-923	P91	O <sub>2</sub>	FeCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> /(Fe,Cr) <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	
[Lloyd et al., 1977]	873	Fe-10Cr	Air	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /(Fe,Cr) <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	
[Stobbs et al., 1986]	873	9Cr1Mo	Air	(Fe,Cr) <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /(Fe,Cr) <sub>3</sub> O <sub>4</sub>
Present study	823	P91	Air	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>

**TAB. 3.9 :** Compositions des oxydes formés sur des aciers à 9%Cr rapportées dans la littérature.

( $\Delta\varepsilon_{fat} = 0.7\%$  et  $t_m = 30\text{min}$ ) mène à une couche d'oxyde de plus de  $10\mu\text{m}$  d'épaisseur, un essai RF, à amplitude de déformation proche, mène à une couche d'oxyde beaucoup moins épaisse alors que l'essai a duré beaucoup plus longtemps.

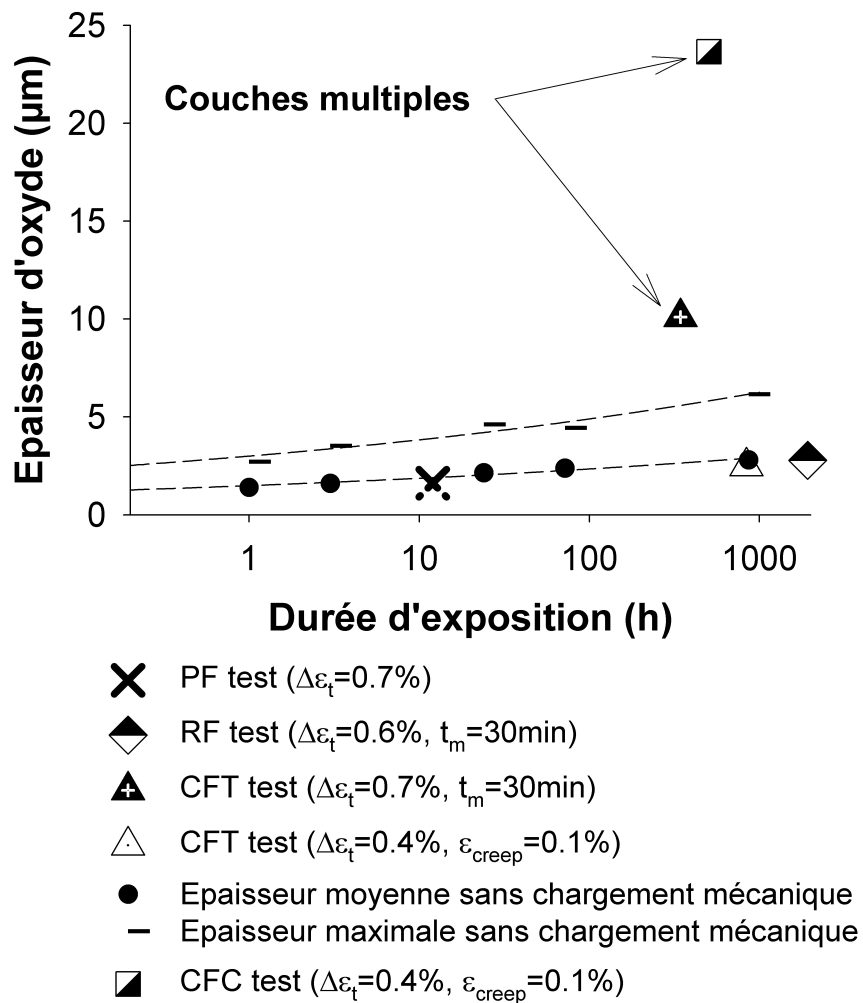
durée d'exposition (jours)	773K	823K	873K
1	0.12	2.14	1.41
3	0.21	2.38	2.43
36	0.72	2.80	8.46

**TAB. 3.10 :** Epaisseurs d'oxyde mesurées ( $\mu\text{m}$ ) au sein de la présente étude (823K) et comparées à celles de la littérature [Khanna et al., 1986] à 773K et 873K.

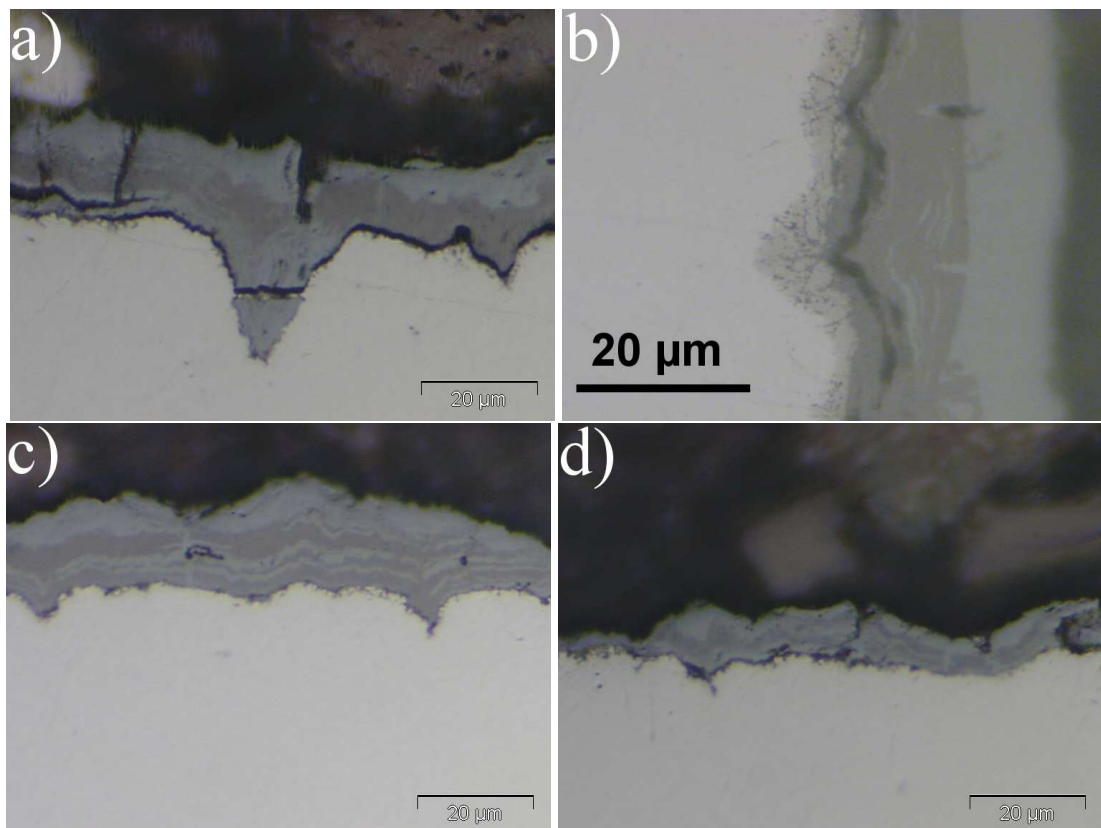
Outre leur épaisseur, les couches d'oxyde formées sur les éprouvettes sollicitées en CFC et CFT (à forte déformation) ont ceci de différent que leur morphologie ne présente pas le caractère duplex (une couche de spinelle et une couche de  $Fe_3O_4$ ). Plus exactement, sur ces éprouvettes, l'oxyde observé s'organise en une succession de strates faites de ces deux oxydes. La morphologie obtenue est donc une superposition de nombreuses couches d'oxyde dont la composition alterne entre un spinelle fer-chrome et  $Fe_3O_4$ . La figure 3.57 présente quelques détails de ces multicouches observées en microscopie optique (le spinelle apparaît en gris foncé, alors que la couche de  $Fe_3O_4$  est plus claire). Ces observations qualitatives sont confirmées par des mesures microsonde mettant en évidence la succession des compositions formant ces couches en feuillets (figure 3.58).

Par ailleurs, les images de la figure 3.57 montrent que ces couches très épaisses sont fortement endommagées et présentent de nombreuses fissures et porosités. Les sollicitations mécaniques lors des essais CFC et CFT (à forte amplitude de déformation) ont donc entraîné la rupture locale de la couche d'oxyde. Ce constat permet d'avancer l'hypothèse d'un mécanisme expliquant à la fois leur morphologie et leur épaisseur. En effet, lorsqu'une fissure traverse la couche d'oxyde, ceci entraîne l'exposition à l'air d'une surface métallique non oxydée. Cette dernière va donc directement réagir avec l'air se réoxydant beaucoup plus rapidement que lors d'une croissance continue de la couche (les cations d'oxygène doivent diffuser à l'intérieur de la couche d'oxyde). La répétition de ce mécanisme de rupture entraîne la formation de la morphologie en feuillets déjà observée dans la littérature et discutée [Lloyd et al., 1977, Skelton and Bucklow, 1978, Ikeda and Nii, 1978, Reuchet and Remy, 1983, Barbehön et al., 1987, Barbehön et al., 1988, Singh Raman and Tyagi, 1994, Singh Raman et al., 1994, Weiss, 1992].

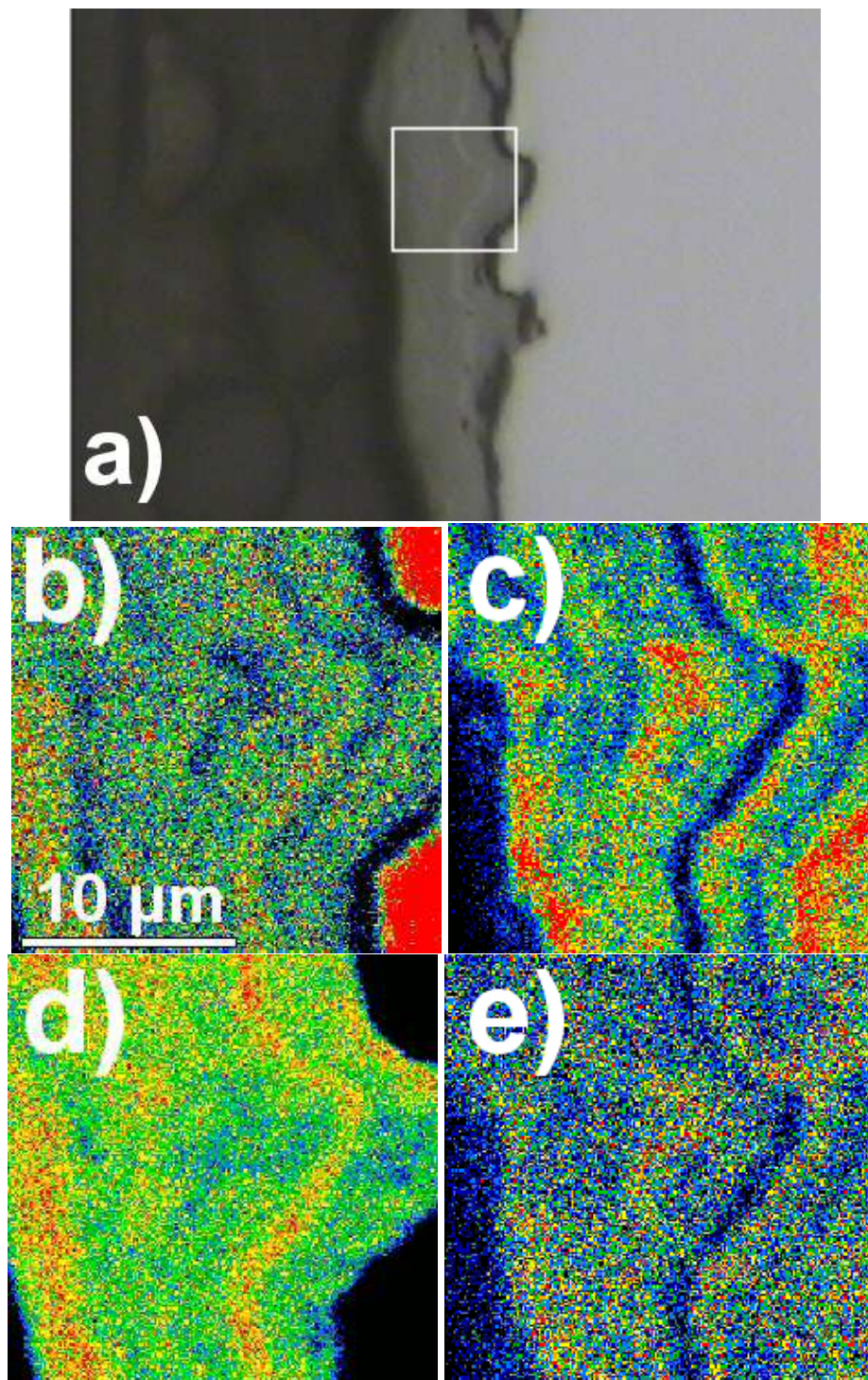
Si ce mécanisme de rupture de la couche d'oxyde permet d'expliquer sa morphologie, il n'est pas sans influencer la durée de vie en fatigue. En effet, une rupture de la couche dans son épaisseur entraîne la formation d'une fissure, certes courte, mais néanmoins source de concentrations de contrainte. Le comportement mécanique et l'endommagement de la couche d'oxyde risque donc d'influer sur l'amorçage des fissures au sein du



**FIG. 3.56 :** Comparaison entre les épaisseurs d'oxyde mesurées après essais PF, RF et CF avec la cinétique d'oxydation statique mesurée au cours de cette étude. Une épaisseur moyenne et une épaisseur maximale sont données car la couche d'oxyde présente une épaisseur assez variable localement (cinétique plus ou moins rapide en fonction de la présence de joints, de la composition locale...).



**FIG. 3.57 :** Observations en microscopie optique des couches d'oxyde formées sur un échantillon a) CFC ( $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$  et  $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ ) et CFT ( $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$  et  $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ ) à forte amplitude de déformation mettant en évidence leur morphologie multicouche.



**FIG. 3.58 :** Mesures microsonde de la composition chimique des couches d'oxyde à morphologie en feuillets. a) Observation en microscopie optique permettant de repérer la zone mesurée et cartographies du b) Fe, c) Cr, d) O et e) Mo présent au sein de la couche. Les teneurs vont croissant du bleu au rouge

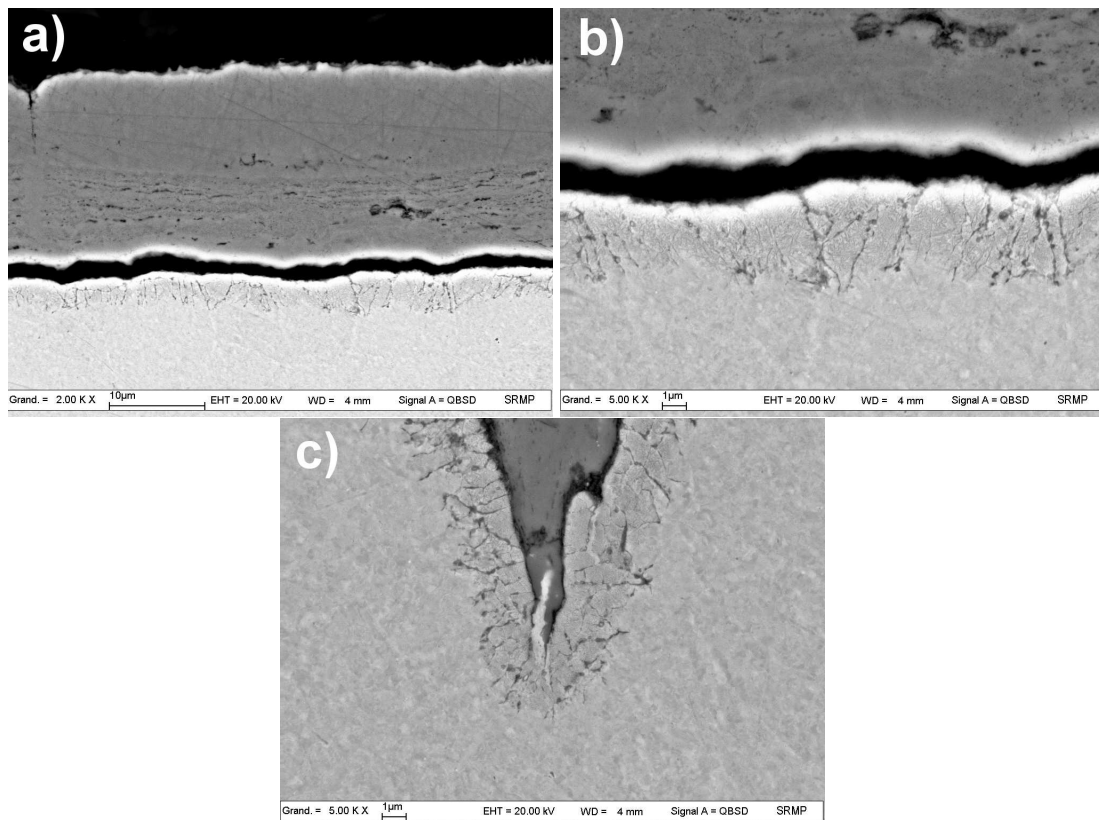
matériau. En outre, lorsque la couche se décolle ou se fissure, le phénomène d'oxydation reprend sur la surface fraîchement mise à nue. Des indices sur les premières phases d'oxydation peuvent être obtenus en observant les zones où la couche d'oxyde s'est décollée lors du refroidissement après l'essai (les différences de paramètre de maille et de coefficient de dilatation thermique génèrent des contraintes susceptibles de mener au décollement de la couche), ou encore les pointes de fissures. En effet, comme le montre la figure 3.59, on peut observer sur ces zones la présence d'une couche d'oxydation interne profonde de 1 à 2  $\mu\text{m}$  environ (cette oxydation interne est aussi visible sur les figures 3.54.d et 3.57.b). Des mesures microsonde montrent la présence d'une pénétration en oxygène qui semble, au vu des images de la figure 3.59, se faire préférentiellement le long des joints de la microstructure (chemins de diffusion rapide) [Zurek et al., 2004, Quadakkers et al., 2005]. Cette pénétration d'oxygène endommage les joints de la microstructure. Lorsqu'elle se produit en pointe de fissure (la couche y est soumise aux contraintes les plus fortes, elle s'y rompt donc facilement), cette dernière se propage au sein d'un matériau endommagé, comme l'illustre la figure 3.59.c. On peut ainsi raisonnablement supposer que ce phénomène d'oxydation interne risque d'accélérer la propagation des fissures [Dyson, 1982, Woodford and Bricknell, 1981].

A l'inverse, dans le cas des essais PF, RFT et CFT (à faible amplitude de déformation), aucun endommagement de cette couche d'oxyde n'est visible en coupe, cependant on peut, dans certains cas, observer des décollements de la couche d'oxyde comme l'illustre la figure 3.60.a. Ces décollements peuvent aussi se produire sur des éprouvettes où la couche d'oxyde est très épaisse (mécanisme de rupture précédemment évoqué) menant à des surfaces similaires à celle illustrée figure 3.60.b.

### 3.3.3 Conclusions partielles.

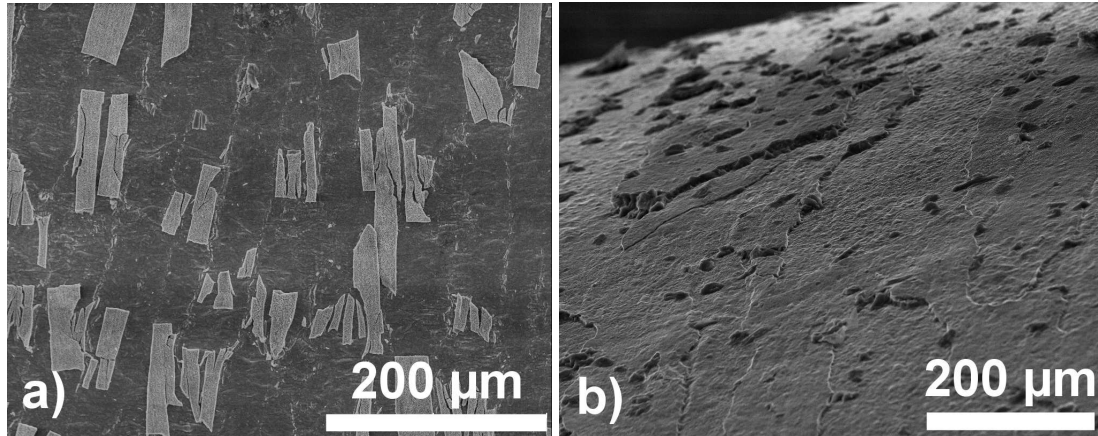
De l'ensemble de ces observations l'on pourra retenir les points suivants :

- Quels que soient le niveau de déformation, la nature et la durée du maintien appliqué, l'endommagement ayant mené à la rupture finale est principalement transgranulaire.
- A l'exception d'une unique éprouvette, aucune preuve d'endommagement intergranulaire n'a pu être observée, ce qui est cohérent avec les résultats de la littérature concernant l'endommagement de fluage à 550°C des aciers à 9%Cr (pour des essais relativement courts).
- Outre ces caractéristiques générales, valides pour l'ensemble des essais, les éprouvettes observées peuvent être séparées en deux catégories, correspondant à deux types d'endommagement distincts. Les caractéristiques de ces deux types d'endommagement sont résumées dans le tableau 3.11.



**FIG. 3.59 :** Observations MEB (électrons rétrodiffusés) de la couche d'oxyde interne formée a) et b) suite à un décollement de la couche d'oxyde et c) en pointe de fissure sur un échantillon CFC ( $\Delta\epsilon_t = 0.4\%$ ,  $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ ).





**FIG. 3.60** : Observations MEB de a) bandes d'oxyde décollées à la surface d'un essai CFT à faible amplitude de déformation ( $\delta\epsilon_t = 0.4\%$ ,  $\epsilon_{creep} = 0.1\%$ ) et b) de décohésion généralisée sur un essai CFT à forte amplitude de déformation ( $\delta\epsilon_t = 0.7\%$ ,  $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ ).

	Endommagement de type 1	Endommagement de type 2
Densité de fissures	faible	très élevée
Morphologie des fissures	sinueuses, très peu ouvertes	parfaitement droites, perpendiculaires à l'axe de sollicitation, largement ouvertes
Épaisseur de la couche d'oxyde en surface	2 à 3 $\mu m$	jusqu'à 25 $\mu m$
Morphologie de la couche d'oxyde en surface	couche duplex non endommagée	couche composée de multiples feuillets, fortement fissurée
Présence d'une couche d'oxyde interne	non	oui, notamment en pointe de fissure

**TAB. 3.11** : Récapitulatif des principales caractéristiques de chaque domaine d'endommagement.

## 3.4 Modélisation.

A partir des résultats en termes de durée de vie des essais de PF, RF et CF rapportés au paragraphe 3.2 ainsi que sur la base des observations menées afin d'identifier les phénomènes d'endommagement (paragraphe 3.3), un modèle de prédiction de durée de vie a pu être construit. Avant de détailler la modélisation en elle-même, je commencerai par décrire la succession des mécanismes d'endommagement et par identifier à quels types de sollicitations mécaniques ils correspondent. Le modèle ainsi que les essais nécessaires pour identifier ses paramètres sont ensuite décrits.

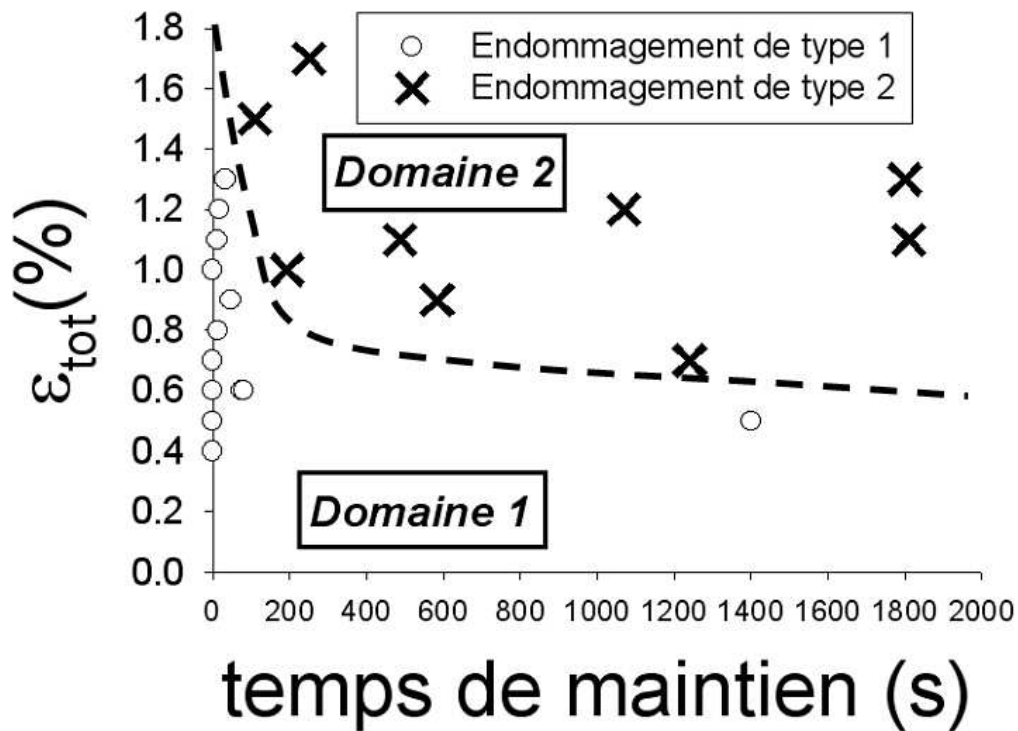
### 3.4.1 Identification des mécanismes d'endommagement et de leur domaine d'application.

#### 3.4.1.1 Identification de deux domaines de sollicitations.

Deux types d'endommagement ont été identifiés au paragraphe 3.3, reste à déterminer à quelles sollicitations ils correspondent et s'ils permettent d'expliquer les différences de durée de vie rapportées au paragraphe 3.2.

Si, dans un souci de concision, seules quelques observations sont rapportées au paragraphe précédent, la majorité des éprouvettes correspondant aux essais décrits dans les tableaux 2.5, 2.6 et 3.8 ont été observées au cours de la présente étude. Ces observations systématiques nous ont permis d'associer chaque type d'endommagement à un domaine de sollicitation. La figure 3.61 présente donc, dans le cas des essais PF et CFT, la nature de l'endommagement en fonction des paramètres de l'essai. Ces essais sont positionnés dans un plan ( $\epsilon_{tot}$ , temps de maintien) avec  $\epsilon_{tot} = \Delta\epsilon_t + \epsilon_{creep}$  car ces deux paramètres permettent de séparer deux domaines distincts, comme on peut le constater sur la figure 3.61. La définition de  $\epsilon_{tot}$  peut ne pas sembler usuelle, néanmoins nous verrons par la suite que ce choix est lié aux mécanismes de rupture de la couche d'oxyde. Ainsi, le domaine 1 (qui correspond à l'endommagement de type 1 décrit dans le tableau 3.11) rassemble les essais à faibles niveaux de déformation et à temps de maintien relativement courts. A l'inverse, le second domaine couvre les forts niveaux de déformation et les longs temps de maintien. Il semblerait donc qu'il faille la combinaison d'une forte déformation avec un temps de maintien suffisant, pour endommager la couche d'oxyde et ainsi entraîner l'existence d'un endommagement de type 2.

Les essais avec temps de maintien en compression présentent une durée de vie plus courte que leurs contreparties avec temps de maintien en traction, et ce principalement pour les faibles niveaux de déformation. L'observation des éprouvettes sollicitées en CFC a permis de les positionner aussi dans un plan ( $\epsilon_{tot}$ , temps de maintien) comme l'illustre la figure 3.62. Même si le nombre de points est nettement plus faible, on peut tout de même constater que la frontière entre les deux domaines s'est déplacée vers les faibles niveaux de déformation. Une esquisse de cette frontière, dans le cas des temps



**FIG. 3.61** : Distinction de deux domaines correspondant aux deux types d'endommagement observés dans le plan  $(\epsilon_{tot}, \text{temps de maintien})$  avec  $\epsilon_{tot} = \Delta\epsilon_t + \epsilon_{creep}$ , pour les essais avec temps de maintien en traction. La courbe en pointillés schématise la frontière entre ces deux domaines.

de maintien en compression, est présentée à titre illustratif sur la figure 3.62. Les points désignés par "cas mixte" se trouvent vraisemblablement très près de la frontière entre les deux domaines, dans le sens où, si de nombreuses fissures ont pu être observées, la couche d'oxyde est cependant restée assez mince et ne présente pas d'indice d'endommagement par fissuration.

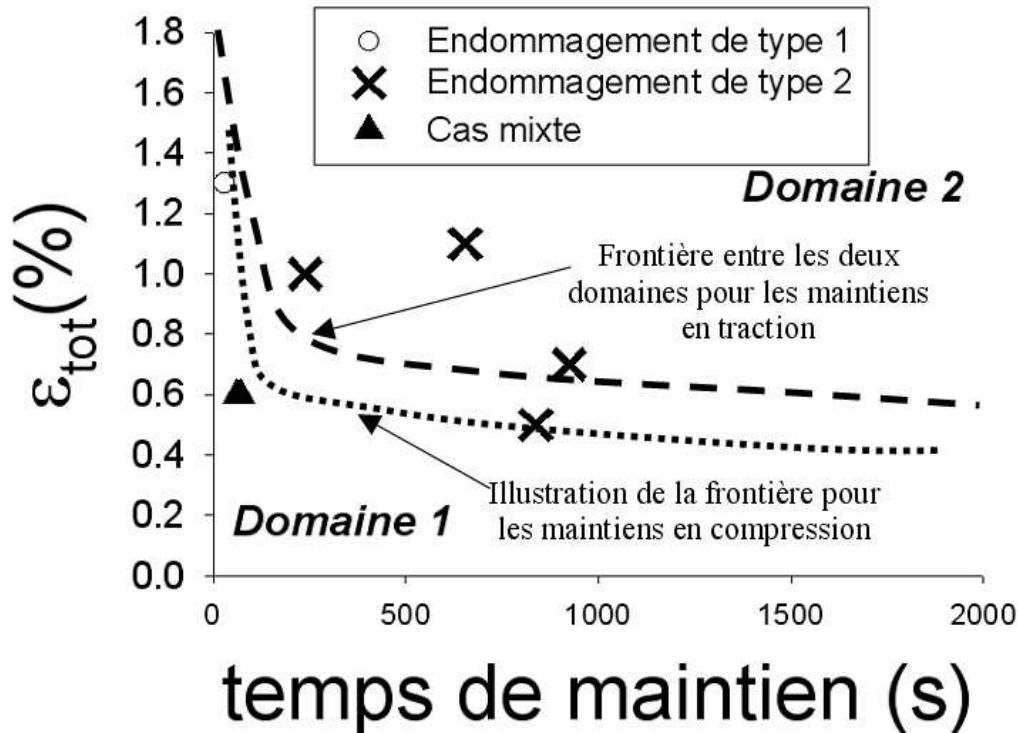


FIG. 3.62 : Distinction de deux domaines correspondant aux deux types d'endommagement observés dans le plan ( $\epsilon_{tot}$ , temps de maintien) avec  $\epsilon_{tot} = \Delta\epsilon_t + \epsilon_{creep}$ , pour les essais avec temps de maintien en compression.

Il semblerait qu'il soit plus facile (il faut une plus faible déformation à temps de maintien égal ou un temps de maintien plus court à déformation égale) de rompre la couche d'oxyde lors des essais CFC que lors d'essais CFT. Cette rupture de la couche d'oxyde accélère l'amorçage des fissures et influe aussi sur leur vitesse de propagation, ce qui pourrait expliquer les différences de durées de vie mesurées. Il reste néanmoins à comprendre les causes de cette dissymétrie afin, notamment, d'être capables de prédire la position de cette frontière pour des sollicitations se trouvant hors de notre base de mesures.

Pour ce faire, il faut étudier de plus près les mécanismes de rupture des couches d'oxyde. A ce titre, je citerai les livres de Schütze [Schütze, 1997] et de Freund et Sur-

esh [Freund and Suresh, 2003] qui regorgent d'informations quant aux propriétés mécaniques des couches d'oxyde et plus généralement des couches minces.

### 3.4.1.2 Origine des contraintes dans les couches d'oxyde.

On peut décrire l'état de contrainte au sein d'une couche d'oxyde à l'aide de l'équation générale [Schütze, 1997] :

$$\begin{aligned} \sigma_{\text{total}} = & \sigma_{\text{croissance intrinsèque}} + \sigma_{\text{croissance géométrique}} + \sigma_{\text{thermique}} \\ & + \sigma_{\text{fluage}} + \sigma_{\text{microfissuration}} + \sigma_{\text{chargement mécanique}} \end{aligned} \quad (3.6)$$

Avec  $\sigma_{\text{croissance intrinsèque}}$  et  $\sigma_{\text{croissance géométrique}}$  des contraintes provenant de la croissance de la couche. La première est liée à la croissance interne de l'oxyde, alors que la seconde résulte d'effets géométriques (courbure de la surface, rugosité,...). Le terme  $\sigma_{\text{thermique}}$  représente les contraintes thermiques issues des différences de coefficient de dilatation thermique entre l'oxyde et le métal sous-jacent.  $\sigma_{\text{fluage}}$  et  $\sigma_{\text{microfissuration}}$  rendent compte des mécanismes de relaxation de contrainte, à savoir le fluage de l'oxyde et son endommagement par microfissuration. Finalement le terme  $\sigma_{\text{chargement mécanique}}$  traduit la contribution des chargements mécaniques macroscopiques appliqués à l'ensemble de l'éprouvette lors d'un essai (PF, CF ou RF).

Si mon ambition était d'étudier de manière fine et détaillée le comportement des couches d'oxyde, il est indéniable que l'ensemble des termes de l'équation 3.6 devrait être pris en compte. Néanmoins, mon objectif étant nettement plus modeste et l'ensemble des données disponibles par trop restreint, je négligerai plusieurs composantes. Tout d'abord, de nombreuses preuves expérimentales montrent qu'à 550°C les oxydes croissant sur les aciers à 9-12%Cr ne se déforment pas par fluage [Schütze, 2005]. Par ailleurs, dans la mesure où mon objectif est de comprendre quelles sollicitations mènent la couche d'oxyde à rompre, aucune micro-fissure ne sera considérée à l'état initial. En outre, les contraintes de croissance ainsi que les contraintes d'origine thermique seront négligées en première approche. En effet, dans la mesure où ces dernières sont probablement identiques dans le cas d'essais avec temps de maintien en traction et temps de maintien en compression, elles ne devraient pas permettre d'expliquer les différences observées. De telles contraintes pourraient être estimées à l'aide du coefficient de Pilling-Bedworth [Schütze, 1997] si seule une croissance interne (c'est l'oxygène qui diffuse à l'intérieur de la couche d'oxyde existante et non pas les cations métalliques qui migrent vers la surface) de l'oxyde entrait en jeu. Cependant, dans le cas qui nous concerne, les mécanismes de croissance d'oxyde sont nettement plus complexes [Greeff et al., 2000, Khanna et al., 1986, Stobbs et al., 1986]. De ce fait, évaluer ce type de contrainte nécessite l'utilisation de méthodes beaucoup plus avancées (par exemple des analyses par éléments finis) [Huntz et al., 2006, Nishimura et al., 2005, Evans, 2005, Osgerby et al., 2005, Osgerby, 2000], ce qui se situe bien au-delà du cadre de la présente étude. Même si cette approximation semble conséquente, des résultats expérimentaux ainsi que des modélisations simples [Schütze,

2003, Schütze et al., 2005, Galerie et al., 2005] suggèrent que les contraintes de croissance et d'origine thermique restent petites en comparaison du chargement mécanique appliqué.

Ainsi, dans l'analyse qui suit, seules les contraintes provenant du chargement mécanique seront considérées.

### 3.4.1.3 Etat de contrainte au sein de la couche d'oxyde pour des essais PF, RF et CF.

La couche d'oxyde formée à 550°C sur un acier martensitique à 9%Cr peut être considérée comme élastique et fragile [Schütze, 1997]. Supposons, par ailleurs, que l'interface entre la couche d'oxyde et le matériau sous-jacent est parfaite : ( $\epsilon_{\text{oxyde}} = \epsilon_{\text{matériau}}$ ). Dans ce cadre, lors d'un essai PF, le chargement mécanique vu par la couche d'oxyde peut être représenté sous la forme de la boucle d'hysteresis schématisée figure 3.63. Les contraintes extrêmes vues par la couche d'oxyde s'expriment donc :

$$\sigma_{\text{ox}}^{\text{max}} = -\sigma_{\text{ox}}^{\text{min}} = E_{\text{ox}} \frac{\Delta \epsilon_t}{2} \quad (3.7)$$

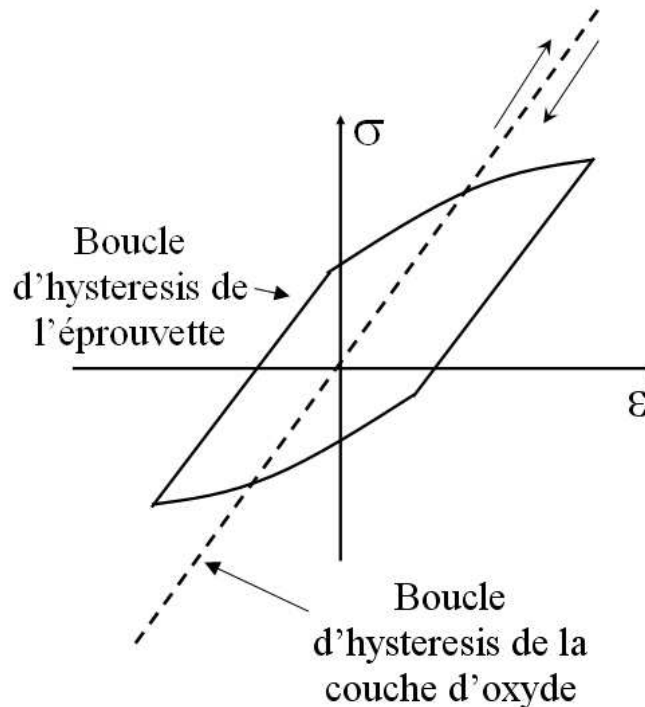


FIG. 3.63 : Schéma de la boucle d'hysteresis vue par la zone utile de l'éprouvette et par la couche d'oxyde lors d'un essai PF.

avec  $E_{ox}$  le module d'Young de l'oxyde. Lors d'un essai CF la durée de la phase de fluage est généralement beaucoup plus longue que la phase de cyclage. De ce fait, il est raisonnable de considérer que la croissance de l'oxyde en surface libre se déroule essentiellement durant cette phase de maintien. Ainsi, pour un essai CFT avec une très longue période de maintien, le cycle vu par la couche d'oxyde est schématisé sur la figure 3.64. Les contraintes extrêmes peuvent être décrites par les équations suivantes :

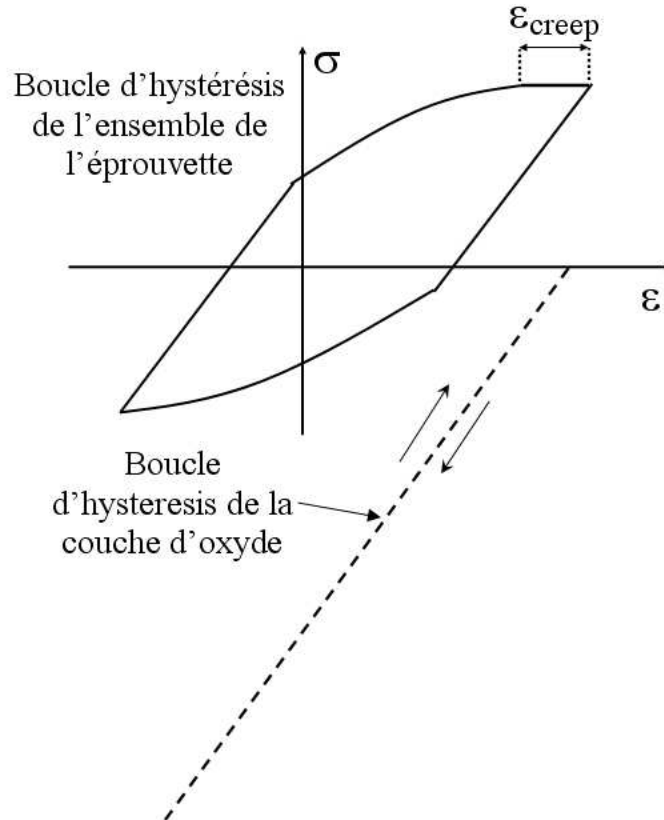


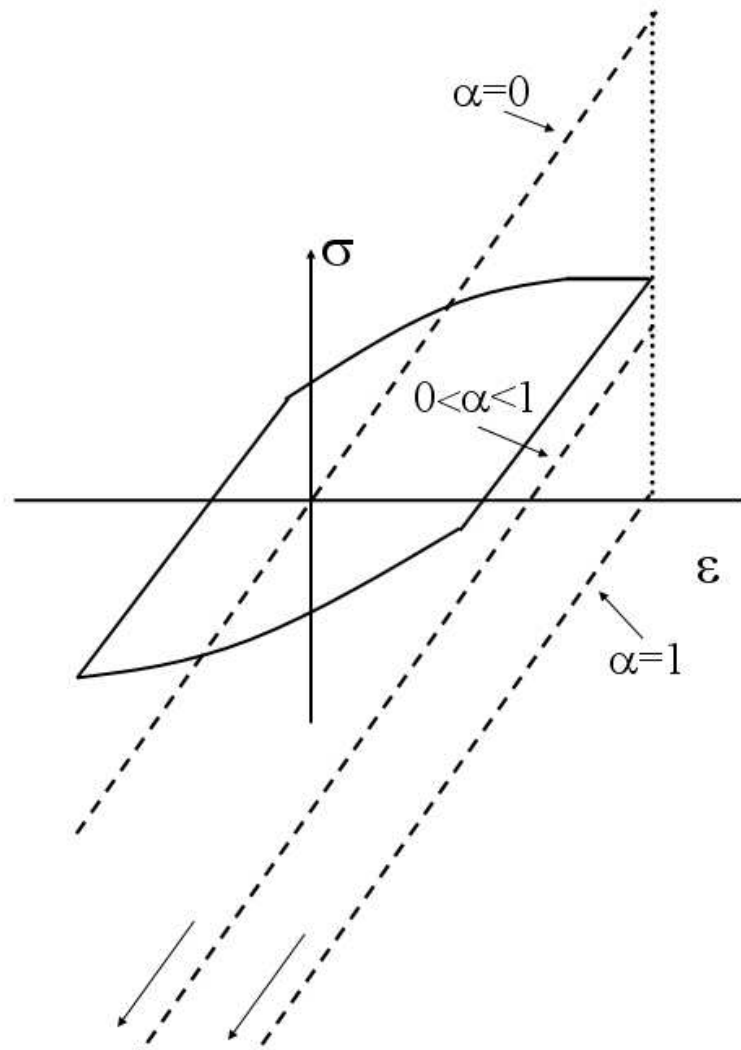
FIG. 3.64 : Schéma de la boucle d'hysteresis vue par la zone utile de l'éprouvette et par la couche d'oxyde lors d'un essai CFT avec un très long temps de maintien.

$$\sigma_{ox}^{max,T} = -\sigma_{ox}^{min,C} = (1 - \alpha)E_{ox} \left( \frac{\Delta \epsilon_t}{2} + \|\epsilon_{creep}\| \right) \quad (3.8)$$

$$\sigma_{ox}^{min,T} = -\sigma_{ox}^{max,C} = -E_{ox} \left( \frac{\Delta \epsilon_t}{2} (1 + \alpha) + \alpha \|\epsilon_{creep}\| \right) \quad (3.9)$$

où  $\sigma_{ox}^{max,T}$ ,  $\sigma_{ox}^{min,T}$ ,  $\sigma_{ox}^{max,C}$  et  $\sigma_{ox}^{min,C}$  sont les contraintes maximales et minimales de l'oxyde pour un essai avec maintien en traction et un essai avec maintien en compression respectivement.  $\epsilon_{creep}$  est la déformation de fluage appliquée et  $\alpha$  est une fonction du ratio  $\frac{t_{maintien}}{t_{cycle}}$ .  $t_{maintien}$  est la durée de la phase de maintien et  $t_{cycle}$  celle de la phase de

cyclage.  $\alpha$  varie entre 0 et 1, tel que  $\alpha = 0$  pour  $\frac{t_{\text{maintien}}}{t_{\text{cycle}}} = 0$ ,  $\alpha = 1$  for  $\frac{t_{\text{maintien}}}{t_{\text{cycle}}} \gg 1$ . Entre ces deux cas extrêmes, l'évolution de  $\alpha$  est une fonction complexe du taux de croissance, de la vitesse de fluage et des contraintes de croissance (voir figure 3.65). Ainsi, à la fin du temps de maintien, lorsque l'on reverse la charge, la contrainte dans la couche d'oxyde est soit nulle (très long temps de maintien : la croissance s'est principalement faite en surface libre, donc la contrainte est proche de 0) soit située entre 0 et la contrainte maximale atteinte en fatigue pure.



**FIG. 3.65 :** Illustration de l'influence du paramètre  $\alpha$  des équations 3.8 et 3.9 sur le cycle contrainte-déformation subi par la couche d'oxyde (en traits pointillés).

Dans le cas des essais RF, la valeur de  $\epsilon_{\text{creep}}$  dans l'équation précédente est égale à 0. Les contraintes extrêmes sont donc significativement plus faibles que pour un essai CF



menant à la même déformation viscoplastique lors du maintien.

Ces équations signifient que, lorsque le temps de maintien est suffisamment long comparé à la durée du cycle de fatigue, la couche d'oxyde est principalement sollicitée en compression pour un essai CFT et inversement en traction pour un essai CFC [Skelton and Bucklow, 1978]. Un tel schéma est évidemment extrêmement simpliste en comparaison du champ de contrainte réel qui est hautement non uniforme au sein d'une couche d'oxyde (tout spécialement dans le cas des couches en feuillets observées lors de cette étude) provenant notamment de sa croissance continue. Néanmoins, ce raisonnement simple permet de mettre en évidence que les couches d'oxyde ne sont pas sollicitées de la même manière pour les maintiens en traction et en compression. Examinons maintenant ce que cette différence d'état de contrainte implique sur les mécanismes de rupture des couches d'oxyde.

#### 3.4.1.4 Rupture des couches d'oxyde.

De nombreux auteurs ont déjà étudié sur la rupture des couches minces et plusieurs modes de rupture ont été mis en évidence en traction et en compression.

**3.4.1.4.1 Rupture en traction.** Dans le cas d'une couche d'oxyde soumise à une contrainte de traction, le principal mode de rupture consiste en l'amorçage et la propagation d'une fissure dans l'épaisseur de la couche, perpendiculairement à la direction de chargement. Deux types de critères sont employés afin de calculer la déformation  $\epsilon_{traction}^c$  ou la contrainte  $\sigma_{traction}^c$  critique menant à rupture.

D'une part, comme les couches d'oxyde sont fréquemment poreuses ou endommagées (du simple fait d'une croissance non-homogène) [Zurek et al., 2004], on peut raisonnablement supposer l'existence de défauts au sein de la couche. Ainsi, les critères de mécanique de la rupture classiques basés sur le critère de propagation de Griffith peuvent s'appliquer [Hecht and Weertman, 1993, Schütze, 1997, Schütze, 2005, Schütze, 2003, Schütze, 1985, Schütze, 1995, Schütze, 1988, Schütze, 2000, Schütze et al., 2001, Osgerby and McCartney, 2002, Grosskreutz, 1969, Robertson and Manning, 1990, Christl et al., 1989] :

$$\epsilon_{traction}^c = \frac{K_{Ic}}{fE_{ox}\sqrt{\pi c}} \quad (3.10)$$

avec  $c$  la taille du défaut initial comme définie à la figure 3.66,  $f$  le facteur de forme de ce défaut et  $K_{Ic}$  la ténacité de l'oxyde. On peut remarquer qu'en première approximation, la déformation critique ne dépend pas de l'épaisseur  $h$  de l'oxyde. Cependant on considère usuellement que la taille moyenne des défauts présents au sein de cette couche est proportionnelle à  $h$  [Grosskreutz, 1969]. En outre, le facteur de forme  $f$  dépend du rapport  $\frac{c}{h}$  dans le cas d'une couche mince. Par ailleurs, dans le cas des couches fortement poreuses, les fortes densités de défauts nécessitent de prendre en

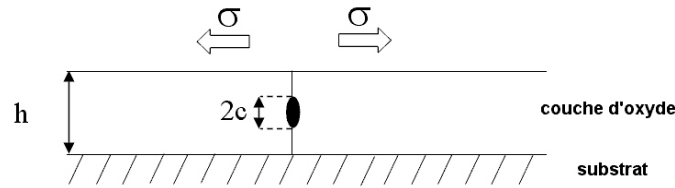


FIG. 3.66 : Schéma représentant un défaut au sein d'une couche d'oxyde menant à la fissuration de cette dernière.

compte les interactions par le biais de tailles de défaut effectives (ces dernières faisant intervenir l'épaisseur de la couche) [Schütze, 1997].

D'autre part, un autre critère considère le bilan énergétique entre un état fissuré et un état non fissuré, menant à l'expression suivante de la déformation critique à l'amorçage [Challenger et al., 1981, Evans, 2005, Osgerby and McCartney, 2002, Evans and Lobb, 1984, Hu et al., 1988, Evans and Taylor, 1997, Hu and Evans, 1989, Hou and Saunders, 2005] :

$$\epsilon_{traction}^c = \frac{K_{Ic}}{E_{ox} \sqrt{\pi h F \left( \frac{E_{ox}}{E_{substrat}} \right)}} \quad (3.11)$$

où \$F\$ est une fonction tabulée caractéristique du taux d'énergie relaxée et \$E\_{substrat}\$ le module d'Young de l'acier. Cette formule est obtenue pour un substrat fragile et un terme de correction est fourni dans [Hu and Evans, 1989] pour le cas d'un substrat ductile.

Même si ces deux critères sont basés sur des concepts différents, ils sont complémentaires et s'appliquent dans des conditions distinctes. Ces deux critères sont en fait d'origine énergétique, le premier considérant un incrément infinitésimal de la taille de fissure et le second un incrément fini (l'épaisseur de la couche). L'utilisation combinée de tels critères a déjà été détaillée par Leguillon notamment [Leguillon, 2002], dans le cas de l'étude du phénomène d'amorçage des fissures. D'autres auteurs proposent des modélisations de la rupture des couches d'oxyde basées sur des calculs éléments finis ou d'autres approches numériques [Osgerby et al., 2005, Osgerby and McCartney, 2002, Evans and Taylor, 1997, McCartney, 2005]. Par ailleurs, certaines études théoriques aussi bien qu'expérimentales examinent la question de la distribution spatiale et des densités de fissures [Hecht and Weertman, 1993, Schütze, 1997, Grosskreutz, 1969].

**3.4.1.4.2 Rupture en compression.** Dans le cas de la compression, plusieurs modes de rupture sont rapportés dans la littérature et les déformations critiques correspondantes

sont synthétisées dans plusieurs travaux de référence [Schütze, 1997, Schütze, 1995]. Parmi ces modes de ruine, on peut citer : le flambage [Schütze, 1997, Schütze, 2005, Evans et al., 1983, Wells et al., 1975, Timoshenko and Gere, 1961], le décollement (à titre purement illustratif, la figure 3.67 montre que ces décollements peuvent être relativement "spectaculaires"), la fissuration du fait de contraintes de traction locales (comme celles créées à 45° au bord d'une cavité circulaire) ou en lien avec la rugosité [Schütze, 1997, Schütze, 2005].

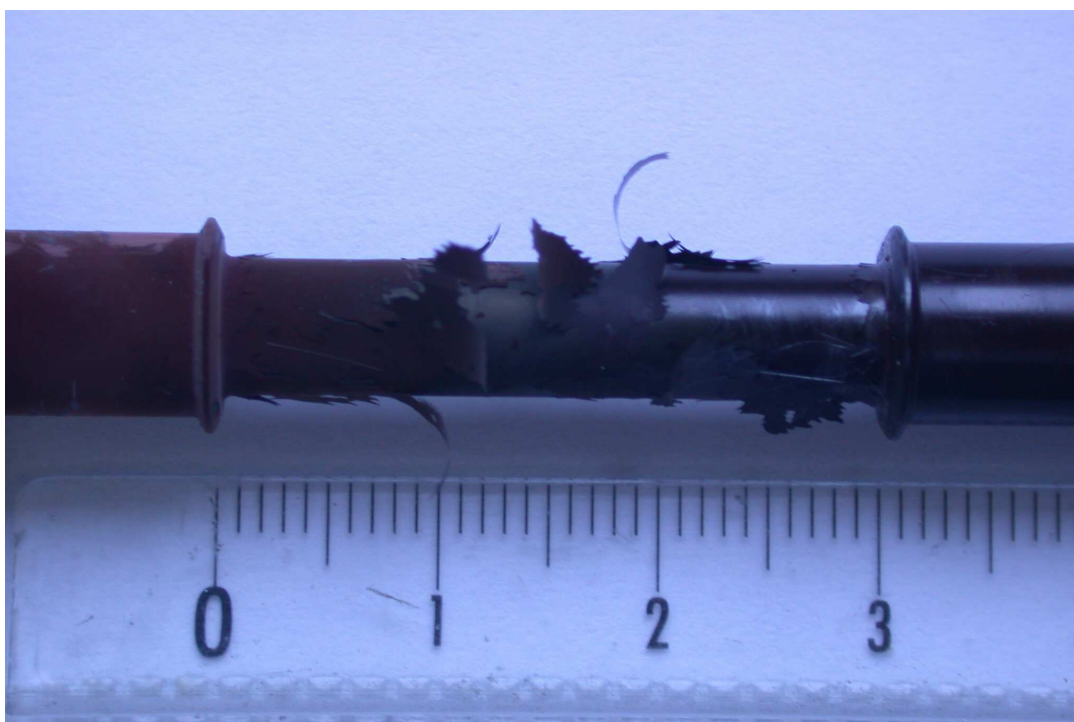


FIG. 3.67 : Illustration de décollement de la couche d'oxyde sur du P91, observé après un essai de relaxation à 550°C.

Le tableau 3.12 récapitule ces différents modes de rupture ainsi que leurs équations caractéristiques ( $\gamma_0$  est l'énergie d'interface et  $\nu$  le coefficient de Poisson de l'oxyde).

Sur la base de ces équations ainsi que de mesures expérimentales des déformations critiques menant à la rupture des couches d'oxyde [Challenger et al., 1981, Schütze, 2005, Schütze, 2003, Schütze et al., 2001, Hou and Saunders, 2005, Taylor et al., 1980, Rudge, 2005, Otsuka, 2005, Barbehön et al., 1988, Pillai et al., 2000], il est généralement admis pour les oxydes se formant sur ces aciers, que la rupture en traction se produit pour des déformations significativement plus faibles ( $0.05\% < \epsilon_{traction}^c < 0.42\%$  à 550K pour  $Fe_3O_4$  d'après [Schütze et al., 2001]) que pour des chargements de compression ( $-0.18\% > \epsilon_{compression}^c > -0.6\%$ ). Néanmoins les équations précédentes requièrent de

Traction		Compression	
Schéma	Equation	Schéma	Equation
<p><b>Critère de Griffith</b></p>	$\epsilon_{traction}^c = \frac{K_{Ic}}{fE_{ox}\sqrt{\pi c}}$	<p><b>Rugosité</b></p>	$\epsilon_{compression}^c = \frac{K_{Ic}}{f\sqrt{\pi c}} \frac{1+r/d}{2E_{ox}}$
		<p><b>Flambage</b></p>	$\epsilon_{compression}^c = \frac{1.22}{1-\nu^2} \left(\frac{h}{c}\right)^2$
		<p><b>Bifurcation de fissure vers la surface</b></p>	$\epsilon_{compression}^c = 3.6 \left(\frac{h}{c}\right)^2$
		<p><b>Décollement</b></p>	$\epsilon_{compression}^c = \sqrt{\frac{2\gamma_0}{hE_{ox}(1-\nu)}}$
		<p><b>Critère de Griffith</b></p>	$\epsilon_{compression}^c = \frac{2K_{Ic}}{fE_{ox}\sqrt{\pi c}}$
<p><b>Critère énergétique</b></p>	$\epsilon_{traction}^c = \frac{K_{Ic}}{E_{ox}\sqrt{\pi h F \left(\frac{E_{ox}}{E_{substrat}}\right)}}$		

**TAB. 3.12 :** Récapitulatif des modes de rupture des couches minces en traction et en compression .

*Fatigue-fluage des aciers martensitiques à 9-12%Cr*

nombreuses données concernant les propriétés mécaniques des couches d'oxyde. Or, même des grandeurs aussi basiques que le module d'Young sont très difficiles à mesurer pour ces matériaux, du simple fait qu'ils n'existent que sous la forme de couches minces. Le paragraphe qui suit propose d'évaluer les contraintes critiques dans le cas des oxydes croissant à la surface des aciers à 9%Cr en se basant sur une revue de l'ensemble des propriétés mécaniques trouvées dans la littérature concernant ces matériaux à 550°C.

**3.4.1.4.3 Application au cas des aciers à 9%Cr.** Afin de comparer les déformations critiques de traction et de compression (à l'aide des équations du tableau 3.12) pour les couches d'oxyde se formant sur les aciers à 9%Cr à 550°C, les données suivantes sont nécessaires :  $E_{ox}$ ,  $K_{Ic}$ ,  $h$ ,  $f$ ,  $c$ ,  $F$  et  $\gamma_0$ . Par ailleurs l'interface métal/oxyde sera considérée comme très résistante, en accord avec la forte ténacité d'interface rapportée par [Hou and Saunders, 2005] concernant des oxydes de fer formés à 550°C sur des aciers.

En première approximation, on considèrera que les porosités et défauts au sein de la couche sont sphériques, ce qui mène à  $f = 1.12$ . Avant la rupture de l'oxyde, son épaisseur varie entre 2 et 4  $\mu m$ , en fonction du temps d'exposition, comme le montrent les résultats des essais d'oxydation statique rapportés figure 3.56. La taille de défaut  $c$  est très difficile à mesurer sur des couches aussi minces. Sur les éprouvettes soumises à des essais d'oxydation statique les porosités les plus larges observées atteignent des tailles telles que  $c \approx 0.5\mu m$ . Les autres propriétés mécaniques de l'oxyde sont obtenues à partir des données disponibles dans la littérature et rassemblées au sein du tableau 3.13. Dans la mesure où l'oxyde qui nous concerne est composé de deux couches distinctes (spinelles  $Fe-Cr$  et  $Fe_3O_4$ ), seuls des intervalles généraux sont rapportés.

Propriété	Température (K)	Intervalle	Références
$E_{ox}$ (GPa)	293	208-233	[Robertson and Manning, 1990, Schütze, 1995, Evans, 2005]
$E_{ox}$ (GPa)	823-873	178-220	[Schütze, 1995, Schütze, 2005, Osgerby and McCartney, 2002, Evans, 2005]
$K_{Ic}$ (MPa $\sqrt{m}$ )	293	1.4-1.6	[Schütze et al., 2001]
$K_{Ic}$ (MPa $\sqrt{m}$ )	873	0.2-1.8	[Schütze et al., 2001, Evans, 2005]
$\gamma_0$ (J.m $^{-2}$ )	293	4.5-6	[Robertson and Manning, 1990]
$\gamma_0$ (J.m $^{-2}$ )	823-843	1.4-3.7	[Evans, 2005]

**TAB. 3.13 :** Intervalles des valeurs des propriétés mécaniques pour des oxydes  $Fe_2O_3$ ,  $Fe_3O_4$  et  $FeCr_2O_4$ .

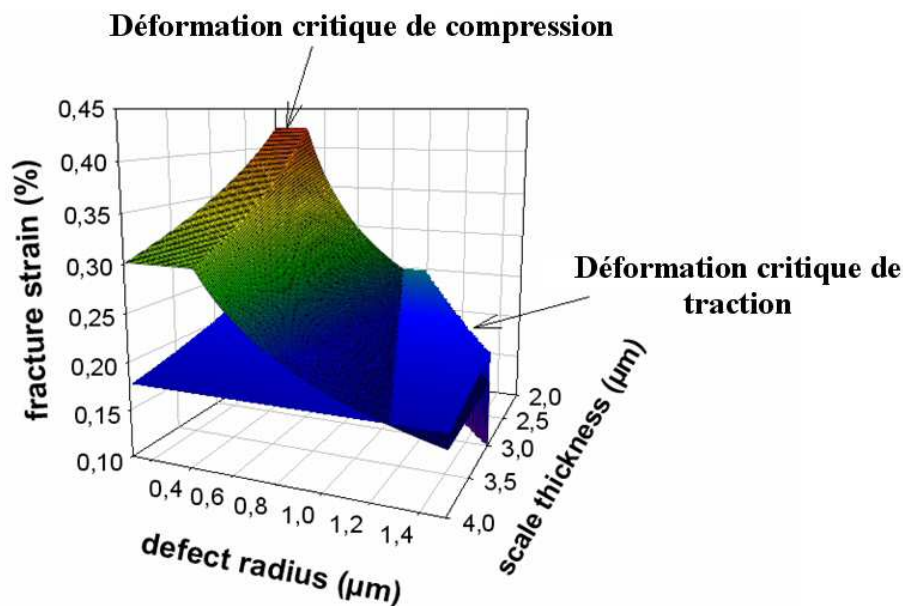
La ténacité et l'énergie de surface peuvent être reliées par la relation suivante :

$$K_{Ic} = \sqrt{2\gamma_0 E_{ox}} \quad (3.12)$$

On peut ainsi comparer les différentes déformations critiques prédites par les équations du tableau 3.12, et ce pour les diverses valeurs de  $(E_{ox}, K_{Ic})$  disponibles dans la littérature. Si l'on fixe l'épaisseur de la couche d'oxyde (ici  $h = 3\mu\text{m}$ ), pour l'ensemble des couples  $(E_{ox}, K_{Ic})$  donnés dans le tableau 3.13 la relation suivante est vérifiée :

$$\min |\epsilon_{tension}^c| < \min |\epsilon_{compression}^c| \quad (3.13)$$

La plus petite (en valeur absolue) des déformations critiques obtenues avec les diverses formules valables en traction est strictement inférieure à son pendant en compression. Ceci signifie que les couches d'oxyde rompent plus facilement lorsqu'elles sont soumises à des contraintes de traction que lors de sollicitations de compression. Si l'on compare maintenant ces déformations critiques en considérant les propriétés mécaniques moyennes, mais en faisant varier  $h$  et  $c$  tels que  $2\mu\text{m} \leq h \leq 4\mu\text{m}$  et  $0.1\mu\text{m} \leq c \leq 1.5\mu\text{m}$ , on obtient les résultats rapportés figure 3.68. Chaque surface représente la déformation critique minimale (toutes les équations sont considérées en traction et en compression, et dans chaque cas seule la valeur minimale est retenue pour tracer la surface, ce qui explique les brusques ruptures de pente).



**FIG. 3.68 :** Comparaison des déformations critiques en traction et en compression pour différentes valeurs de  $h$  et  $c$ . Les valeurs moyennes des propriétés mécaniques rapportées au tableau 3.13 sont ici utilisées.

On peut constater que la déformation critique de traction est significativement inférieure à celle de compression, sauf pour le cas des très grosses porosités (fortes

valeurs de  $\frac{c}{h}$ ). Des défauts de si grande taille n'ont pas été observés dans la présente étude.

Outre ces calculs analytiques, quelques calculs très simples par éléments finis ont été menés afin d'essayer d'estimer à quel point la proximité de la surface de l'oxyde ou de l'interface métal/oxyde pouvait influencer sur les concentrations de contrainte autour des défauts de la couche. Le code Cast3m [CEA, 2007] a été utilisé avec le maillage représenté sur la figure 3.69. Le maillage est raffiné autour du défaut circulaire situé au sein de la couche d'oxyde. Sa précision est suffisante pour ne pas influencer significativement sur les résultats. Les calculs ont été menés en contrainte plane et en déformation plane et comparés. La couche d'oxyde est considérée comme parfaitement élastique ( $E_{ox}=200\text{GPa}$  et  $\nu = 0.3$ ) alors que le matériau sous-jacent est élastoplastique, son comportement étant celui de la courbe de traction mesurée à  $550^\circ\text{C}$  sur l'acier P91.

La structure considérée consiste en une couche d'oxyde épaisse de  $2\mu\text{m}$  adhérente à un support en P91. Une procédure de maillage automatique a été écrite afin de tester différentes positions et différents rayons  $c$  de cavités ( $10 \leq c \leq 500\text{nm}$ ), la position de la cavité, quant à elle, varie verticalement entre les deux interfaces avec une distance minimale de  $5\text{nm}$ ). Ces structures simples sont soumises à un chargement macroscopique uniaxial de traction ou de compression appliqué aux bords dans la direction  $x$  et correspondant à une déformation de  $0.1\%$ . L'influence du maillage a été vérifiée : des mailles deux fois plus fines mènent à une solution qui diffère de moins de  $5\%$  (en valeur de contrainte) en chaque point.

Les figures 3.70 et 3.71 présentent les champs de contrainte, dans les directions  $x$  et  $y$ , obtenus pour deux configurations distinctes. D'une part, lorsque la cavité est suffisamment éloignée des deux interfaces, ce champ de contrainte est très similaire au champ théorique prédit dans le cas d'une cavité circulaire au sein d'un milieu homogène infini. En effet, sur la figure 3.70.a la contrainte de compression maximale est située sur les bords supérieurs et inférieurs de la cavité et  $3\sigma_{xx}^\infty < \sigma_{xx}^{\text{max}} < 4\sigma_{xx}^\infty$  avec  $\sigma_{xx}^\infty$  la contrainte appliquée loin du défaut ( $\|\sigma_{xx}^\infty\|=200\text{MPa}$  dans le cas présent). Par ailleurs, sur la figure 3.70.b, des contraintes de traction et de compression apparaissent dans la direction  $y$  avec un maximum proche de  $\|\sigma_{xx}^\infty\|$ . D'autre part, lorsque le défaut est situé à proximité de l'une des interfaces, le champ de contrainte est fortement modifié et la solution analytique ne s'applique plus.

La figure 3.72 présente les valeurs des concentrations de contrainte  $\left(\frac{\sigma_{xx}^{\text{max}}}{\|\sigma_{xx}^\infty\|}\right)$  correspondantes. L'évolution de ce rapport est donnée en fonction de la position et de la taille de la cavité. La figure 3.72.a montre que, lorsque la couche d'oxyde est sollicitée en traction, la contrainte de traction maximale autour de la cavité peut être 40 fois plus grande que la contrainte macroscopique appliquée pour certaines positions de cette cavité. Ceci signifie que la contrainte de rupture théorique (environ  $E/10$ ) [Friedel, 1956] peut être atteinte même dans le cas de faibles amplitudes de déformation ( $\varepsilon < 0.5\%$ ). A l'inverse, la contrainte de traction maximale provenant d'un chargement macroscopique de com-

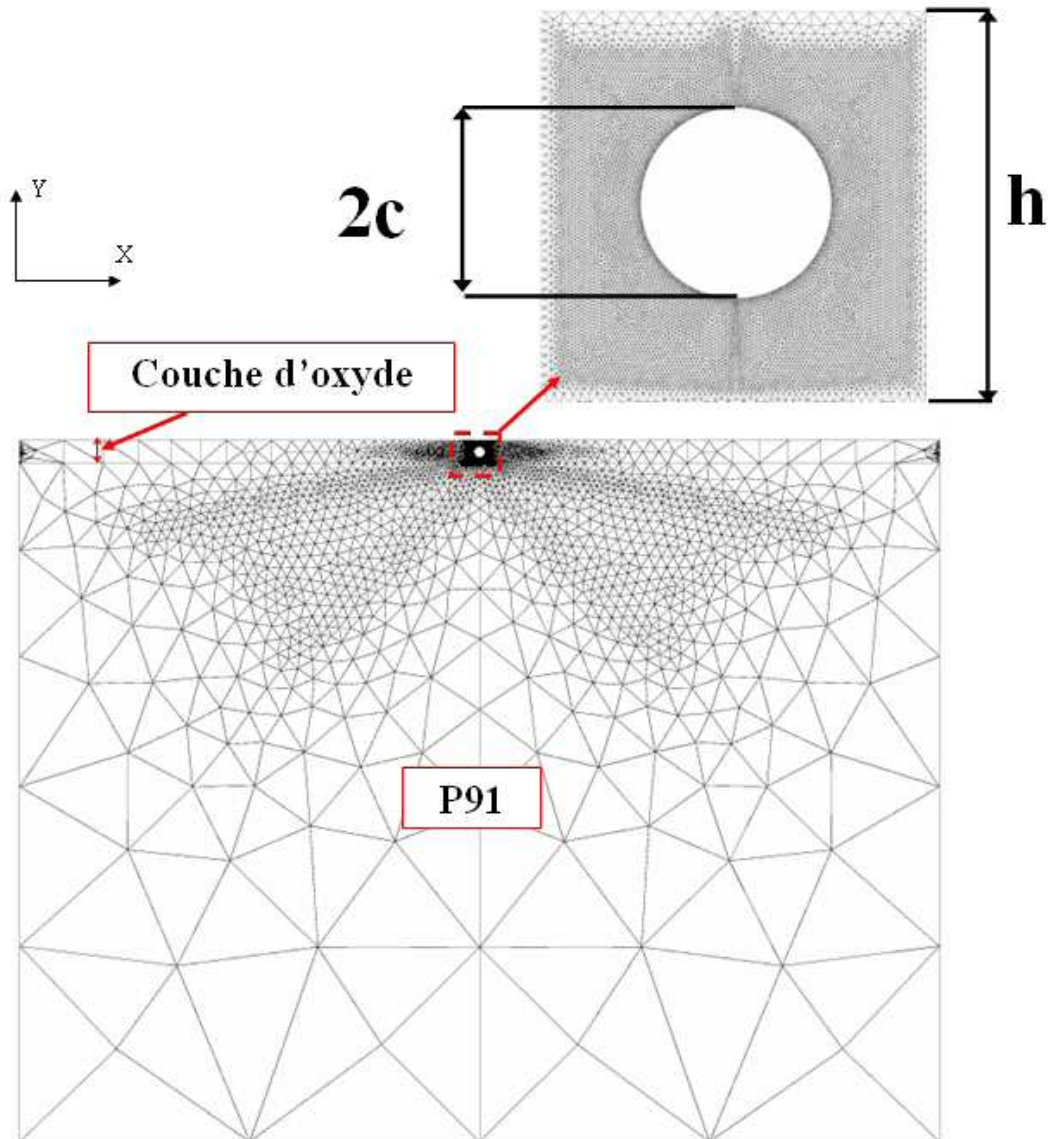
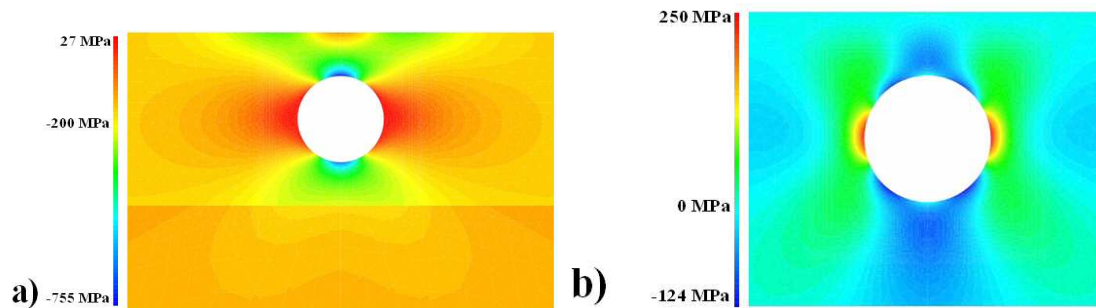
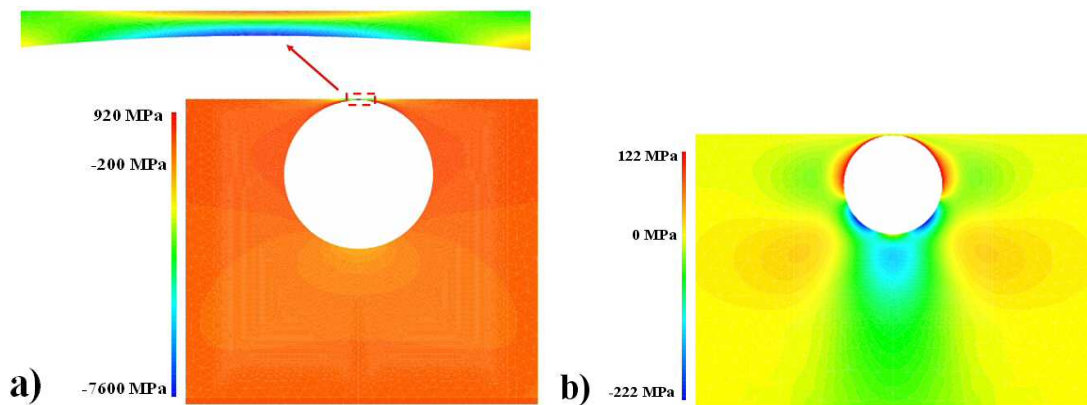


FIG. 3.69 : Géométrie et maillage utilisés pour les calculs par éléments finis.





**FIG. 3.70 :** Champs de contrainte a)  $\sigma_{xx}$  et b)  $\sigma_{yy}$  calculés dans le cas d'un défaut de grande taille situé au centre de la couche d'oxyde (loin des interfaces) dans le cas d'un chargement de compression. Les résultats obtenus sont très proches de la solution analytique pour le cas d'un milieu homogène infini.



**FIG. 3.71 :** Champs de contrainte a)  $\sigma_{xx}$  et b)  $\sigma_{yy}$  calculés dans le cas d'un défaut de grande taille situé proche de l'interface oxyde/environnement dans le cas d'un chargement de compression. L'allure du champ de contrainte ainsi que son amplitude diffèrent significativement de la solution analytique du fait de la proximité de la surface libre.

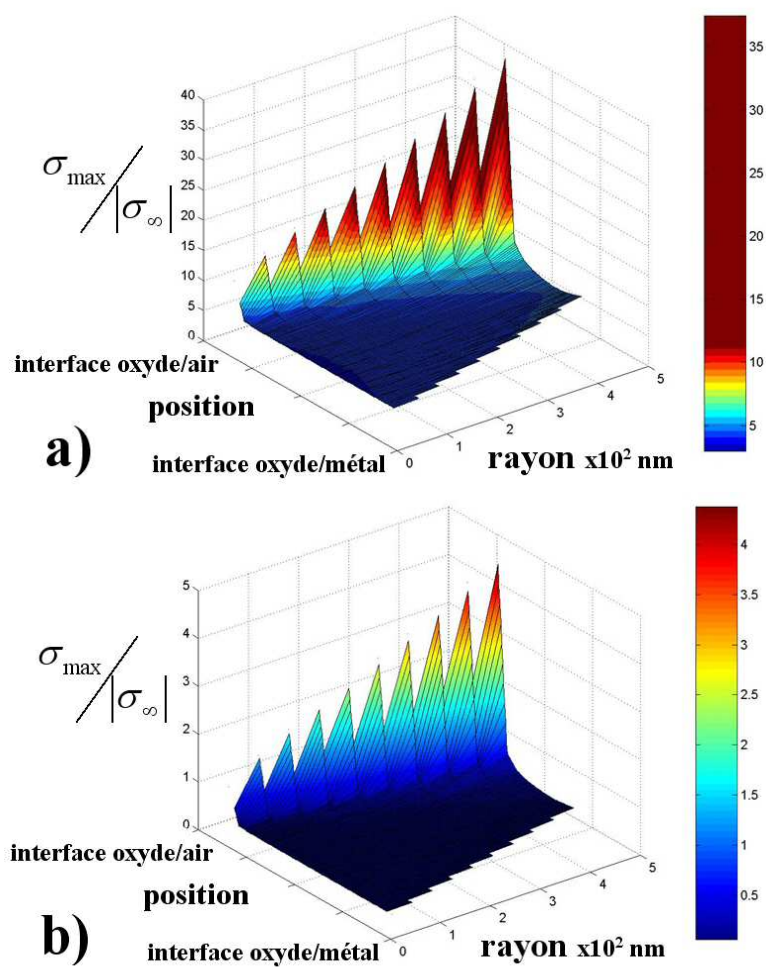


FIG. 3.72 : Rapport entre la contrainte maximale de traction autour de la cavité et la contrainte nominale de l'oxyde pour un chargement a) de traction et b) de compression.

pression reste inférieure à  $5 \times \|\sigma_{xx}^\infty\|$  quelles que soient la position et la taille du défaut. De ce fait, même dans les cas où les formules analytiques du tableau 3.12 ne s'appliquent plus, on peut montrer que la contrainte théorique de rupture est atteinte plus facilement pour des chargements de traction que pour des chargements de compression.

**3.4.1.4.4 Application aux essais PF, RF et CF.** Qu'il s'agisse des formules analytiques ou des calculs par éléments finis, les résultats obtenus montrent qu'il est plus facile de rompre une couche d'oxyde en la sollicitant en traction (ce qui correspond à un temps de maintien en compression) qu'en compression (ce qui correspond à un temps de maintien en traction). Ces calculs simples expliquent donc qualitativement pourquoi la frontière entre les domaines 1 et 2 est plus basse pour les maintiens en compression (figure 3.62).

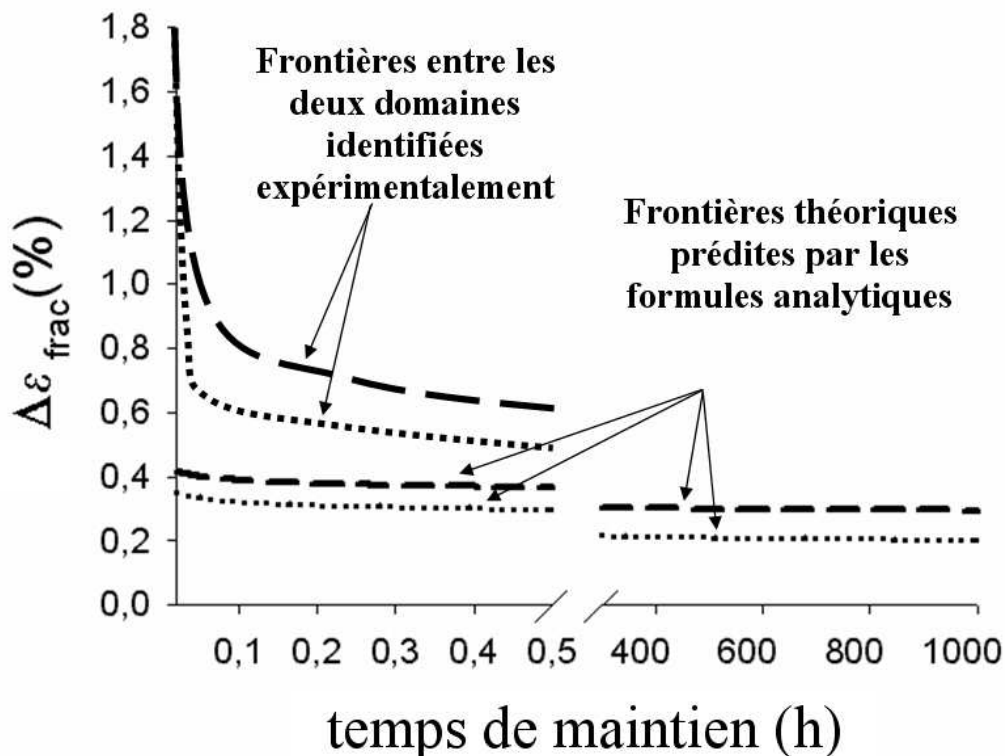
Pour les temps de maintien de courte durée, on peut constater (figure 3.62) que la frontière entre ces deux domaines descend très rapidement ( $t_m \leq 300s$  en traction), puis une seconde phase de décroissance plus lente se poursuit. La première phase de décroissance très rapide est certainement liée au fait que le facteur  $\alpha$  des équations 3.8 et 3.9 est inférieur à 1 et croît avec le temps de maintien. De ce fait, pour les temps de maintien courts, la déformation "effective" appliquée à la couche d'oxyde reste inférieure à  $\epsilon_{tot}$ .

Cependant, dans le cas des applications industrielles visées, c'est l'influence des très longues périodes de maintien qui est de première importance. Ce premier stade transitoire n'est donc pas critique. A l'inverse, être capable d'estimer à quelle vitesse décroît cette frontière dans son second stade (pour  $t \geq 300s$  en traction) est capital pour savoir s'il existe ou non une déformation limite en deçà de laquelle seul l'endommagement de type 1 (le moins pénalisant) intervient. Dans la mesure où très peu de données sont disponibles dans le domaine des longs temps de maintien, on ne peut tenter de répondre à cette question que par le biais de la modélisation.

Si l'on considère la cinétique d'oxydation établie précédemment à l'aide des essais d'oxydation statique et que l'on suppose que cette dernière n'est pas influencée par l'application d'une contrainte (hors effets de rupture de couche), on peut alors prévoir l'évolution des deux frontières représentées figure 3.62. Pour ce faire, on utilise l'évolution de l'épaisseur d'oxyde prédite par la cinétique mesurée (figure 3.56) et on l'utilise dans les équations du tableau 3.12. La figure 3.73 présente la comparaison entre cette modélisation et les frontières identifiées expérimentalement. On peut constater que les équations théoriques, si elles reproduisent la différence entre traction et compression ne mènent pas aux déformations critiques mesurées expérimentalement. Ceci n'a rien d'étonnant si l'on considère l'ensemble des hypothèses simplificatrices effectuées (contraintes de croissance négligées, couche parfaitement adhérente,...) et l'extrême incertitude liée aux propriétés mécaniques des couches d'oxyde. Il serait certes possible de caler nos propriétés mécaniques ou les tailles de défaut pour reproduire les frontières expérimentales, mais ce type de démarche laisse planer de sérieux doutes quant à la

validité des extrapolations que l'on peut faire. De même il est parfaitement possible de reproduire la chute initiale rapide en imposant l'évolution du facteur  $\alpha$ .

Même en s'interdisant cette étape de calage, la figure 3.73 permet de constater qu'aux très longs temps de maintien les deux frontières sont toujours distinctes, bien que significativement plus basses. Leur décroissance est cependant de plus en plus lente ce qui signifie que, si l'on est capable d'estimer quelle sera la plus longue période de maintien en service, une marge de sécurité suffisante permettrait de rester du "bon" côté de la frontière. Ainsi, pour des temps de maintien inférieurs à 1 mois, il paraît valide de supposer qu'un essai de fatigue-fluage tel que  $\epsilon_{\text{tot}} \leq 0.5\%$  (maintien en traction) ou  $\epsilon_{\text{tot}} \leq 0.4\%$  (maintien en compression) mènera à un endommagement de type 1, la couche d'oxyde ne pouvant se rompre.



**FIG. 3.73 :** Comparaison entre les frontières des deux domaines identifiées expérimentalement et prédites à l'aide des équations du tableau 3.12 et en utilisant la cinétique d'oxydation mesurée précédemment. Le rayon du défaut initial est pris arbitrairement égal à  $0.5\mu\text{m}$  et les propriétés mécaniques sont celles utilisées à la figure 3.68.

Il est cependant indéniable que pour s'assurer du bien-fondé de telles extrapolations il est absolument nécessaire de recueillir davantage de données sur les propriétés mécaniques des couches d'oxyde ainsi que sur la nature (taille, position, forme) des

défauts qui y sont situés. Sans une telle base solide la confiance que l'on peut accorder à ces extrapolations reste dangereusement limitée.

Il est donc théoriquement possible de proposer une prédiction de la position de cette frontière entre les deux modes d'endommagement identifiés au paragraphe 3.3 en fonction de la déformation appliquée et du temps de maintien. Néanmoins, outre le fait qu'elle soit plus facile à rompre lors des maintiens en compression, la nature de sa rupture influe aussi sur la durée de vie finale. En effet, lorsqu'elle est sollicitée en compression la couche d'oxyde aura tendance à se décoller (phénomène de flambage par exemple), alors qu'en traction cette dernière se fissurera. En termes de concentration de contrainte, et donc d'amorçage de fissures de fatigue au sein du reste du matériau, ces deux modes de rupture n'ont pas les mêmes conséquences. Une fissuration dans l'épaisseur de la couche (cas des maintiens en compression) accélérera l'amorçage des fissures de fatigue, alors qu'un décollement de la couche sera neutre vis-à-vis de l'amorçage. En termes de propagation, à l'inverse, les deux modes d'endommagement de la couche sont équivalents : ils mettent à nue une surface fraîche de métal ce qui endommage les joints de la microstructure par pénétration d'oxygène.

#### 3.4.1.5 Conclusions partielles.

L'ensemble des observations ainsi qu'une étude simple des mécanismes de rupture des couches d'oxyde ont permis d'établir les points suivants :

- Deux types d'interaction entre les endommagements dus à la fatigue, au fluage et à l'oxydation existent en fonction de l'amplitude de déformation appliquée  $\epsilon_{\text{tot}}$  et de la durée du maintien. Dans un cas, l'amorçage des fissures se produit au sein de la couche d'oxyde, rompant cette dernière et permettant à l'oxygène de pénétrer en pointe de fissure. Cette pénétration en pointe de fissure endommage les joints de la microstructure, facilitant ainsi la propagation de ces dernières. En outre, le phénomène de rupture de la couche d'oxyde étant répété tout au long de l'essai, un grand nombre de fissures s'amorcent et se propagent, menant ainsi à une rupture par coalescence de plusieurs fissures macroscopiques. A l'inverse, l'autre mode d'endommagement consiste en un amorçage qui procède par des mécanismes plus classiques (extrusions/intrusions, défauts de surface,...), même s'il est probablement accéléré par la présence d'une couche d'oxyde. Dans ce cas une seule fissure macroscopique mène à la rupture finale.
- La frontière entre ces deux types d'endommagement (dans le plan ( $\epsilon_{\text{tot}}$ , temps de maintien)) est plus pénalisante pour les temps de maintien en compression.
- Le mode d'endommagement le plus délétère en termes de durée de vie procède par la rupture répétée de la couche d'oxyde, ce qui accélère l'amorçage des fissures de fatigue et leur propagation.
- Une étude de l'état de contrainte de cette couche d'oxyde montre que celle-ci est principalement sollicitée en traction (compression) lorsque le temps de maintien est en compression (traction) (figure 3.63 et équations 3.8 et 3.9). Ces résultats permettent aussi d'expliquer pourquoi, à déformations viscoplastiques équivalentes, les maintiens de fluage sont plus délétères que les maintiens de relaxation.
- L'application des équations de mécanique de la rupture ainsi que des calculs par éléments finis ont montré que les couches d'oxyde rompent plus facilement lorsqu'elles sont sollicitées en traction (temps de maintien en compression).

### 3.4.2 Bases physiques de la modélisation.

Même si, en pratique, l'influence de l'oxydation n'a que très rarement été exprimée de manière explicite [Reuchet and Remy, 1983, Murtaza and Akid, 2000, Petit and Sarrazin-Baudoux, 2006, Rémy et al., 2007] (ou même implicite [Sugiura et al., 1994]) au sein des modèles d'interaction fatigue-fluage, l'influence de l'environnement sur la durée de vie en fatigue fut, à de nombreuses reprises, mise en évidence [Swindeman et al., 2004, Sadananda and Shahinian, 1981, Pineau, 1989, Suresh, 1998, Bloom et al., 2004, Benoit et al., 1981, James, 1976, Lacombe, 1981, Wood, 1981, Wu and Katada, 2004]. Dans le cas des aciers à 9%Cr étudiés ici, les observations montrent que c'est bien cette interaction, entre fissuration par fatigue et oxydation, qui gouverne la durée de vie de fatigue-fluage. En effet, aucun endommagement intergranulaire de fluage n'a pu être observé. L'influence du maintien en fluage semble d'ailleurs se limiter, dans le domaine

de sollicitations testées, à favoriser la rupture de la couche d'oxyde (équations 3.8 et 3.9).

Dans les paragraphes précédents, deux types d'endommagement ont pu être distingués (voir tableau 3.11) à partir des observations effectuées sur les éprouvettes sollicitées. Afin de prévoir les durées de vie associées à ces deux domaines en se basant sur les phénomènes physiques qui les caractérisent, je propose les deux scénarios d'endommagement illustrés figure 3.74.

**3.4.2.0.1 Endommagement de type 1.** Pour ce type d'endommagement aucun indice d'amorçage assisté par l'oxydation n'a pu être observé. Les fissures sont donc supposées s'amorcer de manière "usuelle" en fatigue, i.e. en surface sur le défaut le plus pénalisant, ce dernier pouvant être une inclusion, un défaut d'usinage ou encore un relief créé lors de la sollicitation (extrusion/intrusion). Il est cependant fort probable que la présence d'une couche d'oxyde influence cette phase d'amorçage, en accélérant la formation d'intrusions/extrusions en surface (en lien avec l'irréversibilité accrue du glissement plastique). Dans la mesure où, comme nous l'avons évoqué au premier chapitre, les aciers à 9-12%Cr comportent très peu d'inclusions et qu'en outre l'ensemble des éprouvettes testées présentaient un très bon état de surface, je m'appuierai sur le phénomène de formation d'intrusions/extrusions pour modéliser l'amorçage de fatigue.

En ce qui concerne la propagation, celle-ci est très probablement influencée par l'oxydation, dans le sens où même une fine couche d'oxyde influe sur la réversibilité du glissement et la manière dont la fissure peut se refermer en compression. Les données rassemblées au sein de la synthèse bibliographique du présent chapitre montrent en effet que la propagation est plus rapide sous air que sous vide. Par ailleurs la morphologie fortement sinueuse qui a pu être observée laisse supposer que la propagation est localement orientée selon le chemin de propagation le plus aisé. Ce dernier pouvant être un joint de latte, de bloc, une bande de glissement...

La rupture finale est, comme nous l'avons observée, due à une unique fissure macroscopique s'étant propagée sur près de la moitié de la section de l'éprouvette.

**3.4.2.0.2 Endommagement de type 2.** Dans ce second cas, l'amorçage des fissures, s'il se fait toujours en surface, provient cette fois de la rupture de la couche d'oxyde par fissuration. Les fissures traversant la couche d'oxyde créent des concentrations de contrainte au sein du matériau et, par ailleurs, endommagent ce dernier à leur pointe par pénétration d'oxygène. Les fissures de fatigue ont alors beaucoup moins de difficultés à se propager au sein de l'acier sous-jacent. Dans la mesure où les couches d'oxyde sont fragiles, ces dernières peuvent rompre très rapidement pour peu que la sollicitation soit suffisante. Nous avons vu au paragraphe précédent que cette rupture était notamment liée à l'épaisseur de la couche (la couche se rompt d'autant plus facilement qu'elle est épaisse). On pourrait ainsi s'attendre à ce que le nombre de cycles à l'amorçage dépende de la cinétique d'oxydation. Cependant, dans la plupart des niveaux de déformation

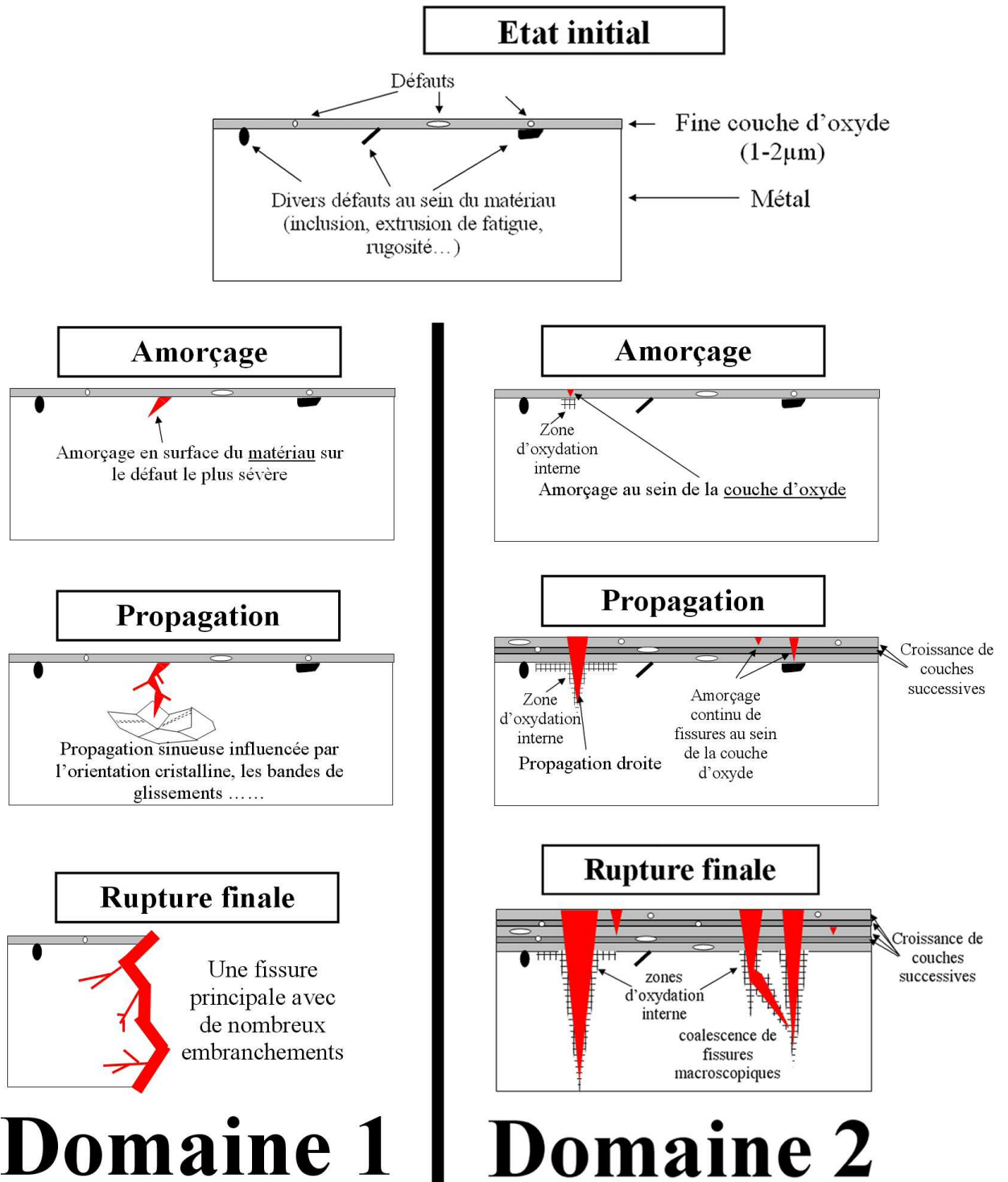


FIG. 3.74 : Schéma illustrant les deux scenarios d'interaction fatigue-fluage-oxydation sur les aciers à 9-12%Cr.



testés, la sollicitation est suffisante pour rompre une couche épaisse d'à peine  $2\mu\text{m}$ , épaisseur atteinte durant la phase de chauffage précédant l'essai. Ainsi, dans le cas de l'endommagement de type 2, la rupture de la couche d'oxyde se fait dès les premiers cycles. En outre elle se produit à de nombreux endroits et tout au long de l'essai menant à une densité de fissures très élevée.

En ce qui concerne la propagation, les observations ont montré des fissures très droites (perpendiculaires à l'axe de sollicitation), largement ouvertes et remplies d'oxyde. Cette morphologie rectiligne peut s'expliquer par la présence d'oxydation interne en pointe de fissure. En effet, à cet endroit, le matériau est endommagé : ses joints sont fragilisés par oxydation. Le chemin de propagation le plus aisé n'est ainsi plus lié aux bandes de glissement ou à l'orientation cristalline. La fissure se propagera donc tout droit le long des joints de la microstructure (comme cette dernière est très fine, même si localement le joint qui rompt est incliné par rapport à la fissure, ces changements d'orientation se font à l'échelle du micron et l'allure finale est bien droite). Il n'est par contre pas aisé de savoir si cette propagation sera plus rapide ou plus lente que celle régissant l'endommagement de type 1. En effet, si l'endommagement en pointe par oxydation interne plaide pour une propagation accélérée, la présence d'une couche d'oxyde quasiment capable de reboucher la fissure semblerait à même de ralentir son avancée. C'est ce que semblent suggérer Nakamura et al [Nakamura et al., 1985] qui mesurent un seuil d'ouverture des fissures ( $K_{op}$ ) plus élevé sous air que sous vide.

Outre cette phase de propagation, la densité de fissures étant tellement élevée, la probabilité de coalescence l'est elle aussi. De ce fait, la rupture finale est généralement le fait de plusieurs fissures macroscopiques ayant coalescé.

### 3.4.3 Mise en équations.

#### 3.4.3.1 Description.

L'une des manières usuellement utilisées, afin de prédire les durées de vie ( $N_r$ ) sous sollicitations cycliques, consiste à distinguer le nombre de cycles nécessaires à l'amorçage des fissures ( $N_a$ ) et le nombre de cycles nécessaires à la propagation de ces dernières ( $N_p$ ) jusqu'à rupture.

$$N_r = N_a + N_p \quad (3.14)$$

Sur la base des deux scénarios que je viens de détailler, le modèle de prévision de durée de vie distingue donc les deux types d'endommagement comme l'illustre le schéma de la figure 3.75. Une fois la sollicitation caractérisée (estimation de  $\epsilon_{\text{tot}}$  et  $t_m$ , sens du maintien), le nombre de cycles à l'amorçage est calculé, dans le cas d'un endommagement de type 1, à l'aide du modèle de Mura et Tanaka [Tanaka and Mura,

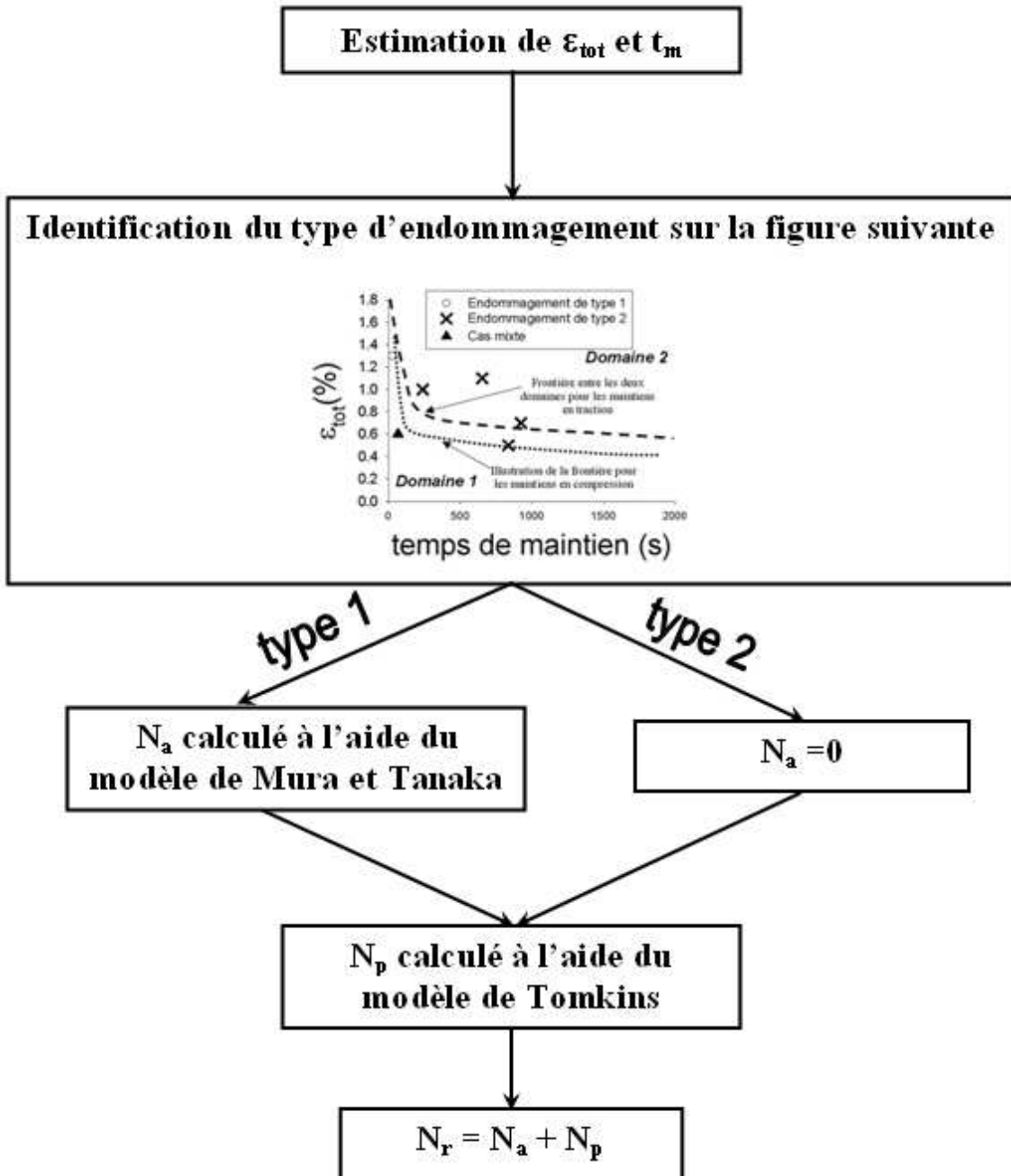
[1981, Mura, 1994, Lin et al., 1986, Alexandre et al., 2004], dont l'équation explicite est donnée au premier chapitre (équation 1.7). Dans le cas d'un endommagement de type 2, l'amorçage est gouverné par la rupture de la couche d'oxyde qui peut survenir très rapidement, le nombre de cycles à l'amorçage est donc supposé nul. La phase de propagation est, quant à elle, modélisée par le biais de la formulation proposée par Tomkins [Tomkins, 1968] (équation 1.8), et ce, pour les deux types d'endommagement. L'utilisation du modèle de Tomkins en fatigue-fluage correspond à l'idée qu'un maintien de fluage n'influe la propagation des fissures que dans la mesure où il augmente la déformation (visco)plastique appliquée à chaque cycle. Une telle hypothèse est suggérée par le fait que la loi de Manson-Coffin semble très bien approcher aussi bien les données de PF, de RF et de CF.

Le choix des modèles de Tanaka et Tomkins est pragmatique et correspond à un objectif pratique : prédire à l'aide de paramètres macroscopiques, identifiables sur des essais simples et en faible nombre, la durée de vie en fatigue, fatigue-relaxation et fatigue-fluage. Il est indéniable que cette démarche passe par une étape d'identification des paramètres et qu'elle ne permet d'extrapoler qu'avec prudence.

### 3.4.3.2 Identification des paramètres.

Afin de caler les paramètres de ces modèles, une campagne d'essais visant à mesurer la vitesse de propagation des fissures en régime élasto(visco)plastique a été menée. En effet, les données de vitesse de propagation disponibles dans la littérature concernent essentiellement le régime élastique et extrapoler les courbes obtenues sous forme de relations  $\frac{da}{dN} = C\Delta K^m$  à des sollicitations pour lesquelles le paramètre  $\Delta K$  doit être redéfini reste soumis à caution.

Ces essais ont été menés au Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris sur des éprouvettes de fatigue usuelles au sein desquelles un défaut semi-circulaire a été implanté par électroérosion. Le schéma de ces éprouvettes ainsi que le détail du défaut en question sont fournis sur la figure 3.76. L'endommagement de fatigue (fissuration) se propage à partir de l'entaille de  $500\mu\text{m}$  de rayon et de  $50\mu\text{m}$  d'épaisseur. On suit alors la vitesse de propagation en surface de l'éprouvette à l'aide d'un télescope QUESTAR couplé à un appareil photographique dont l'acquisition automatique est pilotée par ordinateur. Les résultats obtenus supposent donc que la fissure conserve sa forme semi-circulaire, de sorte que la taille mesurée en surface reste proportionnelle à la profondeur. Cette hypothèse est vérifiée en pratique sur les fractographies. Par ailleurs, comme le montre la figure 3.77, la fissure est généralement très sinueuse, on considère alors que son diamètre est la projection horizontale (donc perpendiculaire à l'axe de sollicitation) de sa géométrie réelle. De tels essais avaient déjà été conduits par Frank Alexandre [Alexandre et al., 2004] et Raphaël Salapete [Salapete et al., 2006] sur d'autres matériaux. La description complète du dispositif expérimental peut être trouvée



**FIG. 3.75** : Schéma de principe du modèle de prédiction de durée de vie distinguant le mode de calcul de chaque composante en fonction du type d'endommagement.

dans [Alexandre et al., 2004, Alexandre, 2004].

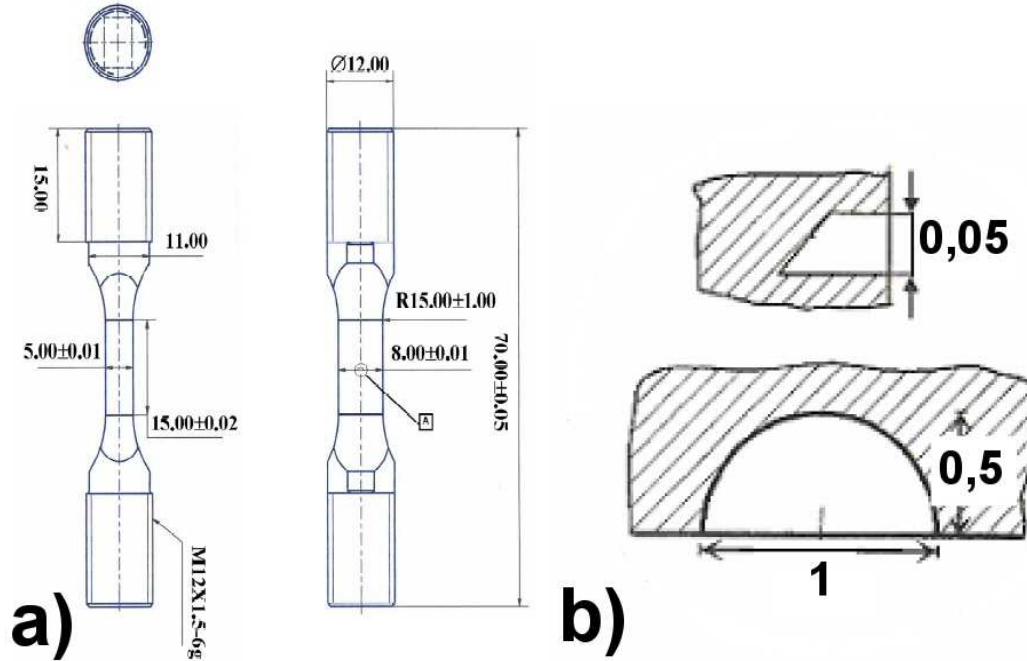
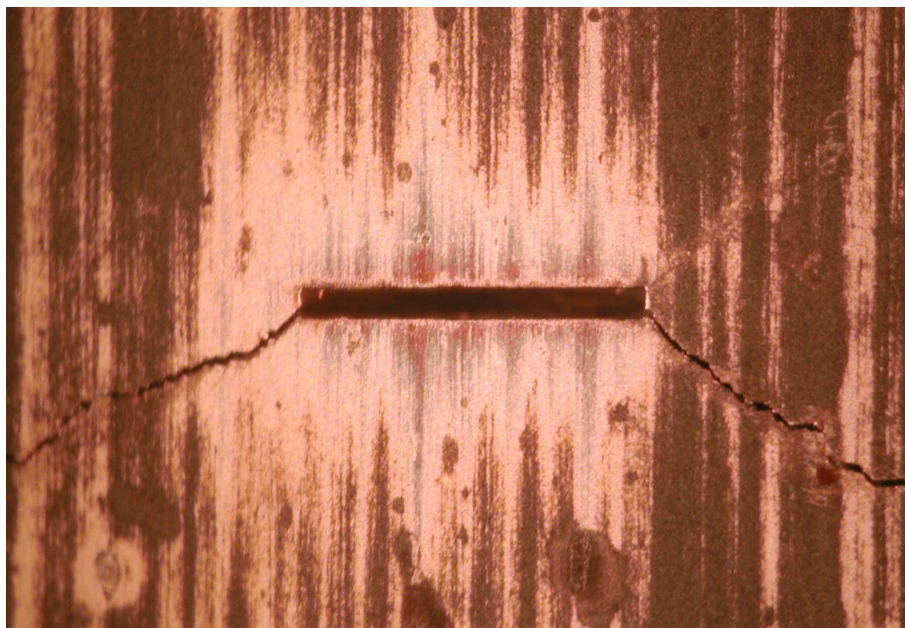


FIG. 3.76 : Schéma a) des éprouvettes utilisées pour mesurer la vitesse de propagation des fissures de fatigue soumises à des chargements élastoplastiques et b) de la géométrie de l'entaille.

Dans la présente, étude des essais à 550°C de propagation en PF et RF ont été menés sous air sur l'acier P91. Les niveaux de déformation et les temps de maintien explorés sont réunis au sein du tableau 3.14. Les résultats obtenus sont présentés figure 3.78. Plus la déformation imposée est faible, plus la fissure se propage lentement. Par ailleurs, les temps de maintien de relaxation appliqués, qu'il s'agisse de traction ou de compression, n'accélèrent pas, ou presque pas, la propagation, et ce jusqu'à 10min de maintien (ce qui est cohérent avec les résultats de Skelton [Skelton, 2005]). Ceci illustre bien le fait que la différence de durée de vie entre maintien en traction et maintien en compression (pour 2min de maintien de relaxation à  $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$  la durée de vie est deux fois plus courte lors du maintien en compression) n'est pas due à une différence de vitesse de propagation. Ceci justifie que le modèle ne considère aucune propagation durant la phase de maintien.

Mis à part les derniers cycles où la fissure a quasiment traversé l'ensemble de l'éprouvette (et donc où l'état de contrainte n'est plus du tout le même qu'initialement), l'évolution de la taille de fissure ( $a$ ) peut être modélisée de manière très satisfaisante (coefficient de corrélation  $0.977 \leq R^2 \leq 0.997$ ) par des relations de type :

$$a = a_0 \exp(bN) \quad (3.15)$$



**FIG. 3.77 :** Exemple de morphologie de fissure observée en surface sur un essai de vitesse de propagation à  $\Delta\varepsilon_t = 0.5\%$ . L'axe de sollicitation est vertical et l'échelle est donnée par le diamètre du défaut initial (1 mm).

avec  $a_0$  la longueur initiale de fissure et  $b$  un paramètre dépendant du niveau de déformation (visco)plastique. En dérivant cette équation, la vitesse de propagation  $\frac{da}{dN}$  apparaît proportionnelle à la longueur de fissure. On peut donc modéliser le phénomène de propagation par la formulation de Tomkins. L'exploration des divers niveaux de déformation testés nous permet d'exprimer  $b$  comme une fonction linéaire de  $\Delta\varepsilon_p$  et d'en déduire ainsi la valeur du facteur  $\bar{T}$  de l'équation 1.8. Toute la question est de savoir quelle valeur de  $\Delta\varepsilon_p$  et  $\Delta\sigma$  considérer. En effet, comme le matériau s'adoucit et que les essais sont pilotés sur la déformation totale,  $\Delta\varepsilon_p$  et  $\Delta\sigma$  évoluent au cours de l'essai. Le tableau 3.15 présente les valeurs obtenues pour  $\Delta\varepsilon_p$ <sup>3</sup> et  $\Delta\sigma$  mesurées au premier cycle et à  $\frac{N_{50}}{2}$ .<sup>4</sup>

Cette étape d'identification effectuée, il est possible de remonter à une valeur de  $N_p$  en supposant que la cinétique de propagation mesurée dans les essais mentionnés ci-dessus est valide dès que la fissure est assez grande pour être considérée comme se propageant en stade II (voir chapitre 1 et [Alexandre et al., 2004]). Le nombre de cycles de propagation se calcule par le biais de l'équation :

<sup>3</sup> $\Delta\varepsilon_p$  n'est pas exprimée en %.

<sup>4</sup>On notera que les valeurs de  $\bar{T}$  obtenues sont plutôt élevées par rapport au  $R_m$  (contrainte maximale de traction), alors que  $\bar{T}$  est justement supposée représenter la résistance résiduelle du matériau en traction après une sollicitation de fatigue...

$\Delta\varepsilon_t$ (%)	Durée du maintien (min)	Sens du maintien
0.3	0	$\emptyset$
0.4	0	$\emptyset$
0.5	0	$\emptyset$
0.7	0	$\emptyset$
0.7	2	Traction
0.7	2	Compression
0.7	10	Traction

TAB. 3.14 : Paramètres des essais de fatigue et fatigue-relaxation menés afin de mesurer la vitesse d'avancée des fissures.

	$\bar{T}$ (MPa)
$\Delta\varepsilon_p^{\text{initiale}}$	685
$\Delta\varepsilon_p^{\frac{N_{50}}{2}}$	675

TAB. 3.15 : Valeurs de  $\bar{T}$  calculées à partir des données mesurées au premier cycle et à mi-durée de vie.

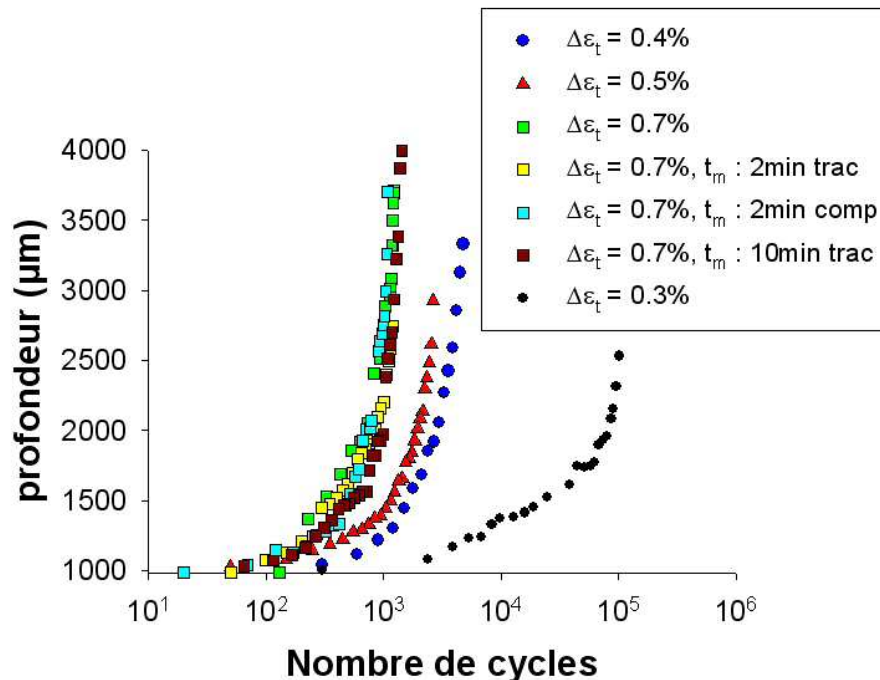


FIG. 3.78 : Evolution de la longueur de fissure en fonction du nombre de cycles.

$$N_p = \int_{a_0}^{a_c} \frac{da}{da/dN} \quad (3.16)$$

où  $a_0$  est la taille initiale de la fissure et  $a_c$  la longueur à partir de laquelle l'éprouvette est considérée comme rompue. Dans ce qui suit la valeur de  $a_c$  est fixée au rayon des éprouvettes utilisées. La valeur de  $a_0$  correspond à la taille de fissure à partir de laquelle cette dernière entre en stade II, i.e. qu'il ne s'agit plus d'une fissure microstructuralement courte. Je fixerai  $a_0 = 50\mu\text{m}$  pour l'ensemble des calculs qui suivent. Cette valeur arbitraire est évidemment sujette à discussion. Les raisons ayant présidé à son choix sont les suivantes :

- La taille d'ex-grain  $\gamma$  est comprise entre 20 et  $40\mu\text{m}$  en moyenne, ce qui signifie qu'à  $50\mu\text{m}$  la fissure a déjà passé un à deux anciens joints de grains  $\gamma$ .
- A  $50\mu\text{m}$  la fissure a déjà franchi de multiples barrières microstructurales qui séparent les lattes, les blocs et les paquets.
- Toutes les extrusions/intrusions observées à la surface des éprouvettes testées sous vide (voir le paragraphe 3.5) sont de taille inférieure ou égale à  $50\mu\text{m}$ .

Il est indéniable que pour obtenir une modélisation plus fine il est nécessaire de mieux estimer  $a_0$ , mais aussi de vérifier, par le biais d'autres essais, que les vitesses de propagation qui ont été mesurées sur des fissures de plus de 1mm sont extrapolables à des fissures de cette taille. En première approche, et afin de valider le choix du modèle, je me contenterai ainsi de cette valeur "raisonnable" de  $50\mu\text{m}$ .

La phase d'amorçage consiste donc en l'apparition et en la propagation d'une microfissure jusqu'à atteindre  $a_0$ . Le modèle de Tanaka et Mura permet d'estimer ce nombre de cycles à l'amorçage par le biais de l'équation 1.7. Afin de caler le coefficient  $\alpha$  qui apparaît dans cette équation, j'utiliserai la durée de vie moyenne des essais menés à  $\Delta\varepsilon_t = 0.4\%$ . Ce choix arbitraire est motivé par le fait qu'il s'agit du niveau pour lequel le plus grand nombre d'essais PF ont été menés au laboratoire. Ainsi, pour ce niveau,  $N_p$  est calculé grâce à l'équation 3.16 et la valeur de  $N_a (= N_r - N_p)$  est déduite par différence avec la valeur de  $N_r$  obtenue expérimentalement. Ceci nous permet d'identifier la valeur de  $\alpha$ .<sup>5</sup>

Outre l'identification des paramètres, ces essais de propagation ont permis d'observer les phénomènes imaginés jusqu'à présent. En effet, comme le montre la figure 3.79, lors d'un essai avec temps de maintien en traction, la couche d'oxyde se décolle aux zones de plus fortes déformations, faisant apparaître les zones plastiques en pointe de fissure. A l'inverse, dans le cas d'un temps de maintien en compression, la couche d'oxyde ne se décolle pas mais se fissure à de multiples endroits, menant à une propagation qui consiste finalement en la coalescence de multiples fissures amorcées sur la couche d'oxyde. Ceci

<sup>5</sup>Une méthode plus rigoureuse d'obtenir cette valeur consisterait à mener des essais interrompus et à les observer finement, la valeur de  $N_a$  correspondant à la première apparition d'une fissure de taille  $a_0$ .

montre bien qu'une rupture de l'oxyde par décollement et une rupture par fissuration ne mènent pas au même endommagement de fatigue. Pour les essais de fatigue pure, aucun endommagement de la couche d'oxyde n'a pu être observé lors des essais de propagation.

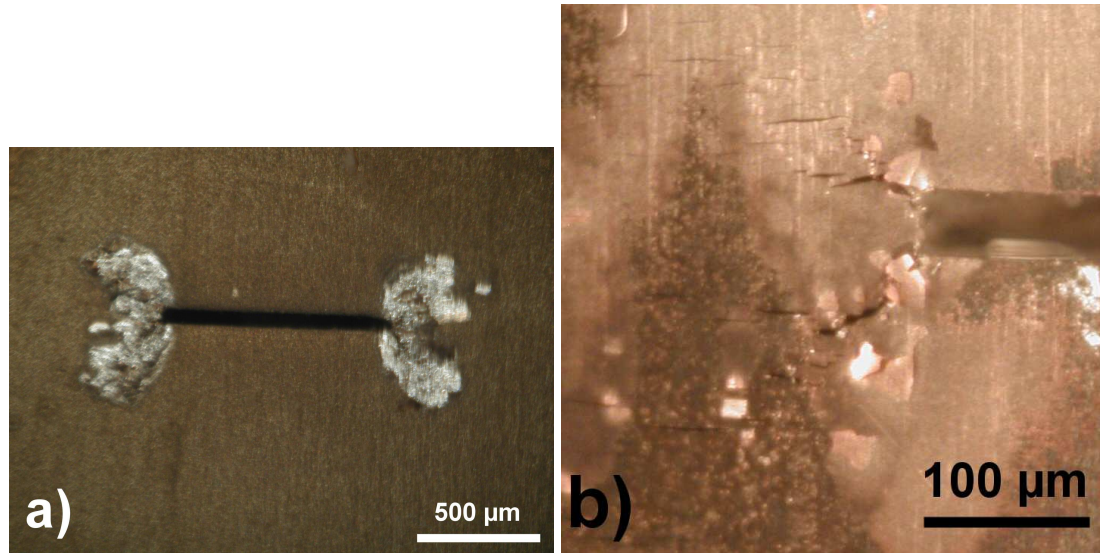


FIG. 3.79 : Observation lors d'un essai à  $\Delta\varepsilon_t = 0.7\%$  et  $t_m = 2\text{min}$  a) en traction et b) en compression.

## 3.5 Résultats de simulation.

### 3.5.1 Résultats en fatigue pure.

Le modèle qui vient d'être décrit est tout d'abord appliqué aux essais de fatigue pure. L'utilisation des cartes de mécanismes présentées figures 3.61 et 3.62 montrent que l'ensemble de ces essais présentent un endommagement de type 1. Les résultats de la figure 3.80 sont donc obtenus en simulant la phase d'amorçage et la phase de propagation. Seule la durée de vie moyenne obtenue à  $\Delta\varepsilon_t = 0.4\%$  est prise comme donnée d'entrée et ne peut être utilisée pour la validation du modèle. Pour tous les autres niveaux de déformation, seuls la déformation plastique par cycle et le niveau de contrainte associé (mesurés à mi-durée de vie) sont utilisés comme données du modèle. La figure 3.80 montre que, pour les niveaux de déformation plus élevés, la prédiction est en excellent accord avec les durées de vie obtenues expérimentalement. Le modèle reproduit quasi parfaitement la loi de Manson Coffin ajustée sur les données expérimentales pour  $0.1\% \leq \Delta\varepsilon_{vp} \leq 0.8\%$ . Pour le niveau de déformation le plus faible testé au cours de la présente étude,  $\Delta\varepsilon_t = 0.3\%$ , on peut constater que le modèle sous-estime nettement la valeur expérimentale obtenue, même s'il reste au sein de la dispersion estimée à l'aide



des données de la littérature.

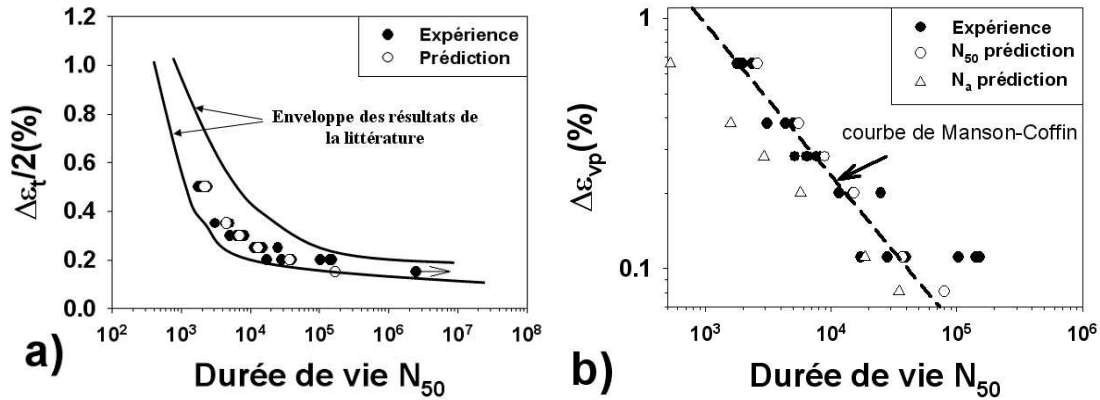


FIG. 3.80 : Comparaison des durées de vie prédites aux valeurs expérimentales en fonction a) de la déformation totale et b) de la déformation viscoplastique.

Le modèle proposé est donc parfaitement adapté pour les sollicitations à niveau de déformation élevé. Sa moindre performance aux plus faibles niveaux de déformation s'explique notamment par le fait qu'à  $\Delta\varepsilon_t = 0.3\%$  le matériau entre à peine en plasticité, ce qui signifie que l'ensemble des grains n'est pas encore plastifié et que la déformation viscoplastique par grain peut être nettement différente de la déformation viscoplastique mesurée macroscopiquement. Or, qu'il s'agisse du modèle de Tomkins pour la propagation ou du modèle de Mura pour la phase d'amorçage, ils font tous deux l'hypothèse d'une plasticité généralisée et relativement homogène (Mura utilise l'hypothèse de Taylor pour donner une expression en fonction de la déformation viscoplastique macroscopique). Des essais à  $\Delta\varepsilon_t = 0.3\%$  sont donc à la limite du domaine d'application du présent modèle. On notera aussi qu'aux très faibles niveaux de déformation, la vitesse de propagation des fissures est tellement lente que la couche d'oxyde a suffisamment de temps pour se former et entraîner des effets de refermeture plus prononcés qui nous écartent encore des hypothèses à la base du modèle de Tomkins. Afin d'y remédier on peut, par exemple, utiliser les données de vitesse de propagation de la littérature, comme celles de la figure 3.31 à  $538^\circ\text{C}$  qui mènent à :

$$\frac{da}{dN} = C\Delta K_{eff}^m = 2.08 \times 10^{-10} \Delta K_{eff}^{2.09} \quad (3.17)$$

En considérant que  $K_{eff} \approx \Delta\sigma\sqrt{\pi*a}$  avec  $a$  le rayon de la fissure on peut remonter à une expression du nombre de cycles de propagation en intégrant cette vitesse :

$$N_p = \frac{1}{C(\Delta\sigma\sqrt{\pi})^m \left(\frac{m}{2} - 1\right)} \left( \left(\frac{1}{a_0}\right)^{\left(\frac{m}{2}-1\right)} - \left(\frac{1}{a_c}\right)^{\left(\frac{m}{2}-1\right)} \right) \quad (3.18)$$

Si cette formulation permet d'obtenir des durées de propagation plus grandes, elle nécessite d'évaluer  $\Delta K_{eff}$  ce qui n'est jamais aisé. Nakamura et al. [Nakamura et al., 1985] montrent par exemple que la contrainte nécessaire à l'ouverture de la fissure peut atteindre plus de la moitié de la contrainte maximale. Par ailleurs, pour obtenir des prédictions de durée de vie à de faibles niveaux de déformation si les données de propagation sont déjà disponibles dans la littérature, il reste néanmoins nécessaire d'évaluer le nombre de cycles nécessaires à l'amorçage. Pour ce faire, l'une des méthodes consiste à effectuer des essais interrompus à diverses fractions de la durée de vie, l'observation de coupes polies devant permettre de détecter même de très petites fissures.

### 3.5.2 Essais avec temps de maintien.

Outre sa pertinence en fatigue pure, les figures 3.81 et 3.82 permettent de constater que le modèle proposé permet de prédire de façon très satisfaisante les durées de vie obtenues en fatigue-relaxation et fatigue-fluage. Sur ces deux figures la durée de vie prédite par le modèle est comparée à la durée de vie réellement mesurée et les bandes d'erreur usuellement utilisées  $\left[ \frac{N_{exp}}{2}, 2N_{exp} \right]$  sont représentées.

Sur chacune de ces figures, j'ai comparé les résultats obtenus en utilisant les valeurs de contrainte et de déformation mesurées à mi-durée de vie à ceux issus du modèle lorsque seules les données mesurées au premier cycle sont fournies. Aussi étonnant que cela puisse paraître, on constate dans les deux cas (RF et CF) que le modèle donne des résultats plus satisfaisants lorsque l'on utilise les valeurs de  $\Delta \varepsilon_{vp}$  et  $\Delta \sigma$  mesurées au début de l'essai. En effet, si en RF les deux approches fournissent des résultats toujours situés entre la moitié et le double de la durée de vie mesurée, en CF plusieurs durées de vie sont significativement surestimées par le modèle lorsque  $\Delta \varepsilon_{vp}$  et  $\Delta \sigma$  sont pris à mi-durée de vie, alors que lorsqu'ils sont pris à leur valeur initiale, quasiment tous les essais rentrent dans la bande d'erreur. Ce résultat est surprenant dans le sens où, le matériau s'adoucissant, ces valeurs évoluent rapidement vers les valeurs mesurées à mi-durée de vie. On pourrait utiliser une formulation incrémentale, en fournissant le niveau de contrainte et de déformation plastique à chaque cycle, ce qui mènerait à un résultat intermédiaire entre ceux des deux graphiques de chaque figure. Néanmoins, pour que ceci reste une démarche prédictive, il faudrait disposer d'un modèle de comportement suffisamment fiable pour le coupler avec ce modèle de durée de vie.

Il n'en reste pas moins que, dans le cas de la fatigue relaxation comme dans le cas de la fatigue-fluage, les prédictions fournies par notre modèle sont étonnamment bonnes pour des formulations aussi simples et dont les paramètres sont identifiés avec si peu d'essais. En effet, malgré la large gamme de temps et de déformation appliquées (voir les matrices d'essais fournies dans tableaux 2.5, 2.6 et 3.8) durant les phases de maintien, le modèle est capable de reproduire les durées de vie réelles à un facteur 2 près. Par ailleurs, aussi peu rigoureuse qu'elle puisse être, l'approche qui consiste à utiliser notre modèle avec les données de contrainte et de déformation initiales (alors que ces dernières évoluent rapidement) est, d'un point de vue pragmatique, extrêmement séduisante. En effet, dans

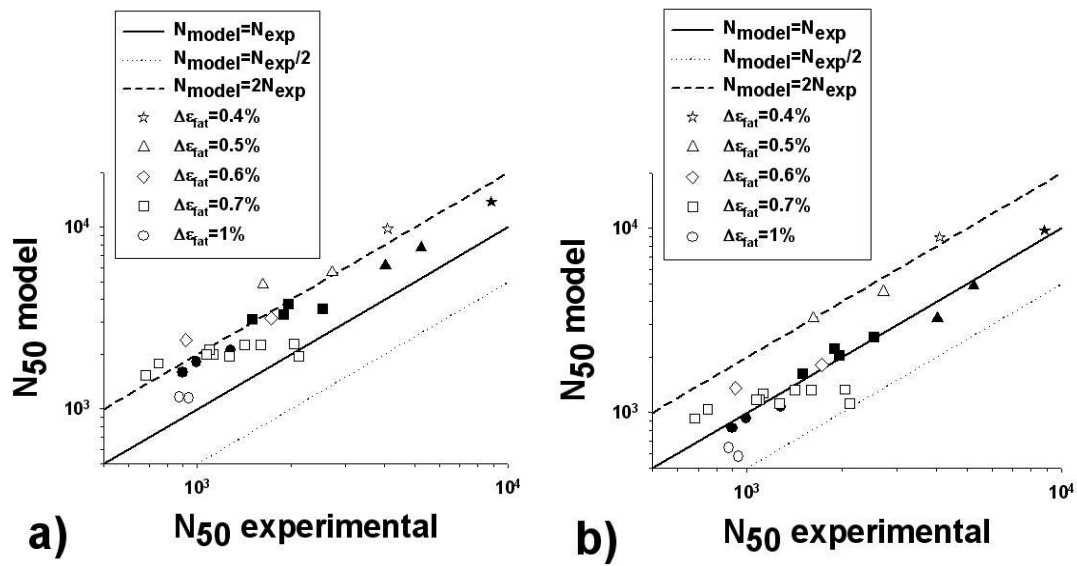


FIG. 3.81 : Comparaison des durées de vie prédites aux valeurs expérimentales pour les essais de fatigue-fluage lorsque l'on considère les paramètres de l'essai mesurés a) à  $\frac{N_{50}}{2}$  et b) au premier cycle.

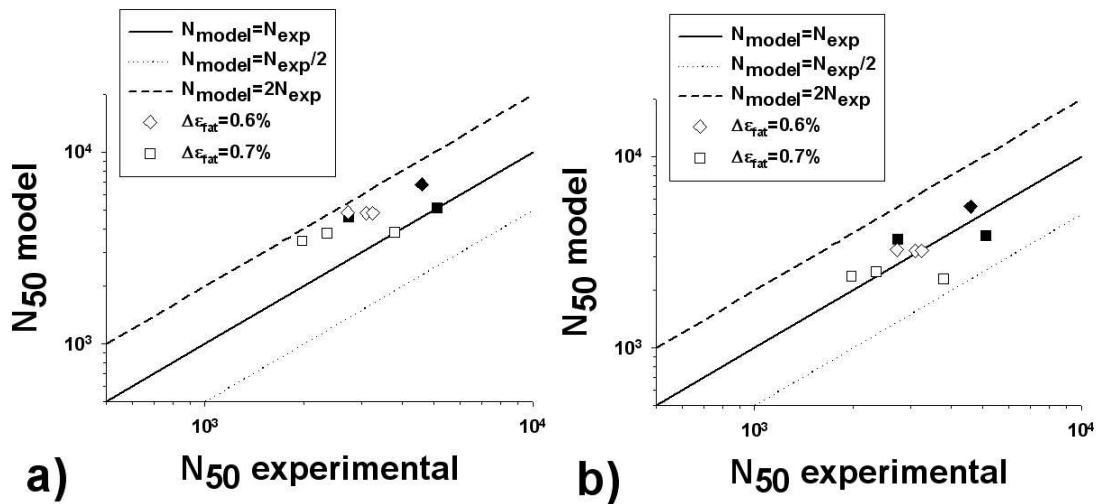


FIG. 3.82 : Comparaison des durées de vie prédites aux valeurs expérimentales pour les essais de fatigue-relaxation lorsque l'on considère les paramètres de l'essai mesurés a) à  $\frac{N_{50}}{2}$  et b) au premier cycle.

une phase de dimensionnement il suffit de connaître la courbe de traction monotone de l'acier pour obtenir les valeurs de  $\Delta\varepsilon_{vp}$  et  $\Delta\sigma$  initiales en fatigue pure ou de mener un seul cycle de fatigue-relaxation ou de fatigue-fluage. On comprend aisément l'intérêt en termes de gain de temps et de coût. D'un point de vue physique cela reste néanmoins insatisfaisant<sup>6</sup> et ne permet pas de rendre complètement compte de l'ensemble des résultats observés. En effet, comme le montre la figure 3.83, si le modèle, en distinguant les deux modes d'endommagement détaillés précédemment, prédit bien une différence de durée de vie entre maintien en traction et maintien en compression, cette dernière reste de très faible amplitude. Alors qu'en pratique la durée de vie lors d'un maintien en compression peut être plus de deux fois plus courte que celle obtenue après un maintien en traction, le modèle prédit des différences d'au plus 20%. Et ce, que les données d'entrée soient mesurées au premier cycle ou à mi-durée de vie.

La figure 3.84, quant à elle, montre l'évolution de la part de la phase d'amorçage en fonction de la durée de vie totale. On constate bien, comme de nombreux résultats de la littérature le rapportent, que plus la durée de vie est longue, plus la phase d'amorçage représente une grande part de la durée de vie totale. A l'inverse, pour les niveaux de déformation élevés ou les longs temps de maintien, l'amorçage est négligeable devant la phase de propagation.

Afin de reproduire l'influence du sens de maintien sur la durée de vie (différence traction/compression) et plus généralement l'aspect délétère de l'endommagement de type 2 par rapport à l'endommagement de type 1, seule la différence de mode d'amorçage est prise en compte. Cependant les observations rapportées précédemment montraient une autre différence significative : la forte densité de fissures créées par l'endommagement de type 2 mène à des phénomènes de coalescence.

### 3.5.3 Prise en compte de l'influence de la densité de fissures.

Même si des prises en compte rigoureuses (par le biais de simulation Monte Carlo notamment) du phénomène de coalescence existent dans la littérature [Argence and Pineau, 1995], je me contenterai de proposer ici une approche très simple et naïve, visant à illustrer l'influence qu'une forte densité de fissures peut avoir sur les prédictions de durée de vie de notre modèle. En effet, pour correctement traiter ce phénomène, il faudrait considérer les distributions en taille et en position des fissures qui s'amorcent, ainsi que la distribution des nombres de cycles à l'amorçage. Ces distributions sont malheureusement inconnues dans le cas qui nous intéresse et trop d'hypothèses sont nécessaires par rapport aux bases physiques sur lesquelles nous nous appuyons au sein de cette étude. De ce fait, je me propose d'estimer, de manière illustrative, les durées de vie prédites par notre modèle en supposant que, pour l'endommagement de type 2, plusieurs

<sup>6</sup>Quelle confiance peut-on réellement accorder à des extrapolations faites sur des valeurs de déformation viscoplastique et de contrainte qui ne sont finalement valables que lors des tout premiers cycles ?

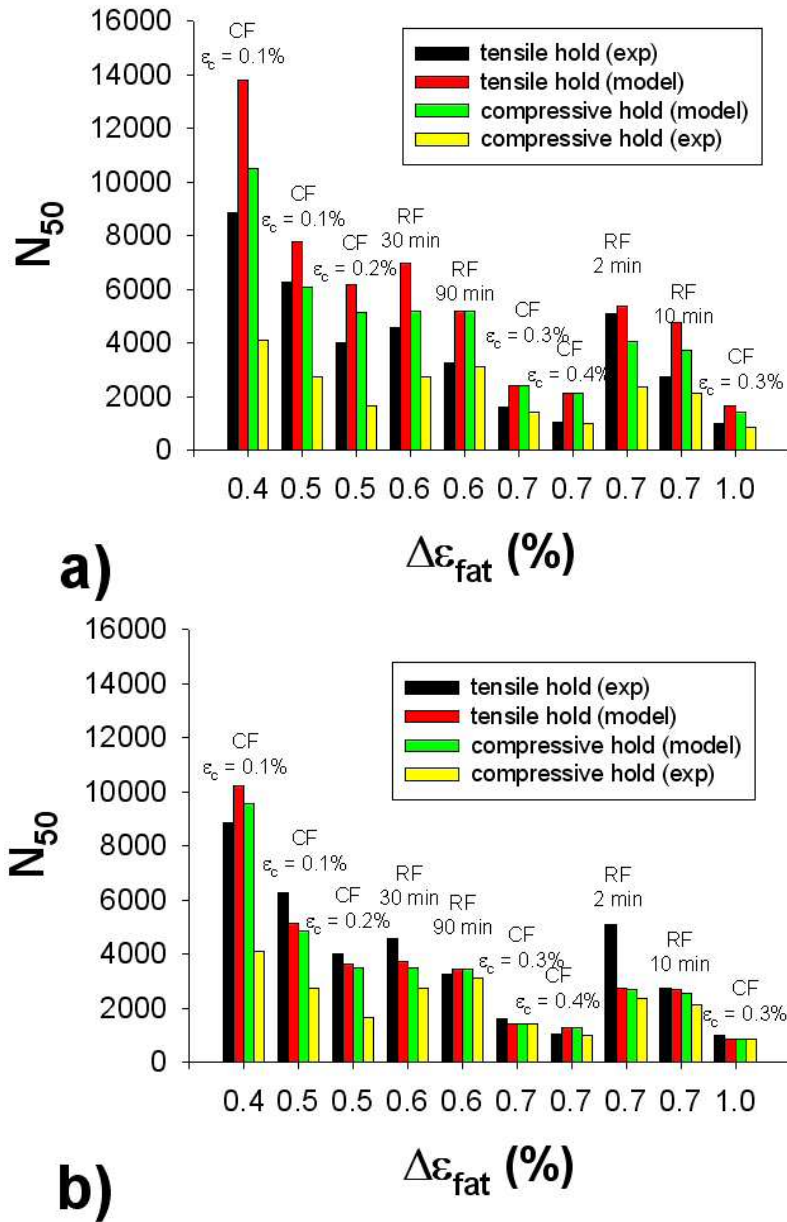


FIG. 3.83 : Capacité du modèle à reproduire l'influence du sens de maintien (traction ou compression) dans le cas où l'on considère les paramètres de l'essai mesurés a) à  $\frac{N_{50}}{2}$  et b) au premier cycle.

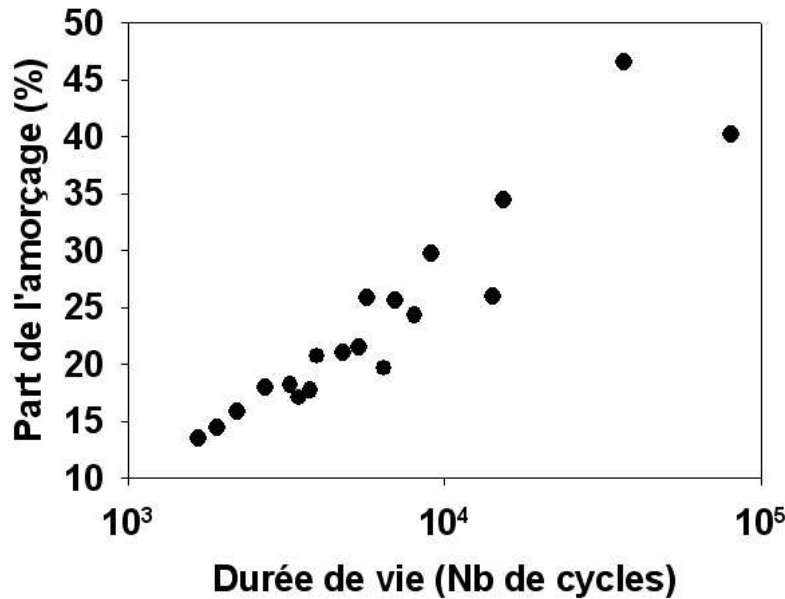


FIG. 3.84 : Pourcentage de la durée de vie passée en phase d'amorçage.

fissures se propagent et mènent à la rupture finale. Je fais les hypothèses suivantes :

- $n$  fissures s'amorcent sur la même section de l'éprouvette.
- ces  $n$  fissures s'amorcent toutes lors du premier cycle (valide pour l'endommagement de type 2).
- ces  $n$  fissures se propagent indépendamment suivant la vitesse de propagation prédite par le modèle de Tomkins.
- la rupture se produit lorsque la somme des longueurs de ces  $n$  fissures équivaut au rayon de l'éprouvette.

Ainsi il n'y a pas, à proprement parler, de coalescence : les fissures n'interagissent pas, mais c'est la présence de plusieurs fissures sur la même section de l'éprouvette qui mène à une rupture accélérée. Il est indéniable que la position initiale de ces fissures, le nombre de cycles nécessaires à les amorcer ainsi que leurs interactions doivent être prises en compte si l'on veut correctement évaluer le phénomène de coalescence.

Les figures 3.85 et 3.86 montrent les résultats obtenus dans le cas où  $n = 2$  et  $n = 5$  respectivement (ce qui est tout à fait raisonnable vis-à-vis des faciès de rupture observés). On peut constater que cette fois, lorsque l'on considère que la rupture finale est due à la propagation de 5 fissures, le modèle prévoit, pour tous les essais, une durée de vie située dans la bande d'erreur  $\left[ \frac{N_{exp}}{2}, 2N_{exp} \right]$ , et ce pour des données d'entrée mesurées à mi-durée de vie. Utiliser les valeurs de déformation et de contrainte mesurées au premier

cycle mène à des durées de vie globalement sous-estimées.

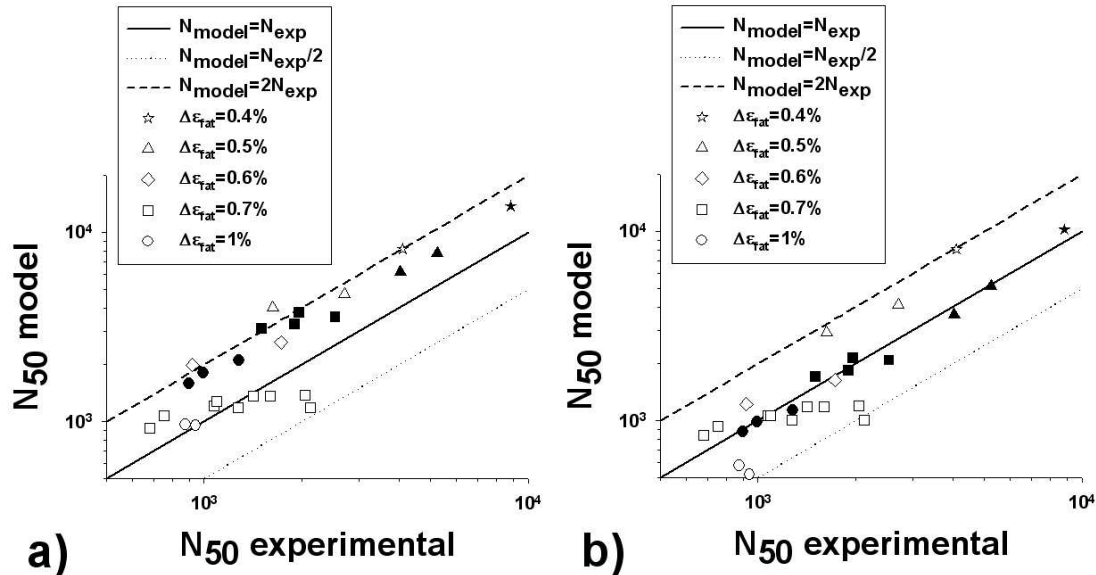
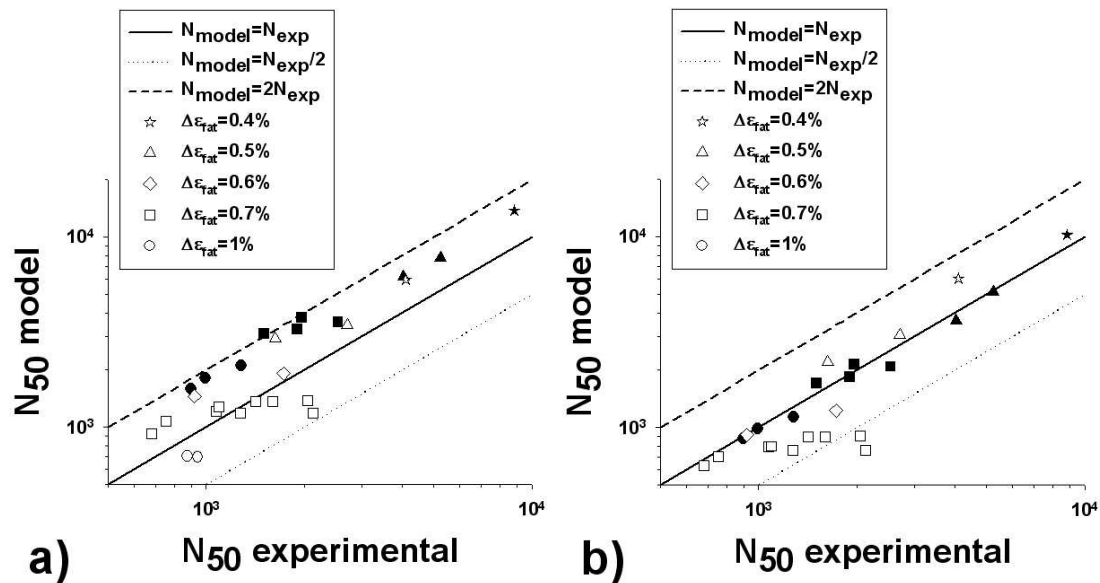


FIG. 3.85 : Comparaison des durées de vie prédites aux valeurs expérimentales correspondantes pour les essais de fatigue-fluage, en considérant que, pour l'endommagement de type 2, 2 fissures coalescent et mènent à la rupture finale. On considère les paramètres de l'essai mesurés a) à  $\frac{N_{50}}{2}$  et b) au premier cycle.

Par ailleurs, la prise en compte de la forte densité de fissures s'amorçant dans le domaine d'endommagement de type 2 permet de reproduire de manière beaucoup plus nette la différence entre maintiens en traction et maintiens en compression. En effet, comme on peut le constater sur la figure 3.87, lorsque les maintiens de traction et de compression mènent à des endommagements différents, la réduction de durée de vie associée à l'endommagement de type 2 peut atteindre 50% comme observé expérimentalement. Par ailleurs, quel que soit le niveau de déformation ou la durée du maintien, l'adéquation entre les durées de vie mesurées et les durées de vie prédites est très bonne.

Ces résultats montrent donc que l'architecture du modèle proposé est parfaitement adaptée pour reproduire les durées de vie en fatigue pure, en fatigue-relaxation et en fatigue-fluage. La distinction entre deux domaines d'endommagement et la prise en compte d'une densité de fissures plus forte pour l'endommagement de type 2 permettent de reproduire l'ensemble des durées de vie expérimentales avec un excellent accord, ainsi que l'effet plus délétère des maintiens en compression. Et ce, avec pour seules données, les vitesses de propagation obtenues expérimentalement, ainsi que quelques essais de fatigue pure utilisés pour l'identification du modèle d'amorçage. Les autres données nécessaires sont le niveau de déformation viscoplastique et le niveau de contrainte mesuré à mi-durée de vie.



**FIG. 3.86 :** Comparaison des durées de vie prédites aux valeurs expérimentales correspondantes pour les essais de fatigue-fluage, en considérant que, pour l'endommagement de type 2, 5 fissures coalescent et mènent à la rupture finale. On considère les paramètres de l'essai mesurés a) à  $\frac{N_{50}}{2}$  et b) au premier cycle.

### 3.6 Discussion.

L'exploitation des essais de PF, RF et CF menés au SRMA, ainsi que de la base de données disponibles dans la littérature et présentée au début du présent chapitre, a permis d'identifier deux principaux mécanismes d'endommagement correspondant à deux types d'interaction entre fatigue, fluage et oxydation. Sur la base de ces deux mécanismes, un modèle de prédiction de durée de vie, utilisant le modèle de Tanaka et Mura pour la phase d'amorçage et le modèle de Tomkins pour la phase de propagation, a pu être proposé. Afin d'identifier quel type d'endommagement considérer, des cartes de mécanismes (figures 3.61 et 3.62) ont été établies par le biais de nombreuses observations. Ces dernières permettent de déterminer la nature de l'endommagement mis en jeu pour un niveau de déformation, un temps, un sens (traction ou compression) et un type (fluage ou relaxation) de maintien donnés.

Les résultats du modèle présentés dans les paragraphes précédents sont remarquablement bons, étant donné le faible nombre d'essais nécessaires pour le caler (en tout 4 essais de propagation et 5 essais de fatigue à  $\Delta \epsilon_t = 0.4\%$ ). Ce modèle se révèle capable de reproduire très fidèlement les durées de vie de fatigue pure pour  $\Delta \epsilon_t \geq 0.4\%$ . Par



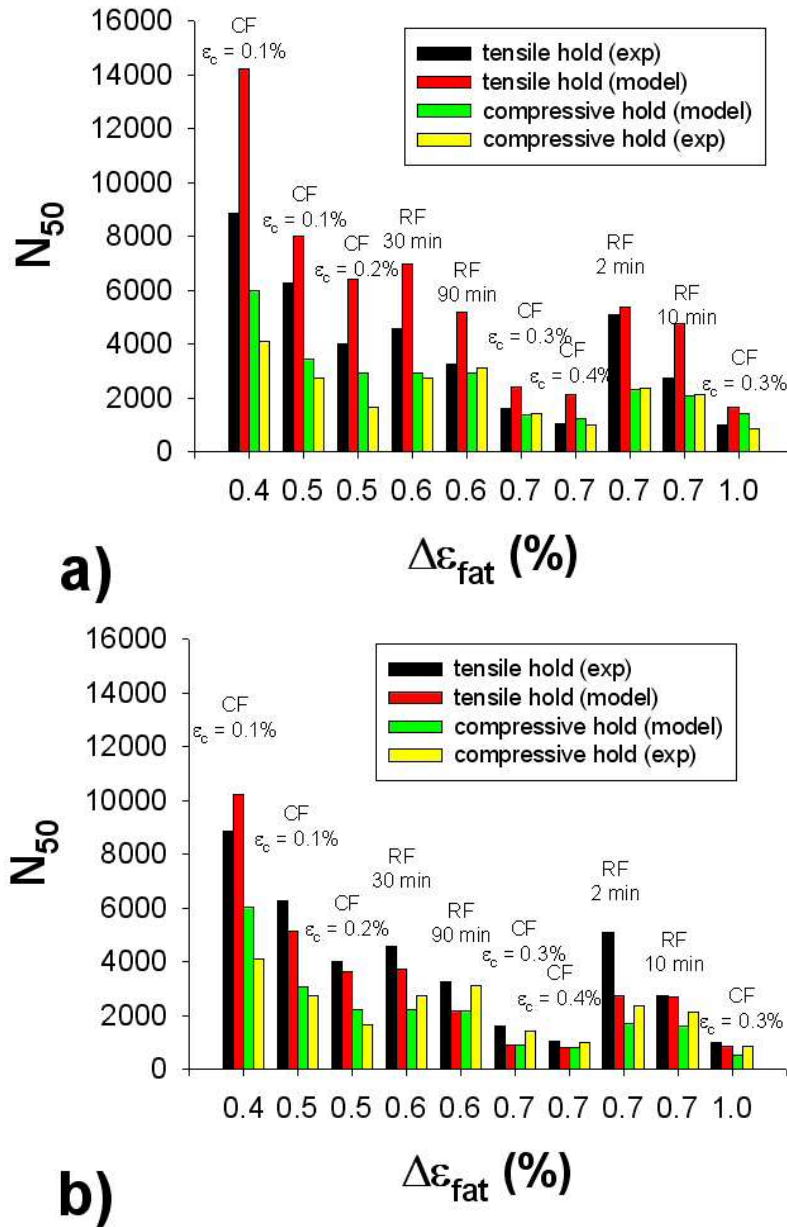


FIG. 3.87 : Capacité du modèle à reproduire l'influence du sens de maintien (traction ou compression), en considérant que, pour l'endommagement de type 2, 5 fissures coalescent et mènent à la rupture finale. On considère les paramètres de l'essai mesurés a) à  $\frac{N_{50}}{2}$  et b) au premier cycle.

ailleurs, la prise en compte de la densité de fissures amorcées permet de prédire de manière acceptable :  $\left(\frac{N_{exp}}{2} < N_{modèle} < 2N_{exp}\right)$  les durées de vie de fatigue-fluage et de fatigue-relaxation. Ainsi le modèle que nous proposons rend compte de nombreux phénomènes observés expérimentalement :

- Lorsque les maintiens en compression et en traction mènent à des endommagements de type différent, la durée de vie lors d'un maintien en compression peut être 50% inférieure à celle du même maintien en traction.
- Lorsque maintien de traction et maintien de compression mènent à des endommagements similaires (par exemple : tous les deux de type 2 pour les très longs temps de maintien ou les forts niveaux de déformation), leurs durées de vie sont identiques.
- A durée égale, un maintien en fluage est plus délétère qu'un maintien en relaxation : ceci est pris en compte dans le modèle par le simple fait que la déformation viscoplastique appliquée à chaque cycle est supérieure en fluage.
- A déformation viscoplastique imposée égale, un maintien en fluage est plus délétère qu'un maintien en relaxation. En effet lors d'un maintien en fluage la déformation à considérer pour le passage de l'endommagement de type 1 à l'endommagement de type 2 est  $\epsilon_{tot} = \Delta\epsilon_t + \epsilon_{creep}$ , alors qu'en relaxation seule  $\Delta\epsilon_t$  entre en jeu (voir équations 3.8 et 3.9). Le mode d'endommagement le plus pénalisant (type 2) est donc plus facilement atteint lors de maintiens en fluage.
- La phase d'amorçage est négligeable aux faibles durées de vie  $1000 \leq N_r \leq 5000$ , alors qu'elle occupe la majeure partie de la durée de vie dès que  $N_r \geq 30000$ .
- Le phénomène d'oxydation interne permet d'expliquer la morphologie très droite des fissures apparaissant dans l'endommagement de type 2.

Cependant ce modèle n'est pas totalement prédictif. En effet, il nécessite la connaissance de la déformation viscoplastique et de la contrainte à mi-durée de vie. Idéalement, une formulation incrémentale nécessiterait leur connaissance à chaque cycle. Ainsi, pour le rendre complètement prédictif, il est primordial de coupler ce modèle à un modèle de comportement. En outre, en fatigue-fluage et fatigue-relaxation il est nécessaire de connaître la durée du maintien et la déformation viscoplastique appliquée, ce qui nécessite, là encore, le recours à un modèle de comportement fiable. Par ailleurs, afin d'extrapoler hors du champ de la base de données disponible, il faut tout d'abord être capable de prédire l'évolution de la frontière entre les deux types d'endommagement. Nous avons vu que pour cela, un grand nombre de données concernant les couches d'oxyde (porosités, propriétés mécaniques, état de contraintes réel,...) sont actuellement manquantes. De telles données peuvent être obtenues notamment par le biais de mesures ultrasonores comme le développe l'équipe de G. Moulin à l'UTC [Gaillet et al., 2003]. Enfin, la prise en compte des phénomènes de coalescence, de manière plus fine que l'approche très simple proposée ici, est nécessaire pour rendre compte de manière fiable et extrapolable des différences de durées de vie observées en fonction de la nature, de la durée et du sens de maintien.

Malgré toutes ces voies d'amélioration possibles, nous pouvons d'ores et déjà discuter de quelle manière et jusqu'à quel point le modèle proposé est extrapolable.

### 3.6.1 Extrapolation en température.

L'étude des résultats de durée de vie de la littérature montrait que pour le P91 en fatigue pure à niveau de déformation plastique donné aucune différence flagrante n'est observée entre 20 et 600°C. Dans la mesure où notre modèle est lui aussi exprimé en fonction du niveau de déformation plastique, il est donc extrapolable en température. En effet, en fatigue pure, excepté pour les niveaux de déformation très élevés (non explorés dans la présente étude), seul l'endommagement de type 1, ne faisant pas intervenir la rupture de la couche d'oxyde, est observé. Les mécanismes d'endommagement restent donc pertinents. Par ailleurs, si la contrainte menant à une déformation viscoplastique donnée est d'autant plus grande que la température est faible, c'est le rapport  $\frac{\sigma}{\bar{T}}$  qui intervient dans le modèle de Tomkins et il paraît raisonnable de supposer que, à déformation plastique donnée, ce dernier reste relativement indépendant de la température. De ce fait, notre modèle semble valide en fatigue pure pour  $20^{\circ}\text{C} \leq T \leq 600^{\circ}\text{C}$ <sup>7</sup>. La figure 3.88 compare les résultats obtenus avec le modèle identifié à 550°C pour des essais de fatigue pure menés au SRMA à 20°C et 400°C. Les valeurs mesurées de  $\Delta\varepsilon_{vp}$  et  $\Delta\sigma$  sont utilisées et on modifie la valeur de  $\bar{T}$  afin de conserver le même rapport  $\frac{\sigma}{\bar{T}}$  qu'à 550°C, enfin la loi d'amorçage est identifiée à l'aide des durées de vie à  $\Delta\varepsilon_t = 0.4\%$  à 20 et 400°C. On peut constater que les prévisions obtenues sont en bon accord avec les résultats expérimentaux.

Cependant, en fatigue-fluage et fatigue-relaxation, plusieurs difficultés doivent être soulignées. Tout d'abord à 600°C et au delà, pour les temps de maintien suffisamment longs, de l'endommagement de fluage par cavitation a pu être observé [Aoto et al., 1994, Gieseke et al., 1993]. Ce dernier n'étant pas pris en compte dans notre modèle, il paraît très difficile de l'extrapoler pour les temps de maintien à 600°C. Par ailleurs, en fonction de la température, les frontières entre les deux types d'endommagement, identifiés à 550°C, vont varier. En effet, la cinétique d'oxydation, la composition de la couche et ses propriétés mécaniques ne sont plus les mêmes. Enfin, en deçà d'une certaine température, le phénomène d'oxydation peut être négligé, la couche étant d'épaisseur trop faible pour se rompre.

Ainsi, si notre modèle semble facilement extrapolable en fatigue pure à une large gamme de température, en fatigue-fluage et fatigue-relaxation la gamme de température sur laquelle il peut être raisonnablement extrapolé est beaucoup plus faible. Pour étendre cette dernière il est nécessaire de vérifier la pertinence des mécanismes d'endommage-

<sup>7</sup>Pour certaines températures (autour de 400°C) il faut cependant quantifier, et prendre en compte, l'influence du vieillissement dynamique observé dans la littérature [Armas et al., 1998, Mannan and Valsan, 2006, Choudhary et al., 1999].

ment identifiés à 550°C et, si ces derniers sont toujours valides, de positionner la frontière qui les sépare.

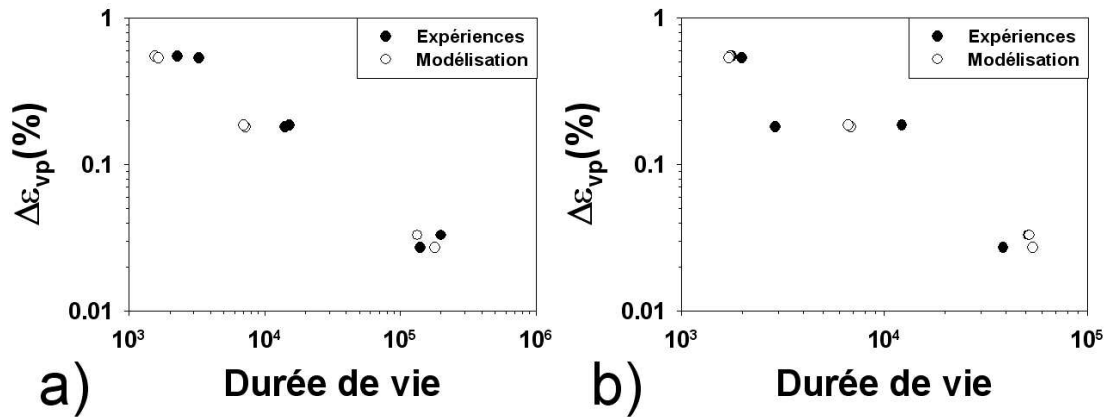


FIG. 3.88 : Comparaison des durées de vie prédites par le modèle avec les durées de vie mesurées à a) 20°C et b) 400°C.

### 3.6.2 Extrapolation à d'autres nuances.

Si pour les aciers à 12%Cr il est probable que les effets d'environnement soient moins pénalisants, il n'en reste pas moins que les données disponibles dans la littérature à 600°C (figure 3.12) ne montrent pas de différence significative entre ces aciers et l'acier P91 en fatigue pure, où la rupture de la couche d'oxyde n'est pas mise en jeu. En fatigue avec temps de maintien, trop peu de données sont disponibles pour dire si une différence existe ou non. De ce fait, il paraît raisonnable de considérer que le modèle dans son état actuel s'applique aussi bien aux aciers à 9%Cr qu'aux aciers à 12%Cr, puisque les mécanismes d'endommagement ne devraient pas être fondamentalement différents (même si l'oxydation est plus lente, une couche d'oxyde se forme tout de même sur les aciers à 12%Cr). Cependant, des différences notables pouvant exister sur leur comportement cyclique (vitesse et amplitude de l'adoucissement), il paraît nécessaire de bien connaître ce dernier pour appliquer le modèle. Par ailleurs, les vitesses de fluage sont significativement différentes d'une nuance à l'autre, le lien entre durée de la phase de maintien et déformation viscoplastique appliquée sera donc lui aussi différent.

### 3.6.3 Extrapolations à d'autres environnements.

Au début de ce chapitre, l'étude des durées de vie, disponibles dans la littérature, a montré que l'atmosphère jouait un rôle primordial en fatigue pure, alors qu'en fatigue avec temps de maintien les durées de vie sous vide ne sont pas significativement

supérieures aux durées de vie sous air. Par ailleurs, parmi les scénarios envisagés pour l'application industrielle visée (les réacteurs nucléaires de génération IV) deux principaux milieux sont envisagés : hélium+impuretés ou sodium+impuretés. La forte influence de l'environnement notée dans la littérature et continuellement observée au cours de la présente étude (les phénomènes d'oxydation sont au coeur de notre étude) laisse planer de sérieux doutes quant à la représentativité de la base de données, obtenues sous air, vis-à-vis des conditions d'application réelles. En d'autres termes, les durées de vie mesurées expérimentalement sous air sont-elles représentatives, conservatives ou au contraire trop optimistes vis-à-vis des durées de vie, pour les mêmes sollicitations, sous des atmosphères de type hélium+impuretés ou sodium+impuretés ?

Afin de commencer à répondre à ces questions, deux campagnes d'essais ont été menées dans d'autres laboratoires du CEA. D'une part des essais sous vide ( $P \approx 2.10^{-5}$  mbar) ont été conduits au CEA Grenoble grâce à la collaboration d'Hélène Burlet, d'Olivier Gillia et de Patrick Lemoine. D'autre part, des essais sous atmosphère hélium+ $H_2O$  (en pratique les impuretés réelles au sein des fluides caloporteurs seront plus variées, néanmoins le dispositif expérimental étant très récent, le système de mélange de gaz n'a pas encore été installé, une bouteille d'hélium industrielle est donc directement utilisée) ont été menés grâce à Pierre Lamagnère au CEA Pierrelatte, sur le dispositif FATCHE. La teneur en  $H_2O$  est d'environ 170ppm ce qui est élevé vis-à-vis du taux d'impuretés au sein du milieu réel envisagé. Les matrices d'essais et les durées de vie obtenues sont données dans le tableau 3.16. Dans la mesure où ces dispositifs expérimentaux rares sont évidemment très demandés, seuls des essais relativement courts ont été menés. La figure 3.89 compare les durées de vie moyennes pour ces trois atmosphères, en indiquant les informations disponibles quant à la dispersion des résultats.

$\Delta\varepsilon_t$ (%)	$t_m$ (min)	sens du maintien	air	vide	hélium
0.5	0	0	10655 14670 22868	38200	5200 14242
0.7	0	0	2995 4000 4233	11276 14200	3371
0.7	2	Traction	5091	5600	1580 1700
0.7	2	Compression	2350	5214	2100

**TAB. 3.16 :** Durées de vie en fatigue et fatigue-relaxation obtenues sous trois atmosphères différentes à 550°C.

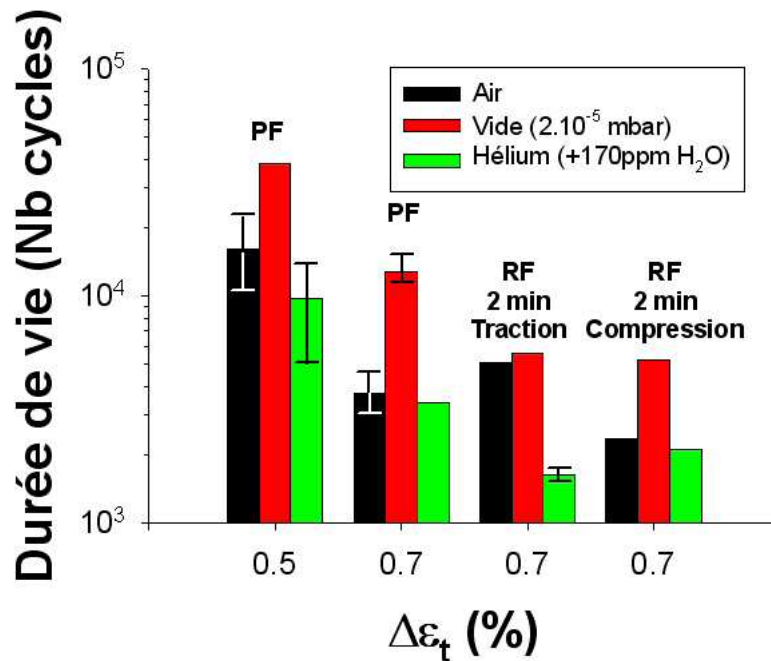


FIG. 3.89 : Comparaison des durées de vie obtenues en fatigue pure et fatigue-relaxation sous air, sous vide et sous atmosphère d'hélium ( $T=550^\circ\text{C}$ ).

### 3.6.3.1 Durées de vie sous vide.

Ces résultats montrent bien que, sous vide, les durées de vie en fatigue pure sont significativement supérieures aux valeurs mesurées sous air, ce qui signifie que notre base de données est conservatrice. En fatigue-relaxation il n'existe plus de différence entre maintien de traction et maintien de compression sous vide, ce qui vient corroborer notre analyse de cette différence observée sous air en termes de rupture de la couche d'oxyde. Qui plus est, les durées de vie de fatigue-relaxation sous vide correspondent à celles obtenues sous air avec un maintien en traction (celui qui n'entraîne pas de rupture de la couche d'oxyde, donc le moins pénalisant). Ainsi, qu'il s'agisse de la fatigue pure ou de la fatigue avec temps de maintien, notre base de données obtenues sous air est conservatrice vis-à-vis des essais sous vide. Ces durées de vie plus longues sous vide que sous air s'expliquent par le fait que la propagation est, a priori, plus rapide sous air que sous vide, comme le montrent les résultats de la littérature présentés figure 3.31.

Ce qui apparaît relativement surprenant est que, sous vide, la réduction de durée de vie associée à un temps de maintien (différence entre fatigue pure et fatigue-relaxation) est supérieure à celle obtenue sous air. Dans la mesure où il n'y a, a priori, pas de raison que sous vide un endommagement de fluage apparaisse alors qu'il n'a pu être observé sous air, l'une des explications peut être liée au phénomène d'amorçage en surface. En effet, aussi poussé que puisse être le vide obtenu, il reste des traces d'oxygène dans

le milieu, ce qui signifie qu'une couche d'oxyde se forme en surface des éprouvettes (ceci se voit nettement sur les éprouvettes, puisque celles-ci sortent bleuies après essai). Cette dernière, bien que très mince, pourrait, lors d'un essai avec temps de maintien (donc un essai relativement long), accélérer la formation des extrusions/intrusions, en augmentant l'irréversibilité du glissement ou encore par formation de cavités sous la couche d'oxyde, comme l'illustre la figure 3.90. Ceci permettrait d'expliquer pourquoi, en fatigue pure, les durées de vie sous vide sont nettement supérieures à celles obtenues sous air (ce phénomène d'accélération n'a pas le temps de se produire), alors qu'en fatigue-relaxation les durées de vie sous vide sont équivalentes à celles obtenues sous air (l'essai est beaucoup plus long, la couche d'oxyde a le temps de se former et donc d'accélérer la fissuration). Dans la mesure où aucune donnée de vitesse de propagation n'est disponible sous vide en fatigue-relaxation, rien ne permet d'affirmer qu'elle est supérieure à celle mesurée lors d'un même essai sous air. Ainsi en fatigue-relaxation sous vide, on peut supposer que la couche d'oxyde qui se forme est suffisante pour mener au même endommagement que sous air (amorçage et vitesse de propagation).

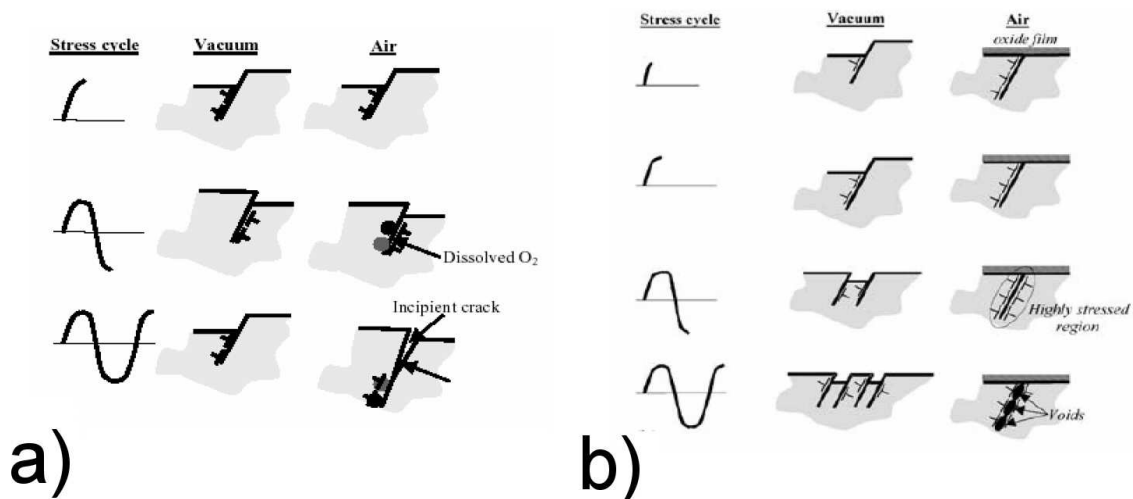


FIG. 3.90 : Schémas illustrant l'accélération de l'amorçage des fissures de fatigue du fait de la présence d'une couche d'oxyde en surface ou plus généralement d'effets d'environnement [Laird and Duquette, 1971, Thompson et al., 1956, Shen et al., 1966].

Si l'on reprend les vitesses de propagation présentées figure 3.31, on constate que, sous vide, la propagation en fatigue pure est de 2 à 10 fois plus lente que sous air. On peut alors tenter d'appliquer notre modèle, en considérant une vitesse de propagation moindre que sous air. Trop peu de données sont disponibles pour modifier notre modèle d'amorçage. La figure 3.91 présente les prédictions du modèle obtenues en considérant une vitesse de 2 à 5 fois plus lente sous vide. On peut constater, en comparant ces

prédictions aux données disponibles sous vide à 550°C, que l'accord est très satisfaisant aux forts niveaux de déformation (où la phase d'amorçage est très courte) en considérant une vitesse de propagation deux fois plus lente. Cependant, aux plus faibles niveaux de déformation, les résultats expérimentaux s'éloignent des prédictions. Ceci suggère qu'en fatigue pure, sous vide, il faut considérer une phase d'amorçage plus longue (l'oxyde est encore trop mince pour accélérer la phase d'amorçage).

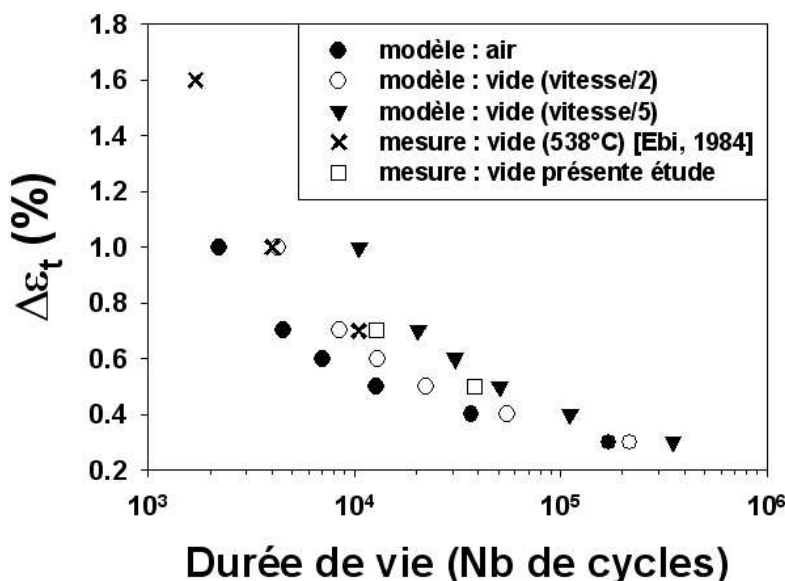


FIG. 3.91 : Durées de vie prédites par le modèle en fatigue pure sous air et sous vide (la vitesse de propagation est considérée deux fois plus faible).

Outre des résultats en termes de durée de vie, des essais sous vide sur éprouvette polie nous ont par ailleurs permis de mettre en évidence l'existence de ces extrusions/intrusions suspectées d'être à l'origine de l'amorçage des fissures en fatigue. La figure 3.92 montre des observations MEB de ces extrusions formées sous vide à 550°C et sous air à température ambiante. On peut constater, de manière qualitative, que ces extrusions ont des morphologies assez distinctes à 20°C et à 550°C, ceci pouvant provenir d'une mobilité des dislocations différente en fonction de la température, mais aussi de la différence de déformation plastique entre les deux essais observés. Pour mieux comprendre ces phénomènes d'amorçage, des mesures en microscopie à force atomique (AFM) de ces extrusions observées à 550°C sur le P91 ont été menées grâce à une collaboration avec l'IPM de Brno (République Tchèque), et plus particulièrement grâce à J. Man, J. Polak, P. Hutar et P. Knesl. Ces observations AFM, illustrées figures 3.93 et 3.94 sont toujours en cours de dépouillement, les premières conclusions montrent que les extrusions observées sont fréquemment associées à des intrusions. Par ailleurs, les extrusions mesurées peuvent dépasser les 500nm de hauteur, ce qui est significativement supérieur à ce qui est généralement observé sur les aciers ferritiques à température ambiante [Man et al., 2004, Cretegnay and



Saxena, 2002]. De manière assez surprenante, la majorité des extrusions sont orientées à  $45^\circ$  par rapport à l'axe de sollicitation alors que seules quelques unes d'entre elles sont perpendiculaires à ce dernier. Des mesures sont actuellement en cours afin d'essayer de corréler l'apparition de ces reliefs en surface avec l'orientation cristalline locale, par le biais de couplage entre EBSD et observations MEB.

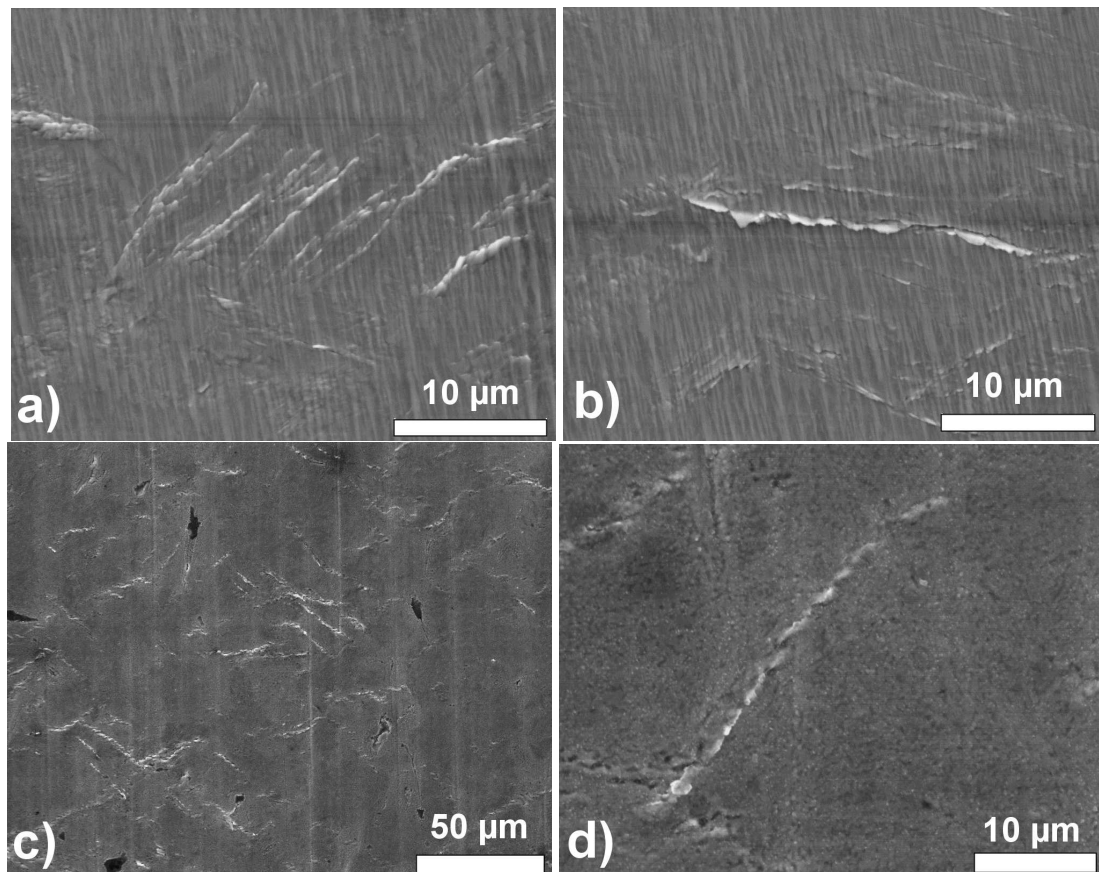
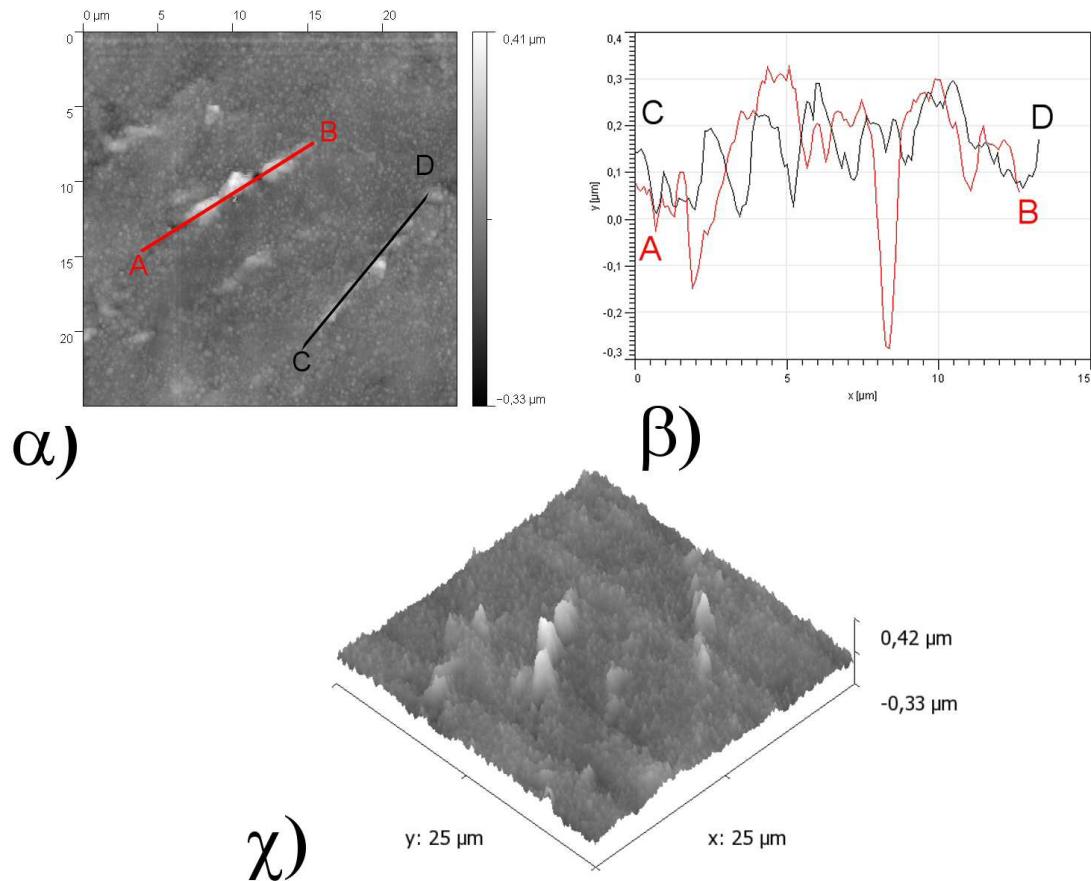


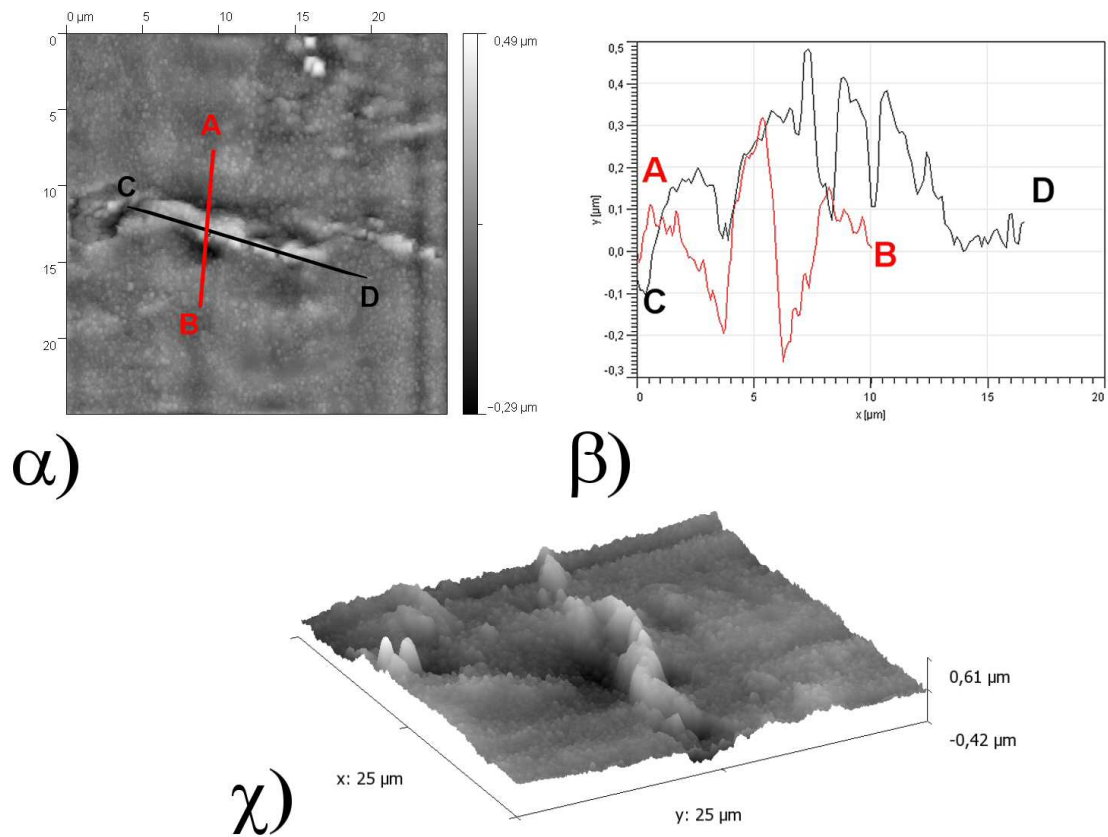
FIG. 3.92 : Extrusions observées en surface d'éprouvettes polies testées à  $\Delta\varepsilon_t = 0.7\%$  a) et b) sous air à  $20^\circ\text{C}$  et c) et d) sous vide à  $550^\circ\text{C}$ , l'axe de sollicitation est vertical.

### 3.6.3.2 Durées de vie sous hélium.

Les résultats des essais sous atmosphère composée d'hélium et de vapeur d'eau sont, à première vue, plus surprenants. En effet, si en fatigue pure les durées de vie obtenues sont comparables à celles mesurées sous air, l'effet d'un temps de maintien de traction semble nettement plus délétère au sein de cette atmosphère que sous air. Au vu des résultats présentés figure 3.89, il semblerait que les durées de vie en fatigue-relaxation soient inférieures ou égales (nous avons trop peu de données pour conclure) à celles obtenues sous air pour un temps de maintien en compression (endommagement de type 2). Ces éprouvettes n'ont pas encore pu être expertisées et des observations sont nécessaires avant toute



**FIG. 3.93 :** Observations AFM d'une zone présentant des extrusions/intrusions après un essai de fatigue pure à 550°C sous vide ( $\Delta\varepsilon_t = 0.7\%$ ). Vue  $\alpha$ ) 2D en niveau de gris sur laquelle sont repérés les profils présentés en  $\beta$ ) et  $\gamma$ ) vue 3D de la même zone. Ces images sont obtenues avec le logiciel Gwyddion.



**FIG. 3.94 :** Observations AFM d'une zone présentant des extrusions/intrusions après un essai de fatigue pure à 550°C sous vide ( $\Delta\epsilon_t = 0.7\%$ ). Vue  $\alpha$ ) 2D en niveau de gris sur laquelle sont repérés les profils présentés en  $\beta$ ) et  $\chi$ ) vue 3D de la même zone. Ces images sont obtenues avec le logiciel Gwyddion.

conclusion. On peut toutefois avancer une hypothèse simple : nous avons pu constater au chapitre précédent que le comportement obtenu lors de ces essais (faible écrouissage monotone) était significativement distinct du comportement obtenu sous air et sous vide. Il semblerait que le chauffage par induction perturbe la mesure de température obtenue grâce aux thermocouples soudés, et ce du fait de perturbations électriques au sein de ces derniers. De fait, comme le confirment de très récents essais de CF menés sur ce dispositif (mais non inclus dans le présent rapport), la température réelle de l'éprouvette est significativement supérieure à 550°C<sup>8</sup>. Toujours est-il que ces différences de comportement peuvent être à l'origine des résultats obtenus, et ce simplement car la déformation viscoplastique par cycle est supérieure à celle des essais sous air et sous vide auxquels la figure 3.89 compare les durées de vie obtenues. En effet, si l'on applique le modèle identifié sous air avec les valeurs de déformation viscoplastique et de contrainte effectivement mesurées sur ces essais de fatigue avec temps de maintien sous atmosphère d'hélium, une durée de vie comprise entre 2277 cycles (en supposant un endommagement de type de 2) et 2392 cycles (en supposant un endommagement de type 1) est prévue. Le modèle proposé pour les durées de vie sous air semble donc s'appliquer pour une atmosphère de type hélium + impuretés. Il reste néanmoins nécessaire de localiser la frontière entre les endommagements de type 1 et de type 2 qui est probablement différente de celle obtenue sous air (la quantité d' $H_2O$  présente est suffisante pour former une couche d'oxyde, des observations sont cependant nécessaires pour évaluer son épaisseur ainsi que sa composition et sa porosité).

### 3.6.4 Extrapolations aux très longs temps de maintien.

L'application industrielle visée (les réacteurs nucléaires de génération IV) implique des échelles de temps bien supérieures à celles accessibles par les essais en laboratoire. De ce fait, l'un des besoins en termes de dimensionnement est de déterminer dans quelle mesure les résultats, obtenus lors des essais de fatigue menés en laboratoire, sont extrapolables à des conditions en service menant à des cycles de plusieurs jours à plusieurs mois. L'ensemble des essais disponibles, comme nous l'avons détaillé, correspondent uniquement à un endommagement par fissuration et effets d'environnement. Cette absence d'endommagement de fluage est cohérente avec les vitesses de déformation mises en jeu : en fluage pur, l'endommagement intergranulaire gouverné par les phénomènes de diffusion n'apparaît qu'à des vitesses (ou, de manière équivalente, des contraintes) très faibles. Cependant, lors de sollicitations avec de très longs temps de maintien, notamment de relaxation, des contraintes très basses peuvent être atteintes. Des essais séquentiels de fatigue (évoqués dans [Fournier et al., 2006a]) mettant en jeu une phase de relaxation de 15 jours, située soit au premier cycle, soit au 500<sup>ème</sup>, ont été menés au SRMA. Les courbes de relaxation obtenues sont présentées figure 3.95. On constate qu'au premier cycle, mais plus encore après un adoucissement dû au cyclage, les contraintes atteintes

<sup>8</sup>En effet, lors des essais CF le fluage observé est beaucoup plus rapide que sous air à 550°C. Un pyromètre sera bientôt installé sur le dispositif expérimental afin de vérifier la température réelle des éprouvettes que nous avons testées.

en fin de relaxation sont très faibles. Ces dernières sont donc susceptibles de mener à de l'endommagement de fluage par cavitation qu'il faudrait alors ajouter aux endommagements actuellement inclus dans notre modèle de durée de vie. Pour déterminer en dessous de quelle contrainte ce type d'endommagement entre en jeu il faut évidemment disposer d'un modèle de comportement permettant de modéliser les phases de relaxation et leur évolution au cours du cyclage. Par ailleurs, il faudrait disposer de données de fluage permettant de situer, comme ceci est fait à 500 et 625°C sur la figure 3.96<sup>9</sup>, la contrainte seuil en deçà de laquelle un endommagement de fluage supplémentaire doit être pris en compte à 550°C. Au vu de cette figure, ainsi qu'en comparaison avec les données de la figure 3.48, on constate que ce seuil est significativement supérieur, à 625°C, au seuil en deçà duquel le mécanisme de déformation est essentiellement diffusionnel. En effet, la figure 3.48 montre que la rupture provient de mécanismes d'endommagement diffusionnels pour des vitesses de déformations inférieures à  $10^{-8} s^{-1}$ , soit environ  $4 \cdot 10^{-3} \% / h$ . La figure 3.96 montre qu'une telle vitesse est atteinte pour une contrainte d'environ 100MPa, soit bien au dessus des 70MPa en dessous desquels la déformation résulte de mécanismes diffusionnels. Ceci suggère qu'à 500°C l'endommagement intergranulaire doit survenir pour des contraintes nettement supérieures à 200MPa. A 550°C, il semble raisonnable de supposer que le seuil d'apparition de l'endommagement intergranulaire se situe entre 150 et 200MPa.

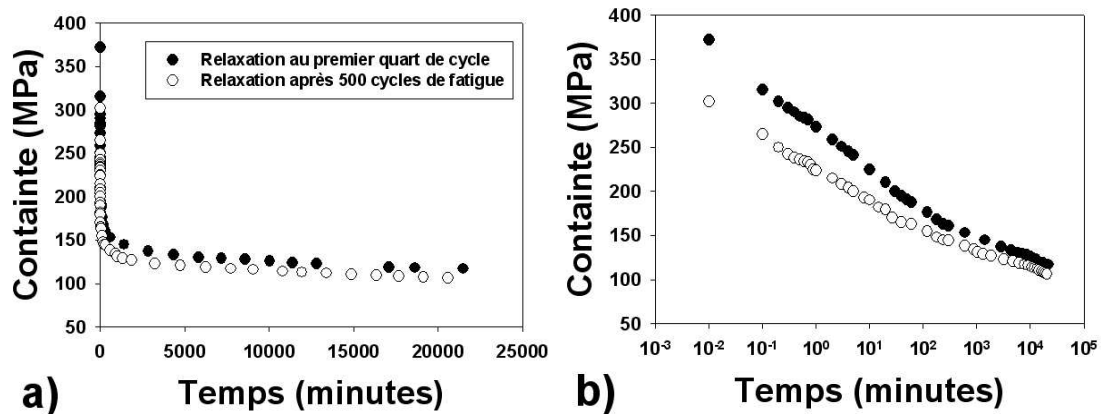


FIG. 3.95 : Courbes de relaxation obtenues lors d'une phase de relaxation de 15 jours avant et après cyclage en fatigue pure, le temps est représenté a) linéairement et b) logarithmiquement.

Ainsi, le modèle dans son état actuel peut être extrapolé de manière fiable tant que les sollicitations appliquées n'entraînent pas l'application de contraintes de relaxation

<sup>9</sup>Les résultats à 500°C présentés sur cette figure proviennent d'une campagne d'essais lancée en 1988 au SRMA et dont le suivi a été assuré par Lucien Allais et Ivan Tournié. Grâce à leur travail, nous disposons aujourd'hui d'éprouvettes ayant flué près de 20 ans et qui sont actuellement à l'étude. De telles données, d'une extrême rareté, fourniront probablement de nombreuses informations sur les mécanismes d'endommagement et les évolutions de microstructure dans le domaine des faibles contraintes.

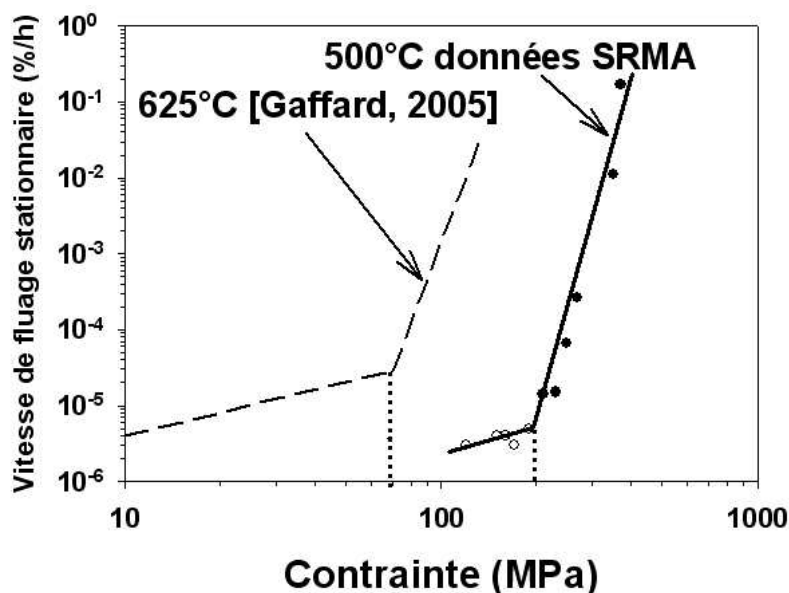


FIG. 3.96 : Evolution de la transition entre les deux régimes de fluage à 625°C et à 500°C.

inférieures à (environ) 200 MPa ni des vitesses de fluage inférieures à (environ)  $4 \cdot 10^{-3} \% / h$ . Au delà, des mécanismes d'endommagement supplémentaires (la cavitation et son interaction avec la propagation des fissures de fatigue) doivent être pris en compte, faute de quoi l'on risque de largement surestimer les durées de vie réelles.

### 3.6.5 Modélisation de la dispersion des durées de vie.

Qu'il s'agisse de l'étude bibliographique ou des essais menés au sein du SRMA, l'ensemble des résultats montrent que les durées de vie en fatigue et en fatigue-fluage sont fortement dispersées. Même si de nombreuses causes sont probablement responsables de cette dispersion, il est possible d'expliquer une partie de cette dernière par les mécanismes physiques mis en jeu. Ainsi, une part de la dispersion provient très probablement de l'influence de la microstructure (joints de grains et désorientations) sur la vitesse de propagation des fissures courtes [Bertolino et al., 2005]. Les phénomènes de coalescence observés expliquent certainement aussi une partie de la dispersion mesurée. Sans avoir recours à des calculs complexes par éléments finis, l'un des moyens d'aborder cette dispersion est de considérer non plus une taille de fissure initiale unique, mais une distribution de la valeur de  $a_0$  [Bigerelle et al., 2006]. Ceci est d'autant plus intéressant qu'il est possible d'estimer cette distribution par l'observation des extrusions observées en surface des éprouvettes testées sous vide. N'ayant pas encore eu l'occasion de m'y atteler je me contenterai d'illustrer cette méthode en faisant l'hypothèse d'une distribution de  $a_0$  de nature Gaussienne (à titre didactique) centrée sur  $50 \mu m$  et d'écart type  $10 \mu m$ . On peut alors,

en introduisant des valeurs de  $a_0$  tirées par Monte Carlo à partir de cette distribution, utiliser le modèle proposé ci-dessus. La figure 3.97 illustre la distribution de durée de vie obtenue pour  $\Delta\varepsilon_t = 0.7\%$ . Si l'on se situe bien en deçà de la dispersion évoquée au début de ce chapitre (celle-ci est aussi due à la variété des machines, des traitements thermiques, des compositions, des états de surface, des types de montage,...), la distribution obtenue reproduit tout de même le caractère dissymétrique et borné à gauche des distributions réelles.

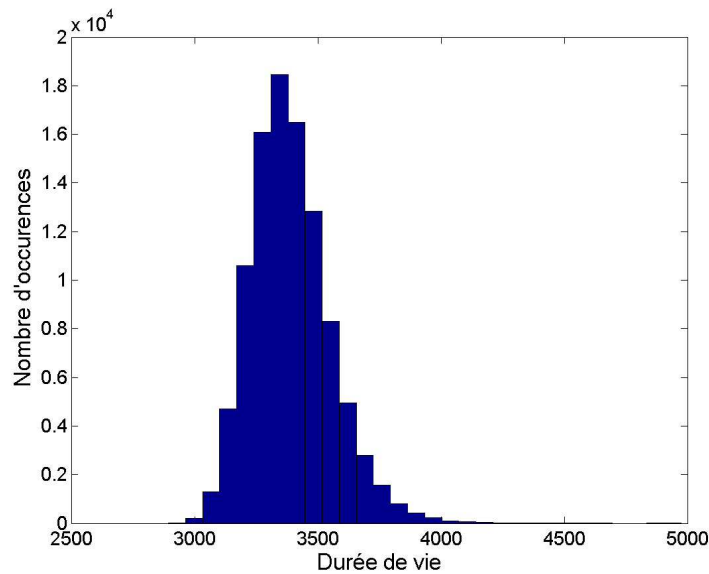


FIG. 3.97 : Distribution de durées de vie obtenues avec  $10^5$  tirages de valeurs de  $a_0$ .

### 3.7 Conclusions partielles.

Après une étude bibliographique, qui a notamment permis de mettre en évidence la nature des distributions de durée de vie en fatigue, et d'illustrer l'influence de divers paramètres comme la température, la nuance d'acier, l'environnement ou encore de l'application d'un temps de maintien, ce chapitre s'est attaché à détailler les phénomènes d'endommagement mis en jeu. De nombreuses observations et mesures ont mené aux résultats suivants :

- En fatigue-fluage à 550°C, l'endommagement de l'acier P91 procède principalement par de la fissuration de fatigue dont l'amorçage et la propagation sont influencés par l'oxydation.
- En fonction de la déformation appliquée et de la durée du maintien, deux domaines correspondant à deux types d'endommagement ont été définis. Le domaine le plus néfaste correspond à un amorçage par rupture de la couche d'oxyde et une propagation assistée par de l'oxydation interne. Le second domaine, quant à lui, s'il est probablement aussi influencé par la présence d'une couche d'oxyde, mène à un amorçage plus long et à un nombre de fissures plus faible.
- Sur la base de ces observations un modèle de durée de vie a été proposé. Ce dernier simule la phase d'amorçage à l'aide d'une formulation due à Mura et Tanaka et la phase de propagation à l'aide d'une approche de type Tomkins.
- Des essais de vitesse de propagation ont permis d'identifier les paramètres de ce modèle à 550°C. Les résultats obtenus montrent que pour  $\Delta\varepsilon_t \geq 0.4\%$  le modèle prédit très fidèlement les durées de vie expérimentales de fatigue pure. En fatigue-fluage et fatigue-relaxation les résultats se situent dans la bande d'erreur usuellement considérée :  $\left[ \frac{N_{exp}}{2}, 2N_{exp} \right]$ . Les paramètres utilisés (déformation plastique et niveau de contrainte) sont mesurés à mi-durée de vie.
- Pour reproduire correctement l'effet délétère des temps de maintien en compression par rapport aux temps de maintien en traction, il est nécessaire de prendre en compte la forte densité de fissures liée à l'endommagement de type 2. Dans ce cas les durées de vie prédites pour l'ensemble des temps de maintien testés sont en bon accord avec leurs valeurs expérimentales.
- La discussion menée a mis en évidence le fait que ce modèle, basé sur les mécanismes physiques d'endommagement pouvait être extrapolé, en température, pour divers environnements (grâce notamment à la comparaison avec des essais sous vide et sous hélium et moyennant une meilleure connaissance des cinétiques d'oxydation au sein de ces environnements) et aussi sur une large gamme de sollicitations. Les limites de ces extrapolations et les précautions nécessaires ont aussi été discutées.



- Afin d’être totalement prédictif, ce modèle a besoin d’être couplé à un modèle de comportement fiable. Par ailleurs, de nombreuses données mécaniques concernant les couches d’oxyde sont aussi nécessaires afin de prévoir l’évolution de la frontière séparant les deux types d’endommagement.
- Les observations d’extrusions en surface d’éprouvettes polies sollicitées sous vide ont permis de mettre en lumière le mécanisme d’amorçage des fissures de fatigue à haute température. Les observations AFM et des mesures EBSD ouvrent la voie à des investigations passionnantes concernant les mécanismes d’apparition de ces extrusions au sein d’une microstructure aussi complexe que la martensite.

## Bibliographie

- [Abe et al., 2001] Abe, F., Horiuchi, T., Taneike, M., Kimura, K., Muneki, S., and Igarashi, M. (2001). Creep strain behavior during microstructure evolution in tempered martensitic advanced 9Cr steels. In *Proceedings of the 10th joint International Conference on Creep & Fracture of Engineering Materials and Structures*.
- [Aktaa and Lerch, 2005] Aktaa, J. and Lerch, M. (2005). Fatigue crack growth in EUROFER 97 at different temperatures. Final report, Tasks : TW1-TTMS-002, D22 and TW-TTMS-002a, D22.
- [Aktaa and Lerch, 2006] Aktaa, J. and Lerch, M. (2006). Near-threshold fatigue crack behaviour in EUROFER 97 at different temperatures. *Journal of Nuclear Materials*, 333 :101–108.
- [Alexandre, 2004] Alexandre, F. (2004). *Aspects probabilistes et microstructuraux de l'amorçage des fissures de fatigue dans l'alliage INCO 718*. PhD thesis, Ecole des Mines de Paris.
- [Alexandre et al., 2004] Alexandre, F., Deyber, S., and Pineau, A. (2004). Modelling of the optimum grain size on the low cycle fatigue life of a Ni based superalloy in the presence of two possible crack initiation sites. *Scripta Materialia*, 50 :25–30.
- [Aoto et al., 1994] Aoto, K., Komine, R., Ueno, F., Kawasaki, H., and Wada, Y. (1994). Creep-fatigue evaluation of normalized and tempered modified 9Cr-1Mo. *Nuclear Engineering & Design*, 153 :97–110.
- [Argence and Pineau, 1995] Argence, D. and Pineau, A. (1995). in *Structural Materials, the Donald MCLean Symposium*, pages 229–257. The Institute of Materials.
- [Armas et al., 1998] Armas, A., Avalos, M., Alvarez-Armas, I., Petersen, C., and Schmitt, R. (1998). Dynamic strain ageing evidences during low cycle fatigue in ferritic-martensitic stainless-steels. *Journal of Nuclear Materials*, 258-263 :1204–1208.
- [Asada, 1993] Asada, Y. (1993). Effect of air environment on creep-fatigue behavior of some commercial steels. High temperature service and time-dependent failure, ASME, PVP conference.
- [Asada et al., 1994] Asada, Y., Ueta, M., Dousaki, K., Sukekawa, M., Taguchi, K., and Koto, H. (1994). Creep, fatigue and creep-fatigue properties of modified 9Cr-1Mo steel and its weldments for steam generator of fast breeder reactor. Unpublished report.
- [Barbehön et al., 1987] Barbehön, J., Rahmel, A., and Schütze, M. (1987). in *Low cycle fatigue and elasto-plastic behaviour of materials*. Elsevier applied science.
- [Barbehön et al., 1988] Barbehön, J., Rahmel, A., and Schütze, M. (1988). Behavior of the scale on a 9.5Cr steel under cyclic deformation of the base metal. *Oxidation of metals*, 30 :85–94.
- [Barker et al., 1986] Barker, E., Pilkington, R., and Lloyd, G. (1986). Creep fracture of a 9Cr1Mo steel. Issued by Risley Nuclear Power Development Establishment.

- [Basquin, 1910] Basquin (1910). The exponential law of endurance tests. *Proceedings of the American Society of Testing Materials*, 10 :625.
- [Benoit et al., 1981] Benoit, D., Lieurade, H., Namdar-irani, R., and Tixier, R. (1981). Oxydation des surfaces de rupture par fatigue des aciers aux basses vitesses de fissuration. *Mémoires et Etudes Scientifiques Revue de Métallurgie*.
- [Bertolino et al., 2005] Bertolino, G., Doquet, V., and Sauzay, M. (2005). Modelling of the scatter in short fatigue cracks growth kinetics in relation with polycrystalline microstructure. *International Journal of Fatigue*, 27 :471–480.
- [Bigerelle and Iost, 1999] Bigerelle, M. and Iost, A. (1999). A bootstrap analysis of fatigue crack growth rate : application on the Paris' relationship and to lifetime prediction. *International Journal of Fatigue*, 21 :299–307.
- [Bigerelle et al., 2006] Bigerelle, M., Najjar, D., Fournier, B., Rupin, N., and Iost, A. (2006). Application of lambda distributions and bootstrap analysis to the prediction of fatigue lifetime and confidence intervals. *International Journal of Fatigue*, 28 :223–236.
- [Bloom et al., 2004] Bloom, E., Zinkle, S., and Wiffen, F. (2004). Materials to deliver the promise of fusion power - progress and challenges. *Journal of Nuclear Materials*, 329-333 :12–19.
- [Brückman et al., 1972] Brückman, A., Emmerich, R., and Mrovec, S. (1972). Investigation of the high-temperature oxidation of Fe-Cr alloys by means of the isotope  $^{18}\text{O}$ . *Oxidation of metals*, 5.
- [Brückner-Foit and Huang, 2006] Brückner-Foit, A. and Huang, X. (2006). Numerical simulation of micro-crack initiation of martensitic steel under fatigue-loading. *International Journal of Fatigue*, 28 :963–971.
- [Cabrillat et al., 2006] Cabrillat, M., Allais, L., Mottot, M., Riou, B., and Escaravage, C. (2006). Creep fatigue behavior and damage assessment for Mod 9Cr-1Mo steel. In *Proceedings of PVP2006-ICPVT-11, Canada, Vancouver*.
- [CEA, 2007] CEA (2007). <http://www-cast3m.cea.fr/cast3m/index.jsp>.
- [Challenger et al., 1981] Challenger, K. D., Miller, A., and Brinkman, C. (1981). An explanation for the effects of hold periods on the elevated temperature fatigue behavior of 2 1/4 Cr-1Mo steel. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 103 :7–14.
- [Chaswal et al., 2005] Chaswal, V., Sasikala, G., Ray, S., Mannan, S., and Raj, B. (2005). Fatigue crack growth mechanism in aged 9Cr-1Mo steel : threshold and Paris regime. *Materials Science & Engineering A*, 395 :251–264.
- [Choudhary et al., 1996] Choudhary, B., Bhanu Sankara Rao, K., Mannan, S., and Kashyap, B. (1996). Low cycle fatigue, creep and creep-fatigue behaviour of forged thick section tube plate of 9Cr-1Mo ferritic steel. *Euromat 96, Conference on materials and nuclear power*.
- [Choudhary et al., 1999] Choudhary, B., Bhanu Sankara Rao, K., Mannan, S., and Kashyap, B. (1999). Influence of prior thermal ageing on tensile deformation and fracture

- of forged thick section 9Cr-1Mo ferritic steel. *Journal of Nuclear Materials*, 273 :315–325.
- [Christl et al., 1989] Christl, W., Rahmel, A., and Schütze, M. (1989). Behavior of oxide scales on 2.25Cr-1Mo steel during thermal cycling. I. Scales formed in oxygen and air. *Oxidation of metals*, 31 :1–33.
- [Coffin, 1954] Coffin, L. (1954). A study of the effects of cyclic thermal stresses on ductile metal. *Trans. ASME*, 76 :931.
- [Creteigny and Saxena, 2002] Creteigny, L. and Saxena, A. (2002). Evolution of surface deformation during fatigue of ph 13-8 mo stainless steel using atomic force microscopy. *Fatigue Fracture of Engineering Materials & Structure*, 25 :305–314.
- [Crouch and Scully, 1981] Crouch, I. and Scully, J. (1981). Selective oxidation of Fe-Cr alloys. *Oxidation of metals*, 15.
- [Dyson, 1982] Dyson, B. (1982). An analysis of carbon/oxygen gas bubble formation in some nickel alloys. *Acta Metallurgica*, 30 :1639–1646.
- [Earthman et al., 1989] Earthman, J., Eggeler, G., and Ilschner, B. (1989). Deformation and damage processes in a 12%Cr-Mo-V steel under high temperature low cycle fatigue conditions in air and vacuum. *Materials Science & Engineering A*, 110 :103–114.
- [Ebi and McEvily, 1984] Ebi, G. and McEvily, A. (1984). Effect of processing on the high temperature low cycle fatigue properties of modified 9Cr-1Mo ferritic steel. *Fatigue Engng. Mater. Struc.*, 7 :299–314.
- [Efron and Tibshirani, 1993] Efron, B. and Tibshirani, R. (1993). *An introduction to the Bootstrap*. Chapman Hall, NY.
- [Ennis and Czyrska-Filemonowicz, 2002] Ennis, P. and Czyrska-Filemonowicz, A. (2002). Recent advances in creep resistant steels for power plant application. *OMMI*, 1.
- [Evans et al., 1983] Evans, A., Crumley, G., and Demaray, R. (1983). On the mechanical behaviour of brittle coatings and layers. *Oxidation of metals*, 20 :193–216.
- [Evans, 2005] Evans, H. (2005). Spallation models and their relevance to steam-grown oxides. *Materials at High Temperatures*, 22 :155–166.
- [Evans and Lobb, 1984] Evans, H. and Lobb, R. (1984). Conditions for the initiation of oxide-scale cracking and spallation. *Corrosion Science*, 24 :209–222.
- [Evans and Taylor, 1997] Evans, H. and Taylor, M. (1997). Creep relaxation and spallation of the oxide layers. *Surface and Coatings technology*, 94-95 :27–33.
- [Fernandez et al., 2005] Fernandez, P., Lancha, A., Lapena, J., Lindau, R., Rieth, M., and Schirra, M. (2005). Creep strength of reduced activation ferritic/martensitic steel Eurofer'97. *Fusion Engineering & Design*, 75-79 :1003–1008.
- [Filacchioni et al., 2006a] Filacchioni, G., Casagrande, E., De Angelis, U., De Santis, G., Ferrara, D., and Gennaro, G. (2006a). Effects of hold-times and other testing parameters on fatigue behaviour of Eurofer 97 base metal. Final Report of sub task TW2-TTMS-002, deliverable 11, EFDA.

- [Filacchioni et al., 2006b] Filacchioni, G., Casagrande, E., De Angelis, U., De Santis, G., Ferrara, D., and Gennaro, G. (2006b). Isothermal and thermal fatigue behaviour of Eurofer 97 base metal. Final Report of sub task TW2-TTMS-002, EFDA.
- [Filippini, 1996] Filippini, E. (1996). The martensitic steels 9Cr-1Mo modified types as possible candidate alloys for high temperature plants. ENEA, Contract RA1 CT/94/0239-IT.
- [Fournier et al., 2007a] Fournier, B., Rupin, N., Bigerelle, M., Najjar, D., Iost, A., and Wilcox, R. (2007a). Estimating the Parameters of a Generalized Lambda Distribution. *Computational Statistics and Data Analysis*, 251 :2813–2835.
- [Fournier et al., 2007b] Fournier, B., Sauzay, M., Caës, C., Noblecourt, M., Bougault, A., Rabeau, V., and Pineau, A. (2007b). Creep-fatigue-oxidation Interactions in a 9Cr-1Mo martensitic steel. Part I : Effect of tensile holding period on the fatigue lifetime. *Accepted by International Journal of Fatigue*.
- [Fournier et al., 2007c] Fournier, B., Sauzay, M., Caës, C., Noblecourt, M., Bougault, A., Rabeau, V., and Pineau, A. (2007c). Creep-fatigue-oxidation Interactions in a 9Cr-1Mo martensitic steel. Part II : Effect of compressive holding period on the fatigue lifetime. *Accepted by International Journal of Fatigue*.
- [Fournier et al., 2006a] Fournier, B., Sauzay, M., Caës, C., Noblecourt, M., Mottot, M., and Pineau, A. (2006a). Analysis of the hysteresis loops of a martensitic steel. Part II : Study of the influence of creep and stress relaxation holding times on cyclic behaviour. *Materials Science & Engineering A*, 437 :197–211.
- [Fournier et al., 2006b] Fournier, B., Sauzay, M., Mottot, M., Rabeau, V., Bougault, A., and Pineau, A. (2006b). Fatigue crack initiation and propagation at high temperature in a softening martensitic steel. Proceedings of ECF16, Alexandroupolis, Greece.
- [Freund and Suresh, 2003] Freund, L. and Suresh, S. (2003). *Thin film materials*. Cambridge University Press, Cambridge, UK.
- [Friedel, 1956] Friedel, J. (1956). *Les dislocations*. Monographies de chimie physique, Gauthier-Villars, Paris.
- [Gaffard, 2005] Gaffard, V. (2005). *Experimental study and modelling of high temperature creep flow and damage behaviour of 9Cr1Mo-NbV steels and weldments*. PhD thesis, Ecole des Mines de Paris.
- [Gaillet et al., 2003] Gaillet, L., Benmedakhne, S., Laksimi, A., and Moulin, G. (2003). Nickel high temperature oxydation under creep loading using acoustic emission monitoring. *Journal of Materials Science*, 38 :1479–1484.
- [Galerie et al., 2005] Galerie, A., Henry, S., Wouters, Y., Mermoux, M., Petit, J.-P., and Antoni, L. (2005). Mechanisms of chromia scale failure during the course of 15-18Cr ferritic stainless steel oxidation in water vapour. *Materials at High Temperatures*, 22 :105–112.
- [Gampe and Seliger, 2001] Gampe, U. and Seliger, P. (2001). Creep crack growth testing of P91 and P22 pipe bends. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 78 :859–864.

- [Gieseke et al., 1993] Gieseke, B., Brinkman, C., and Maziasz, P. (1993). *The influence of thermal aging on the microstructure and fatigue properties of modified 9Cr-1Mo steel*. In *Microstructures and mechanical properties of aging material*, TMS The Minerals, Metals & Materials Society.
- [Greeff et al., 2000] Greeff, A., Louw, C., and Swart, H. (2000). The oxidation of industrial FeCrMo steel. *Corrosion Science*, 42 :1725–1740.
- [Grosskreutz, 1969] Grosskreutz, J. (1969). Mechanical properties of metal oxide films. *Journal of Electrochemical Society*, 116 :1232–1237.
- [Hecht and Weertman, 1993] Hecht, R. and Weertman, J. (1993). Periodic oxide cracking on Fe<sub>2.25</sub>Cr<sub>1</sub>Mo produced by high temperature fatigue tests with a compression hold. *Metallurgical Transactions*, 24 :327–333.
- [Hecht and Weertman, 1998] Hecht, R. and Weertman, J. (1998). The effect of environment on high-temperature hold time fatigue behaviour of annealed 2.25 pct Cr 1 pct Mo steel. *Metallurgical and Materials Transactions*, 29A :2137–2145.
- [Hecht, 1992] Hecht, R. L. (1992). *Mechanisms operating during high-temperature fatigue with hold periods in two chromium ferritic steels*. PhD thesis, Northwestern University.
- [Honda et al., 2003] Honda, T., Kudo, Y., Hatano, T., Kikuchi, K., Nichimura, T., and Saito, M. (2003). Crack growth in first wall made of reduced activation ferritic steel by transient creep due to long pulse operation. *Fusion Engineering & Design*, 66-68 :317–382.
- [Hou and Saunders, 2005] Hou, P. and Saunders, S. (2005). A survey of test methods for scale adhesion measurement. *Materials at High Temperatures*, 22 :121–129.
- [Härkegard et al., 2005] Härkegard, G., Denk, J., and Stärk, K. (2005). Growth of naturally initiated fatigue cracks in ferritic gas turbine rotor steels. *International Journal of Fatigue*, 27 :715–726.
- [Hu and Evans, 1989] Hu, M. and Evans, A. (1989). The cracking and decohesion of thin films on ductile substrates. *Acta metallurgica*, 37 :917–925.
- [Hu et al., 1988] Hu, M., Thouless, M., and Evans, A. (1988). The decohesion of thin films from brittle substrates. *Acta metallurgica*, 36 :1301–1307.
- [Huntz et al., 2006] Huntz, A., Calvarin Amiri, G., Evans, H., and Cailletaud, G. (2006). Comparison of oxidation growth stresses in NiO film experimentally determined by deflection and calculated using creep analysis or finite element modeling. *Oxidation of Metals*.
- [Ikeda and Nii, 1978] Ikeda, Y. and Nii, K. (1978). Microcrack generation and its healing in the oxide scale formed on Fe-Cr alloys. *Oxidation of metals*, 12 :487–502.
- [James, 1976] James, L. (1976). Some questions regarding the interaction of creep & fatigue. *Journal of Engineering Material & Technology*, page 235.

- [Khanna et al., 1986] Khanna, A., Rodriguez, P., and Gnanamoorthy, J. (1986). Oxidation kinetics, breakaway oxidation, and inversion phenomenon in 9Cr-1Mo steels. *Oxidation of Metals*, 26.
- [Kim et al., 2006] Kim, S., Kohyama, A., and Yoon, H. (2006). Fatigue crack growth behavior and microstructure of reduced activation ferritic/martensitic steel (JLF-1). *Fusion Engineering & Design*, 81 :1105–1110.
- [Kim et al., 2004] Kim, S., Song, B., Ryu, W., and Hong, J. (2004). Creep rupture properties of nitrogen added 10Cr ferritic/martensitic steels. *Journal of Nuclear Materials*, 329-333 :299–303.
- [Kim and Weertman, 1988] Kim, S. and Weertman, J. (1988). Investigation of microstructural changes in a ferritic steel caused by high temperature fatigue. *Metallurgical Transactions A*, 19A :999–1007.
- [Kimura et al., 2000] Kimura, K., Kushima, K., Abe, F., Suzuki, K., Kumai, S., and Satoh, A. (2000). Microstructural change and degradation behaviour of 9Cr-1Mo-V-Nb steel in the long term. In *Parsons 2000 advanced materials for 21st century turbines and power plant. Proceedings of the fifth international Charles Parsons turbine conference*, pages 590–602.
- [Kimura et al., 2006] Kimura, M., Yamaguchi, K., Hayakawa, M., Kobayashi, K., and Kanazawa, K. (2006). Microstructures of creep-fatigued 9-12% Cr ferritic heat-resisting steels. *International Journal of Fatigue*, 28 :300–308.
- [King and Cotterill, 1990] King, J. and Cotterill, P. (1990). Role of oxides in fatigue crack propagation. *Materials Science and Technology*, 6 :19–31.
- [Kschinka and Stubbins, 1989] Kschinka, B. and Stubbins, J. (1989). Creep-fatigue-environment interaction in a bainitic 2.25wt.%Cr-1wt.%Mo steel forging. *Materials Science & Engineering A*, 110 :89–102.
- [Kubon et al., 2000] Kubon, Z., Foldyna, V., Hajduk, D., and Simecek, P. (2000). Creep and relaxation properties of 9-12%Cr steels. In *Parsons 2000 advanced materials for 21st century turbines and power plant. Proceedings of the fifth international Charles Parsons turbine conference*, pages 485–497.
- [Kunz and Lukas, 2001] Kunz, L. and Lukas, P. (2001). Cyclic stress-strain behavior of 9Cr-1Mo steel at positive mean stress. *Materials Science & Engineering A*, 319-321 :555–558.
- [Lacombe, 1981] Lacombe, P. (1981). Influence de l'environnement et de la structure métallurgique sur le comportement au fluage des métaux et de leurs alliages. In *Proceedings of the 23ème colloque de métallurgie - Fluage, Fatigue-fluage, Action de l'environnement*. Masson.
- [Laird and Duquette, 1971] Laird, C. and Duquette, J. (1971). In *Corrosion Fatigue - Chemistry, Mechanisms and Microstructure*. NACE-2, page 88.
- [Langer, 1967] Langer, B. (1967). Design of pressure vessels for low cycle fatigue. *Journal of Basic Engineering*, page 107.

- [Leguillon, 2002] Leguillon, D. (2002). Strength or toughness ? a criterion for crack onset at a notch. *European Journal of Mechanics A/Solids*, 21 :61–72.
- [Li et al., 2006] Li, H., Nishimura, A., Li, Z., Nagasaka, T., and Muroga, T. (2006). Low cycle fatigue behavior of JLF-1 steel at elevated temperatures. *Fusion Engineering & Design*, 81 :241–245.
- [Lin et al., 1986] Lin, M., Fine, M., and Mura, T. (1986). Fatigue crack initiation on slip bands : theory and experiment. *Acta Metallurgica*, 34 :619–628.
- [Lindau et al., 2005] Lindau, R., Möslang, A., Rieth, M., Klimiankou, M., Materna-Morris, E., Alamo, A., Tavassoli, F., Cayron, C., Lancha, A., Fernandez, P., Baluc, N., Schäublin, R., Diegele, E., Filacchioni, G., Rensman, J., Schaaf, B., Lucon, E., and Dietz, W. (2005). Present development status of EUROFER and ODS-EUROFER for application in blanket concepts. *Fusion Engineering & Design*, 75-79 :989–996.
- [Lindau et al., 2002] Lindau, R., Möslang, A., and Schirra, M. (2002). Thermal and mechanical behaviour of the reduced-activation-ferritic-martensitic steel EUROFER. *Fusion Engineering & Design*, 61-62 :659–664.
- [Lloyd et al., 1977] Lloyd, G., Saunders, S., Kent, B., and Fursey, A. (1977). Breakaway oxydation of Fe-10%Cr and Fe-20%Cr at temperatures up to 600°C. *Applied Surface Science*, 17 :269–299.
- [Maday and Pilloni, 2005] Maday, M.-F. and Pilloni, L. (2005). Hydrogen effects on the tensile and fatigue properties of Eurofer'97. *Fusion Engineering & Design*, 75-79 :957–961.
- [Maile et al., 2000] Maile, K., klenk, A., Granacher, J., Schellenberg, G., and Tramer, M. (2000). Creep and creep-fatigue crack behavior of 1Cr- and 9Cr-steels. *Key Engineering Materials*, 171-174 :85–98.
- [Maillot, 2003] Maillot, V. (2003). *Amorçage et propagation de réseaux de fissures de fatigue thermique dans un acier inoxydable austénitique de type X2CrNi18-09 (AISI304L)*. PhD thesis, Ecole Centrale de Lille.
- [Man et al., 2004] Man, J., Petrevec, M., Obrtlík, K., and Polak, J. (2004). AFM and TEM study of cyclic slip localization in fatigued ferritic X10CrAl24 stainless steel. *Acta Materialia*, 52 :5551–5561.
- [Mannan and Valsan, 2004] Mannan, S. and Valsan, M. (2004). High temperature low cycle fatigue of steels and their welds. *Key Engineering Materials*, 274-276 :57–64.
- [Mannan and Valsan, 2006] Mannan, S. and Valsan, M. (2006). High-temperature low cycle fatigue, creep-fatigue and thermomechanical fatigue of steels and their welds. *International Journal of Mechanical Sciences*, 48 :160–175.
- [Manson, 1954] Manson, S. (1954). Behaviour of materials under conditions of thermal stress. *NACA*, page 2933.
- [McCartney, 2005] McCartney, L. (2005). Modelling scale failure in tension (fracture and spallation). *Materials at High Temperatures*, 22 :167–177.



- [Mottot, 2001] Mottot, M. (2001). Présentation des données japonaises obtenues en fatigue oligocyclique. Note Technique CEA/DEN/DMN/SRMA/2001-2445.
- [Mottot and Noblecourt, 2004] Mottot, M. and Noblecourt, M. (2004). Durée de vie en fatigue des aciers 9Cr-1Mo. Interaction fatigue-fluage. Avancement des études au 01/01/2004. Note technique CEA/DEN/DMN/SRMA/LC2M/NT/2004-2613.
- [Mura, 1994] Mura, T. (1994). A theory of fatigue crack initiation. *Materials Science & Engineering A*, 176 :61–70.
- [Murtaza and Akid, 2000] Murtaza, G. and Akid, R. (2000). Empirical corrosion fatigue life prediction models of a high strength steel. *Engineering Fracture Mechanics*, 67 :461–474.
- [Nagesha et al., 2002] Nagesha, A., Valsan, M., Kannan, R., Bhanu Sankara Rao, K., and Mannan, S. (2002). Influence of temperature on the low cycle fatigue behaviour of a modified 9Cr-1Mo ferritic steel. *International Journal of Fatigue*, 24 :1285–1293.
- [Nakamura et al., 1985] Nakamura, H., Murali, K., Minakawa, K., and McEvily, A. (1985). Fatigue crack growth in ferritic steels as influenced by elevated temperature and environment. *Microstructure and Mechanical behaviour of materials*, 1 :43–57.
- [Nikbin et al., 2003] Nikbin, K., Yatomi, M., Wasmer, K., and Webster, G. (2003). Probabilistic analysis of creep crack initiation and growth in pipe components. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 80 :585–595.
- [NIMS, 2002] NIMS (2002). Data sheets on long-term, high temperature low-cycle fatigue properties of ferritic heat-resisting steel plate (9Cr-2W).
- [Nishimura et al., 2000] Nishimura, A., Nagasaka, T., Inoue, N., Muroga, T., and Namba, C. (2000). Low cycle fatigue properties of a low activation ferritic steel (JLF-1) at room temperature. *Journal of Nuclear Materials*, 283-287 :677–680.
- [Nishimura et al., 2005] Nishimura, N., Komai, N., Hirayama, Y., and Masuyama, F. (2005). Japanese experience with steam oxidation of advanced heat-resistant steel tubes in power boilers. *Materials at High Temperatures*, 22 :3–10.
- [NRIM, 1991] NRIM (1991). Data sheets on elevated-temperature, time-dependent low-cycle fatigue properties of SUH616-B (12Cr-1Mo-1W-0.3V) heat-resisting steel bar.
- [NRIM, 1993] NRIM (1993). Data sheets on elevated-temperature, time-dependent low-cycle fatigue properties of ASTM A387 Grade 91 (9Cr-1Mo) steel plate for pressure vessels.
- [Ogata and Yamamoto, 1997] Ogata, T. and Yamamoto, M. (1997). High-temperature fatigue crack propagation property of Mod.9Cr-1Mo steel under vacuum and air conditions. *JSME International Journal*, 40 :283–289.
- [Okamura et al., 1999] Okamura, H., Ohtani, R., Saito, K., Kimura, K., Ishii, R., Fujiyama, K., Hongo, S., Iseki, T., and Uchida, H. (1999). Basic investigation for life assessment technology of modified 9Cr-1Mo steel. *Nuclear Engineering & Design*, 193 :243–254.

- [Osgerby, 2000] Osgerby, S. (2000). Oxide scale damage and spallation in P92 martensitic steel. *Microscopy of oxidation*, pages 307–310.
- [Osgerby et al., 2005] Osgerby, S., Berriche-Bouhanek, K., and Evans, H. (2005). Tensile cracking of a chromia layer on a stainless steel during thermal cycling with hold periods. *Materials Science & Engineering A*, 412 :182–190.
- [Osgerby and McCartney, 2002] Osgerby, S. and McCartney, L. (2002). Steam oxidation of 9-12Cr martensitic steels : characterisation and modelling the spalling of oxide scale. *Materials for advanced power engineering*, pages 1613–1620.
- [Ostwald and Grabke, 2004] Ostwald, C. and Grabke, H. (2004). Initial oxidation and chromium diffusion. I. Effects of surface working on 9-20% Cr steels. *Corrosion Science*, 46 :1113–1127.
- [Otsuka, 2005] Otsuka, N. (2005). Fracture behavior of steam-grown oxide scales formed on 2-12%Cr steels. *Materials at High Temperatures*, 22 :131–138.
- [Park et al., 2001] Park, J., Kim, S., and Lee, C. (2001). Effect of W addition on the low cycle fatigue behavior of high Cr ferritic steels. *Materials Science & Engineering A*, 298 :127–136.
- [Perkins and Bache, 2005] Perkins, K. and Bache, M. (2005). Corrosion fatigue of a 12%Cr low pressure turbine blade steel in simulated service environments. *International Journal of Fatigue*, 27 :1499–1508.
- [Petit and Sarrazin-Baudoux, 2006] Petit, J. and Sarrazin-Baudoux, C. (2006). An overview on the influence of the atmosphere environment on ultra-high-cycle fatigue and ultra-slow fatigue crack propagation. *International Journal of fatigue*, 28 :1471–1478.
- [Pillai et al., 2000] Pillai, S. R., Barasi, N., and Khatak, H. (2000). Behavior of oxide scale on 9Cr-1Mo steel under varying external stresses. *Oxidation of metals*, 53 :193–220.
- [Pineau, 1989] Pineau, A. (1989). Mechanisms of creep-fatigue interactions. *Advances in Fatigue Science and Technology*.
- [Quadackers et al., 2005] Quadackers, W., Ennis, P., Zurek, J., and Micahlik, M. (2005). Steam oxidation of ferritic steels - laboratory test kinetic data. *Materials at High Temperatures*, 22 :47–60.
- [Raj et al., 2004] Raj, B., Choudhary, B., and Singh Raman, R. (2004). Mechanical properties and non-destructive evaluation of chromium ferritic steels for steam generator application. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 81 :521–534.
- [RCC-MR, 1993] RCC-MR (1993). Design and construction rules for mechanical components.
- [Reuchet and Remy, 1983] Reuchet, J. and Remy, L. (1983). Fatigue Oxidation Interaction in a Superalloy - Application to life prediction in high temperature low cycle fatigue. *Metallurgical Transactions A*, 14 :141–149.
- [Riou, 2006] Riou, B. (2006). Creep-fatigue evaluation procedures for mod 9Cr-1Mo. Unpublished FRAMATOME ANP report.

- [Rémy et al., 2007] Rémy, L., Alam, A., Haddar, N., Koster, A., and Marchal, N. (2007). Growth of small cracks and prediction of lifetime in high-temperature alloys. *Materials Science & Engineering A*, in Press.
- [Robertson and Manning, 1990] Robertson, J. and Manning, M. (1990). Limits to adherence of oxide scales. *Materials Science and Technology*, 6 :81–90.
- [Rudge, 2005] Rudge, A. (2005). Steam oxidation and spallation in UK advanced gas-cooled reactors. *Materials at High Temperatures*, 22 :11–13.
- [Ruggles and Ogata, 1994] Ruggles, M. and Ogata, T. (1994). Creep-fatigue criteria and inelastic behavior of modified 9Cr-1Mo steel at elevated temperatures. Unpublished report : Electric Power research Institute, research Project 3030-10 (DOE-ERD-86-5860).
- [Sadananda and Shahinian, 1981] Sadananda, K. and Shahinian, P. (1981). pages 109–195. J. Gittus, Applied science publishers LTD.
- [Salapete et al., 2006] Salapete, R., Barlas, B., Massinon, D., Morin, G., Cailletaud, G., and Pineau, A. (2006). Modelling of fatigue damage in aluminium cylinder head. In *Proceedings of the ECF16 Conference, Fracture of Nano and Engineering Materials and Structures, Greece, Alexandroupolis*.
- [Schütze, 1985] Schütze, M. (1985). Deformation and cracking behaviour of protective oxide scales on heat-resistant steels under tensile strain. *Oxidation of metals*, 24 :199–232.
- [Schütze, 1988] Schütze, M. (1988). Stresses and decohesion of oxide scales. *Materials Science and Technology*, 4 :407–414.
- [Schütze, 1995] Schütze, M. (1995). Mechanical properties of oxide scales. *Oxidation of Metals*, 44.
- [Schütze, 1997] Schütze, M. (1997). *Protective oxide scales and their breakdown*. Institute of Corrosion and Wiley, Chichester, UK.
- [Schütze, 2000] Schütze, M. (2000). *Fundamentals of high temperature corrosion - Corrosion and environmental degradation*. Materials science and technology series. Wiley-VCH, New York.
- [Schütze, 2003] Schütze, M. (2003). Stress controlled mechanisms in the oxidation of metallic alloys. *Journal of corrosion science and engineering*, 6 :H067.
- [Schütze, 2005] Schütze, M. (2005). Modelling oxide scale fracture. *Materials at High Temperatures*, 22 :147–154.
- [Schütze et al., 2001] Schütze, M., Ito, S., Przybilla, W., Echsler, H., and Bruns, C. (2001). Test methods and data on the mechanical properties of protective oxide scales. *Materials at High Temperatures*, 18 :39–50.
- [Schütze et al., 2005] Schütze, M., Rensch, D., and Schorr, M. (2005). Chemical-mechanical failure of oxide scales on 9% Cr steels in air with  $H_2O$ . *Materials at High Temperatures*, 22 :113–120.

- [Shankar et al., 2006] Shankar, V., Valsan, M., Bhanu Sankara Rao, K., Kannan, R., Man-  
nan, S., and Pathak, S. (2006). Low cycle fatigue behavior and microstructural evolu-  
tion of modified 9Cr-1Mo ferritic steel. *Materials Science & Engineering A*, 437 :413–  
422.
- [Shen et al., 1966] Shen, H., Podlasek, S., and Kramer, I. (1966). Effect of vacuum on  
the fatigue life of aluminium. *Acta Metallurgica*, 14 :341–346.
- [Singh Raman et al., 1994] Singh Raman, R., Laha, K., Gnanamoorthy, J., and Roy, S.  
(1994). Oxidation behavior of microstructurally-different regions in the weldment of  
9Cr-1Mo steel. *Oxidation of Metals*, 42.
- [Singh Raman and Tyagi, 1994] Singh Raman, R. and Tyagi, A. (1994). Secondary  
ion mass spectrometry and scanning electron microscopy analysis of grain boundary  
oxides in 9Cr-1Mo steel and influence of grain size on scale spalling. *Materials Science  
and Technology*, 10 :27–34.
- [Skelton, 2005] Skelton, R. (2005). Cyclic crack growth properties of service-exposed  
ferritic steels for use in thermal fatigue assessments. *Materials at High Temperatures*,  
22 :129–146.
- [Skelton and Bucklow, 1978] Skelton, R. and Bucklow, J. (1978). Cyclic oxidation and  
crack growth during high strain fatigue of low alloy steel. *Metal Science*.
- [Sklenicka et al., 2003] Sklenicka, V., Kucharova, K., Svoboda, M., Kloc, L., Bursik, J.,  
and Kroupa, A. (2003). Long-term creep behavior of 9-12%Cr power plant steels.  
*Materials Characterization*, 51 :35–48.
- [Stobbs et al., 1986] Stobbs, W., Newcomb, S., and Metcalfe, E. (1986). A microstructu-  
ral study of the oxidation of Fe-Ni-Cr alloys. II 'Non-protective' oxide growth. *Philo-  
sophical Transactions of the Royal London Society*, A319 :219–247.
- [Sugiura et al., 1994] Sugiura, T., Ishikawa, A., Nakamura, T., and Asada, Y. (1994). For-  
mulation of air environmental effect on creep-fatigue interaction. *Nuclear Engineering  
& Design*, 153 :87–95.
- [Suresh, 1998] Suresh, S. (1998). *Fatigue of Materials*. Cambridge University Press,  
UK.
- [Swindeman et al., 2004] Swindeman, R., Santella, M., Maziasz, P., Roberts, B., and Co-  
leman, K. (2004). Issues in replacing Cr-Mo steels and stainless steels with 9Cr-1Mo-V  
steel. *Pressure Vessels and Piping*, 81 :507–512.
- [Taguchi et al., 1993] Taguchi, K., Ueta, M., Douzaki, K., Sukekawa, M., Koto, H., and  
Asada, Y. (1993). Creep-fatigue life prediction for modified 9Cr-1Mo steel. High  
temperature service and time-dependent failure, ASME, PVP conference.
- [Takahashi, 2007] Takahashi, Y. (2007). Development of analytical life estimation me-  
thod for high-chromium ferritic steels. 4<sup>th</sup> report : acquisition of long-term data and  
re-evaluation of creep-fatigue life prediction method. CRIEPI, Q05023.
- [Tanaka and Mura, 1981] Tanaka, K. and Mura, T. (1981). *Journal of Applied Mecha-  
nics*, 48 :97–103.

- [Tavassoli et al., 1997] Tavassoli, A., Mottot, M., Bretherton, I., and Wareing, J. (1997). Fatigue and creep-fatigue failure in wrought modified 9Cr-1Mo ferritic steel. Report AEA Technology -AEAT-0539.
- [Taylor et al., 1980] Taylor, M., Calvert, J., Lees, D., and Meadowcroft, D. (1980). The mechanism of corrosion of Fe-9%Cr alloys in carbon dioxide. *Oxidation of Metals*, 14.
- [Thompson et al., 1956] Thompson, N., Wedsworth, N., and Louat, N. (1956). *Philosophical Magazine*, 1 :113.
- [Timoshenko and Gere, 1961] Timoshenko, S. and Gere, J. (1961). *Theory of Elastic Stability*. Engineering Societies monographs, McGraw-Hill book company, New York, USA.
- [Tokei et al., 2000] Tokei, Z., Viefhaus, H., and Grabke, H. (2000). Initial stages of oxidation of a 9CrMoV-steel : role of segregation and martensite laths. *Applied Surface Science*, 165 :23–33.
- [Tomkins, 1968] Tomkins, B. (1968). *Philosophical Magazine*, 18 :1041–1066.
- [Ullmaier and Schmitz, 1989] Ullmaier, H. and Schmitz, W. (1989). Lifetime of MANET steel in load-cycling tests in vacuum at 20 and 550°C. *Journal of Nuclear Materials*, 169 :233–240.
- [Vasina et al., 1995] Vasina, R., Lukas, P., Kunz, L., and Sklenicka, V. (1995). Interaction of high cycle fatigue and creep in 9%Cr-1Mo steel at elevated temperature. *Fatigue Fract. Engng Mater. Struct.*, 18 :27–35.
- [Verleene et al., 2006] Verleene, A., Vogt, J.-B., Serre, I., and Legris, A. (2006). Low cycle fatigue behaviour of T91 martensitic steel at 300°C in air and in liquid lead bismuth eutectic. *International Journal of Fatigue*, 28 :843–851.
- [Wareing and Tavassoli, 1995] Wareing, J. and Tavassoli, A. (1995). Assessment of martensitic steels for advanced fusion reactors. In *Proceedings of SMIRT 13, Brésil*.
- [Weiss, 1992] Weiss, J. (1992). *Endommagement en viscoplasticité cyclique sous chargement multiaxial à haute température d'un acier inoxydable austénitique*. PhD thesis, Ecole des Mines de Paris.
- [Wells et al., 1975] Wells, C., Follansbee, P., and Dils, R. (1975). Mechanisms of dynamic degradation of surface oxides. Proceedings of symposium of the TMS-AIME meeting, Detroit, Michigan.
- [Wood, 1981] Wood, D. (1981). Effects of sodium on the creep behaviour of some structural steels. Proceedings of the 23ème colloque de métallurgie - Fluage, Fatigue-fluage, Action de l'environnement. Masson.
- [Woodford and Bricknell, 1981] Woodford, D. and Bricknell, R. (1981). Air embrittlement of a cobalt-base superalloy. *Metallurgical Transactions A*, pages 1945–1949.
- [Wu and Katada, 2004] Wu, X. and Katada, Y. (2004). Influence of cyclic strain rate on environmentally assisted cracking behavior of pressure vessel steel in high-temperature water. *Materials Science & Engineering A*, 379 :58–71.

- [Yaguchi et al., 1995] Yaguchi, M., Okamoto, Y., Nakamura, T., and Asada, Y. (1995). Creep-fatigue interaction of modified 9Cr-1Mo steel in a very high vacuum environment and experimental analysis of overstress. *JSME International journal*, 38 :220–225.
- [Yi et al., 2006] Yi, Y., Lee, B., Kim, S., and Jang, J. (2006). Corrosion and corrosion fatigue behaviors of 9Cr steel in a supercritical water condition. *Materials Science & Engineering A*, 429 :161–168.
- [Yoon et al., 2002] Yoon, H., Lee, S., Min, B., Kim, S., Katoh, Y., and Kohyama, A. (2002). Fatigue life and fatigue crack propagation behavior of JLF-1 steel. *Fusion Engineering & Design*, 61-62 :677–682.
- [Zurek et al., 2004] Zurek, J., Wessel, E., Niewolak, L., Schmitz, F., Kern, T., Singheiser, L., and Quadakkers, W. (2004). Anomalous temperature dependence of oxidation kinetics during steam oxidation of ferritic steels in the temperature range 550-650°C. *Science*, 46 :2301–2317.

# Conclusions et perspectives

Les aciers contenant de 9 à 12% de chrome présentent, après une trempe suivie d'un traitement de revenu, une microstructure dite de martensite revenue. Cette dernière se compose d'anciens grains austénitiques, d'un diamètre d'environ 15 à 20  $\mu m$  (dans le cas de la nuance étudiée), au sein desquels plusieurs échelles sont imbriquées (paquets de lattes, bloc de lattes, lattes, ...) la plus fine d'entre elles étant celle des sous-grains dont la dimension caractéristique est de l'ordre de 400  $nm$ . Le faible coefficient de dilatation thermique et la forte conductivité thermique des aciers à 9-12%Cr, associés à un coût moins élevé que celui des aciers inoxydables austénitiques, en font des matériaux de choix pour les applications à haute température des futurs réacteurs nucléaires. Néanmoins, l'extrême finesse et l'instabilité de leur microstructure, associées à des sollicitations en service complexes (fatigue, fluage, relaxation, température élevée, ...), rendent indispensable une meilleure compréhension des mécanismes physiques de déformation et d'endommagement afin d'être à même de prévoir leur comportement et leur durée de vie, et ce, dès l'étape de dimensionnement.

C'est dans cette optique que le présent mémoire de thèse rapporte l'ensemble des résultats obtenus au cours des trois dernières années concernant, d'une part, le comportement cyclique des aciers à 9-12%Cr et, d'autre part, l'endommagement et la durée de vie de ces derniers, sous des sollicitations de fatigue et de fatigue-fluage. Outre nos propres résultats, j'ai essayé, par le biais d'une revue bibliographique détaillée, de faire le point sur l'ensemble des connaissances et données actuellement disponibles concernant ces aciers.

Une partie des résultats obtenus au cours de cette thèse a déjà été publiée sous la forme de quatre articles parus (ou à paraître) en revue internationale avec comité de lecture ainsi que de quatre actes de congrès.

## **3.1 Etude du comportement cyclique et évolutions micro-structurales.**

En termes de comportement, l'adoucissement observé après déformation cyclique, et largement rapporté dans la littérature, a pu être clairement relié au grossissement

de la microstructure et à la chute de la densité de dislocations. En effet, si, en fluage, l'instabilité des microstructures martensitiques est bien connue, notre étude a permis, grâce à l'utilisation conjointe de nombreuses techniques d'observation, de quantifier précisément ce phénomène en fatigue-fluage et de le relier à la perte de résistance mécanique observée. Ce sont la disparition de l'ensemble des sous-joints, situés à l'intérieur des blocs de lattes de la martensite revenue et la diminution de la densité de dislocations, qui entraînent une chute de la contrainte cinématique, expliquant ainsi l'adoucissement macroscopique. Une telle perte de résistance mécanique est évidemment importante et doit être prise en compte dès l'étape de dimensionnement. Les essais menés ont montré que même de très faibles niveaux de déformation cyclique étaient suffisants pour modifier la microstructure de ces aciers et mener à une dégradation de leurs propriétés mécaniques vis-à-vis de leur comportement cyclique et en fluage. Si l'EBSD sur MEB conventionnel permet de constater indirectement le grossissement de la microstructure, seules les mesures faites au MET ont permis de quantifier ce dernier. L'exploration de plusieurs niveaux de déformation et de plusieurs temps de maintien ont montré que, plus la déformation viscoplastique imposée à chaque cycle est élevée, plus le grossissement microstructural est prononcé et homogène.

Des essais séquentiels (prédéformation de fatigue suivie d'un essai de fluage), ainsi que l'étude des phases de fluage des essais de fatigue-fluage, montrent que la destruction de la microstructure martensitique lors de sollicitations cycliques modifie significativement la résistance au fluage de ces aciers. En effet, une fois leur microstructure modifiée en fatigue, les aciers à 9-12%Cr fluent plus vite et présentent des durées de vie plus courtes. De telles modifications des propriétés mécaniques ne sont pas prises en compte, à l'heure actuelle, dans les codes de dimensionnement. Notre étude a mis en évidence le fait que les essais de fatigue-fluage permettent, en l'espace de quelques jours, de faire grossir la microstructure (à l'exception de l'état de précipitation qui n'est pas modifié) et de lui donner la même taille que celle obtenue après plusieurs années de sollicitations en fluage. Ils offrent donc la possibilité de mener des "essais accélérés" afin d'étudier les propriétés mécaniques (ductilité, résilience, fluage,...) des aciers martensitiques telles qu'elles seront après plusieurs années en service. En outre, dans la mesure où un faible adoucissement cyclique augure favorablement d'une bonne résistance au fluage (puisque'il témoigne d'une stabilité microstructurale accrue), les essais de fatigue peuvent aussi servir, pour ces aciers, comme essais de sélection (lorsque plusieurs nuances sont à l'étude) avant de lancer des campagnes, longues et coûteuses, d'essais de fluage.

C'est sur la base des évolutions de microstructure observées et quantifiées qu'une modélisation micromécanique du comportement des aciers à 9-12%Cr a été proposée. Cette dernière simule le grossissement de la microstructure par le biais d'un mécanisme très simple d'annihilation entre les dislocations mobiles et les dislocations formant les joints de faible désorientation. Les résultats obtenus sont très encourageants dans le sens où ils permettent, à l'heure actuelle, de reproduire l'amplitude de l'adoucissement en fatigue pure (la chute de contrainte totale en fin d'essai), mais aussi sa cinétique, et ce, pour une



large plage d'amplitudes de déformation ( $0.4 \leq \Delta \varepsilon_t \leq 1\%$ ). Si l'on considère le faible nombre de paramètres "ajustables" utilisés, de tels résultats sont très prometteurs et autorisent une certaine confiance dans les extrapolations obtenues à partir de ce modèle. Si les premiers résultats en fatigue-relaxation montrent que la formulation proposée est toujours pertinente, ils soulignent aussi que d'autres mécanismes physiques (montée, glissement dévié, ancrage des joints par les précipités,...) devront être pris en compte à l'avenir.

## 3.2 Endommagement et durée de vie.

En termes d'endommagement et de durée de vie, notre étude a montré, en accord avec la revue bibliographique présentée, qu'en fatigue, comme en fatigue-relaxation (entre 20 et 600°C), la déformation (visco)plastique appliquée est le principal facteur influençant la durée de vie des aciers à 9-12%Cr. De ce fait, la plupart des résultats obtenus peuvent être correctement modélisés par une loi de Manson-Coffin usuelle. Néanmoins, le dispositif expérimental particulier développé au SRMA et permettant de mener, par le biais d'un changement d'asservissement, des essais de fatigue-fluage (la phase de cyclage est pilotée en déformation, alors que c'est bien la contrainte qui est constante lors de la phase de maintien), a mis en évidence que, au delà d'une certaine déformation et pour des temps de maintien suffisamment longs, les durées de vie mesurées sont significativement plus courtes que celles prévues par une loi de Manson-Coffin. Ceci suggère l'apparition d'un mécanisme d'endommagement supplémentaire. Par ailleurs, dans certaines conditions, les temps de maintien en compression s'avèrent plus néfastes que les temps de maintien en traction. Une telle différence va à l'encontre de l'intuition dans le sens où, la réduction de durée de vie en fatigue-fluage est fréquemment expliquée par l'interaction entre les cavités de fluage (qui ne peuvent, a priori, que se former en traction) et les fissures de fatigue, ces dernières se propageant ainsi dans un milieu endommagé.

L'ensemble de ces résultats a pu être expliqué grâce à une campagne d'observations détaillées des mécanismes d'endommagement. Il s'avère qu'à 550°C et pour les niveaux de sollicitation testés, quasiment aucun endommagement de fluage classique (cavitation ou fissuration intergranulaire), n'a pu être observé. En outre, à cette température, l'oxydation joue un rôle primordial, tant sur l'amorçage que sur la propagation des fissures. Deux principaux mécanismes d'endommagement, résultant de deux types d'interactions différentes entre fatigue, fluage et oxydation, ont ainsi pu être mis en évidence. Dans un cas, l'amorçage des fissures se produit au sein de la couche d'oxyde, rompant cette dernière et permettant à l'oxygène de pénétrer en pointe de fissure. Cette pénétration en pointe de fissure endommage les joints de la microstructure, facilitant ainsi la propagation de ces dernières. En outre, le phénomène de rupture de la couche d'oxyde étant répété tout au long de l'essai, un grand nombre de fissures s'amorcent et se propagent, menant ainsi à une rupture par coalescence de plusieurs fissures macroscopiques. A l'inverse, l'autre mode d'endommagement consiste en un amorçage qui procède par des mécanismes plus classiques (extrusions/intrusions, défauts de surface,...),

même s'il est probablement accéléré par la présence d'une couche d'oxyde. Dans ce cas une seule fissure macroscopique mène à la rupture finale. Des essais menés sous différentes atmosphères (sous vide et sous hélium) ont permis de valider ces mécanismes en soulignant l'influence majeure de l'environnement.

Ces deux types d'endommagement correspondent chacun à un domaine de sollicitation (amplitude de déformation, temps de maintien) qui a grossièrement été délimité à l'aide des observations effectuées. Un schéma de prédiction de durée de vie, basé sur le modèle de Tanaka et Mura pour la phase d'amorçage et sur celui de Tomkins pour la phase de propagation a été proposé. Afin d'identifier les paramètres de ces modèles, des mesures de vitesse de propagation de petites fissures ont été conduites au Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris. Le dispositif de suivi optique mis en place a permis, sur une éprouvette de fatigue classique, de mesurer les vitesses de propagation dans le domaine élastoviscoplastique (en fatigue et fatigue-relaxation). Identifié sur un faible nombre d'essais (5 essais de vitesse de propagation de petites fissures<sup>10</sup> et quelques essais de fatigue pure à un niveau de déformation donné), ce modèle permet de prédire avec précision (à un facteur 2 près, ce qui est usuellement considéré comme barre d'erreur en fatigue-fluage), l'ensemble des durées de vie de fatigue, fatigue-relaxation et fatigue-fluage, obtenues à 550°C. La différence entre temps de maintien en traction et temps de maintien en compression est, elle aussi, reproduite. En outre, les mécanismes d'endommagement sur lesquels ce modèle se base sont, au vu des résultats de la littérature, pertinents sur une large gamme de températures, de niveaux de déformation et de temps de maintien. Ceci permet d'extrapoler, en température (dans le cas de la fatigue pure), notre modèle de manière très satisfaisante comme nous avons pu le vérifier.

### 3.3 Perspectives.

#### 3.3.1 Modélisation du comportement.

L'amélioration de ce modèle d'adoucissement ne pourra se faire que par le biais d'études détaillées au MET, visant à quantifier l'occurrence de phénomènes, à l'heure actuelle négligés, tels que le glissement dévié, ou encore la montée des dislocations. De telles observations, couplées à des calculs de Dynamique Discrète des Dislocations, permettront de mieux prendre en compte la résistance des joints, mais aussi de quantifier les diverses interactions possibles entre dislocations mobiles et joints faiblement désorientés. Nous disposerons alors d'une base physique beaucoup plus complète et fiable sur laquelle fonder notre modélisation micromécanique, affinant ainsi la démarche multi-échelles proposée ici. D'autres schémas d'homogénéisation, exempts de paramètres phénoménologiques, pourront alors être mis en place afin de minimiser le nombre de coefficients ajustables, rendant ce modèle d'autant plus extrapolable.

<sup>10</sup>d'un diamètre initial de un millimètre.

### 3.3.2 Prédiction des durées de vie.

Le modèle de durée de vie proposé permet de reproduire l'ensemble des durées de vie de notre base de données. Néanmoins, la connaissance du comportement (plus précisément de la contrainte et de la déformation (visco)plastique à mi-durée de vie) est requise afin d'obtenir des prédictions fiables et représentatives de la solution réelle. Il faudra donc, à terme, coupler ce modèle de durée de vie avec le modèle de comportement évoqué précédemment. Par ailleurs, afin de mieux appréhender la phase d'amorçage de l'endommagement, des essais de propagation sur des fissures encore plus courtes devront être menés afin de vérifier la validité de nos hypothèses<sup>11</sup>.

En outre, les domaines de sollicitations liés aux deux types d'endommagement décrits précédemment sont pour l'instant connus de manière uniquement empirique. Pour déterminer théoriquement la position de la frontière qui les sépare, une bien meilleure connaissance des propriétés mécaniques et de la nature des défauts des couches d'oxyde est nécessaire. Ceci implique que des caractérisations expérimentales plus fines des couches d'oxyde, mais aussi l'utilisation de calculs par éléments finis, seront des étapes indispensables afin de rendre notre modèle totalement prédictif.

### 3.3.3 Extrapolations aux sollicitations en service.

L'étude menée, ainsi que la majeure partie des données disponibles dans la littérature, diffèrent des sollicitations réelles, au sein des futures centrales nucléaires, sur deux principaux points. Tout d'abord, les fluides caloporteurs des réacteurs de génération IV seront très probablement de l'hélium ou du sodium. Or la plupart de nos résultats ont été obtenus sous air ambiant. En outre, les durées de vie visées sont de l'ordre de 60 ans, avec des sollicitations comportant de très longues phases de maintien (de l'ordre du mois), alors que les essais de fatigue-fluage dont nous disposons n'ont jamais dépassé 3 mois et se limitent à des maintiens de l'ordre de l'heure. Afin de pouvoir extrapoler nos résultats aux conditions en service, il est donc primordial de vérifier si les mécanismes physiques que nous avons identifiés, tant en termes de comportement qu'en termes d'endommagement, restent pertinents dans d'autres environnements et pour des durées beaucoup plus élevées.

Pour apporter de premiers éléments de réponse quant au caractère extrapolable de nos résultats, des essais sous vide, mais aussi sous atmosphère d'hélium, ont été menés. Ils montrent que les durées de vie obtenues sous air sont conservatives par rapport à celles

---

<sup>11</sup>Pour l'instant, la taille de la fissure à l'issue de la phase d'amorçage est arbitrairement fixée à 50  $\mu\text{m}$ . L'hypothèse sous-jacente est, qu'à partir de cette dimension, les vitesses de propagation mesurées sur des fissures millimétriques sont pertinentes. Ceci doit évidemment être vérifié, l'influence de l'oxydation devant, par ailleurs, être d'autant plus prépondérante que la fissure est courte.

obtenues sous ces autres atmosphères oxydantes. Cependant, à l'heure actuelle, aucune donnée n'est disponible, dans la littérature ouverte, concernant les environnements réducteurs<sup>12</sup>, pouvant notamment entraîner des phénomènes de décarburation. Il paraît donc indispensable de lancer des essais sous des atmosphères plus représentatives, afin de vérifier la pertinence des mécanismes d'endommagement identifiés sous air.

Afin d'explorer le domaine des sollicitations avec très longs temps de maintien, quelques essais de fluage cyclique ont été menés au cours de cette étude. Ils mettent notamment en évidence que, en l'absence de déformation (visco)plastique liée au cyclage, les phases de chargement-déchargement n'ont que peu d'effet sur la durée de vie et le comportement en fluage. Ceci doit évidemment être vérifié dans le domaine des faibles contraintes (qui n'a pas été testé ici) et l'utilisation d'éprouvettes entaillées semble prometteuse afin d'appliquer (toujours à l'aide de machines de fluage) une déformation (visco)plastique lors des phases de cyclage. La mise en place de ces essais sur éprouvettes entaillées nécessitera, elle aussi<sup>13</sup>, de disposer d'un modèle de comportement performant. En outre, pour des sollicitations de très longue durée, les niveaux et les vitesses de déformation imposés seront beaucoup plus faibles que ceux testés à l'heure actuelle. Ainsi, des données de vitesse de propagation de fissures dans le domaine de la fatigue à grand nombre de cycles, mais aussi la prise en compte des phénomènes d'endommagement intergranulaire, seront indispensables afin de dimensionner les composants sur de telles échelles de temps. Les données dont nous disposons actuellement à 550°C permettent simplement une grossière estimation de la contrainte en deçà de laquelle l'apparition d'endommagement intergranulaire devient très probable. Celle-ci est estimée à environ 200MPa à 550°C. En outre, la stabilité de l'état de précipitation est aussi primordiale lors de longues sollicitations. L'apparition de nouvelles phases (précipitation de phase Z notamment) étant généralement considérée comme une source majeure d'endommagement en fluage pour les nuances plus avancées.

### 3.3.4 Amélioration des nuances.

Les modèles proposés dans le cadre de notre étude s'appuient sur l'identification des mécanismes physiques, de déformation et d'endommagement, afin de proposer des prédictions concernant le comportement cyclique mais aussi la durée de vie en fatigue-fluage. L'étude bibliographique menée permet de raisonnablement supposer que ces mécanismes, identifiés sur un acier P91, sont pertinents pour la plupart des aciers martensitiques de la famille des 9-12%Cr. De manière générale la microstructure des aciers martensitiques est instable et se détériore sous sollicitations cycliques à haute température, menant à des propriétés dégradées en fatigue comme en fluage. Les nuances les plus avancées, à l'heure

<sup>12</sup>Qu'il s'agisse du sodium ou de l'hélium, c'est la nature et la quantité des impuretés qui déterminent le caractère oxydant ou réducteur de l'environnement.

<sup>13</sup>Un calcul de structure est, en effet, nécessaire afin d'estimer la déformation viscoplastique réellement imposée en fond d'entaille.

actuelle, se basent sur une fine précipitation stable en température et dans le temps, voire sur l'ajout de nano-particules d'oxyde (aciers ODS obtenus par métallurgie des poudres). La structure de dislocations et les joints faiblement désorientés semblent être épinglés par ces fins précipités et oxydes, menant à un adoucissement moins prononcé et à une résistance au fluage améliorée. Les techniques expérimentales mises en oeuvre<sup>14</sup> au cours de la présente étude semblent particulièrement pertinentes afin de statuer quant à la stabilité de ces nuances<sup>15</sup> lors des sollicitations en service.

---

<sup>14</sup>Une prédéformation de fatigue-fluage afin de déstabiliser la structure de dislocations, éventuellement suivie de vieillissements à plus haute température, permettrait de tester la résistance des joints ainsi que la stabilité de l'état de précipitation. En outre, afin de caractériser ces évolutions microstructurales, des observations aux diverses échelles explorées lors de notre étude sont nécessaires.

<sup>15</sup>Cette dernière est pour l'instant uniquement prouvée pour des sollicitations de courte durée.



## **Annexe A**

# **Analysis of the hysteresis loops of a martensitic steel. Part I : Study of the influence of strain amplitude and temperature under pure fatigue loadings using an enhanced stress partitionning method**

*Cet article a été publié sous la référence :  
B. Fournier, M. Sauzay, C. Caës, and M. Mottot  
Materials Science & Engineering A, 437, 183-196, 2006.*

## A.1 abstract

In order to identify the microstructural mechanisms leading to the softening effect usually presented by martensitic steels under cyclic loadings (with or without hold times), a study of the cyclic stress partition is presented. As the usual stress partitioning methods were found to be inadequate in the present case, a new method based both on Cottrell's method and on the Statistical Process Control principles, is proposed. This new method is used to distinguish between the kinematic, the isotropic and the viscous parts of the cyclic stress. The evolutions of these different stresses are evaluated for several strain amplitudes and temperatures under pure fatigue loading in this first part. It is shown that the softening effect is mainly due to a decrease of the backstress : the higher the strain amplitude, the stronger and the faster the softening effect. The isotropic stress is found to be independent of the strain amplitude, but increases when the temperature decreases. Whereas the viscous stress represents a large part of the total stress at 823K, it becomes almost negligible below 673K. These results are finally linked to the microstructural coarsening previously observed and modelled. Therefore the decrease of the kinematic stress can be related to grain size effect.

## A.2 Introduction.

The 9-12%Cr martensitic steels were initially introduced to meet the need of an increased thermal efficiency in advanced power generation systems [Swindeman et al., 2004]. In this family of steels, the modified 9Cr1Mo was selected because of its high thermal conductivity and low thermal expansion coefficient. In addition, its improved resistance to stress-corrosion cracking [Swindeman et al., 2004, Gieseke et al., 1993] makes it a better candidate than usual austenitic steels for water-steam systems. Typical operating conditions require temperatures between 673K and 873K and the repeated start- and stop operations lead to cyclic loadings. Martensitic steels submitted to these fatigue or creep-fatigue loadings [Gieseke et al., 1993, Kim and Weertman, 1988, Nagesha et al., 2002, Kunz and Lukas, 2001, Aoto et al., 1994, Armas et al., 2002, Yaguchi and Takahashi, 2005, Kruml and Polak, 2001] and more generally polycrystalline materials having small grain sizes [Agnew and Weertman, 1998, Mughrabi et al., 2004, Meyers et al., 2005, Kim et al., 2003] are known to soften. A practical way to identify the physical mechanisms responsible for softening consists in the study of the stress partition. The distinction between the isotropic stress (R), the backstress (X) and the viscous stress ( $\sigma_v$ ) is used in several well-known models [Lemaitre and Chaboche, 1987, Delobelle and Oytana, 1984, Delobelle and Oytana, 1986]. This partition has already proved to be an efficient tool to investigate the mechanisms responsible for the mechanical behaviour in fatigue [Sommer et al., 1998, Kuhlmann-Wilsdorf and Laird, 1979, Sauzay et al., 2004, Polak et al., 2001a, Polak et al., 1996, Polak et al., 2001b, Fardoun et al., 1997, Polak and Klesnil, 1984, Polak et al., 2002, Risbet et al.,



2001, Challenger and Vining, 1983] or creep [Argon and Takeuchi, 1981, Morris and Martin, 1984, Gaudin and Feaugas, 2004]. Generally speaking the backstress is the directional component of the stress which corresponds to long range interactions with dislocations. It can result for instance from microstructural barriers [Gibeling and Nix, 1980] or strain incompatibilities. The effective stress ( $R + \sigma_v$ ) is an isotropic component and corresponds to the stress required to move a dislocation locally [Feaugas, 1999a]. More recently, this partition was used in combination with extensive TEM analysis [Gaudin and Feaugas, 2004, Feaugas, 1999a, Feaugas, 1999b, Feaugas and Gaudin, 2001] to obtain phenomenological informations on grain size effect [Haddou et al., 2001], damage [Guillemer-Neel et al., 2000] and toughness [Helbert et al., 1999]. These studies were carried out on fcc [Delobelle and Oytana, 1984, Delobelle and Oytana, 1986, Sauzay et al., 2004, Risbet et al., 2001, Feaugas, 1999b, Haddou et al., 2001], bcc [Polak et al., 2001a, Polak et al., 1996, Polak et al., 2001b, Guillemer-Neel et al., 2000, Helbert et al., 1999] and hcp [Beranger et al., 1993, Feaugas and Clavel, 1997] polycrystals. To complete this macroscopic approach, TEM observation are often necessary, as shown in studies of softening in titanium alloys (e.g.) [Beranger et al., 1993, Feaugas and Clavel, 1997].

Following this approach, several fatigue tests were run at different strain amplitudes and temperatures to identify the microstructural mechanisms responsible for the softening effect observed on the modified 9Cr1Mo steel. In addition to previous microstructural investigations [Sauzay et al., 2005, Fournier et al., 2005], the partition of the cyclic stress between isotropic stress ( $R$ ), backstress ( $X$ ) and viscous stress ( $\sigma_v$ ) is studied.

Two usual methods are first applied on the hysteresis loops of the modified 9Cr1Mo tested at high temperature to distinguish between the different components of the cyclic stress. Then a new method is proposed to solve the stability issues encountered while using these methods in this particular case. This new method is designed to be useful for all highly viscous materials. It is based on both the well-known partition scheme of Cottrell and the Statistical Process Control principles is used to obtain the evolution of the cyclic stress components in all testing conditions. These evolutions are finally discussed in terms of physical phenomena.

## A.3 Existing methods for the analysis of fatigue hysteresis loops

### A.3.1 Cottrell's method.

As pointed out by Feaugas [Feaugas, 1999a, Feaugas, 2003], there are numerous experimental methods designed to extract the three components of the stress ( $X$ ,  $R$  and  $\sigma_v$ ) [Delobelle and Oytana, 1984, Delobelle and Oytana, 1986, Blum and Finkel, 1982] (successive relaxation tests, successive unloadings, instantaneous changes in strain rate,...). Nevertheless, most of these methods allow the extraction of only one of these

three components and the they do not always clearly make the distinction between the different phenomena. This leads to measurements quite complex to analyse in terms of X, R and  $\sigma_v$ . According to Feaugas [Feaugas, 1999a, Feaugas, 2003], the most rigorous method is based on the study of the cyclic hysteresis loops, as proposed by Cottrell [Cottrell, 1953]. This method is illustrated in figure A.1. The underlying physical reasons leading to this partition scheme are widely detailed in reviews [Kuhlmann-Wilsdorf and Laird, 1979, Feaugas, 2003, Mughrabi and Ungar, 2003].

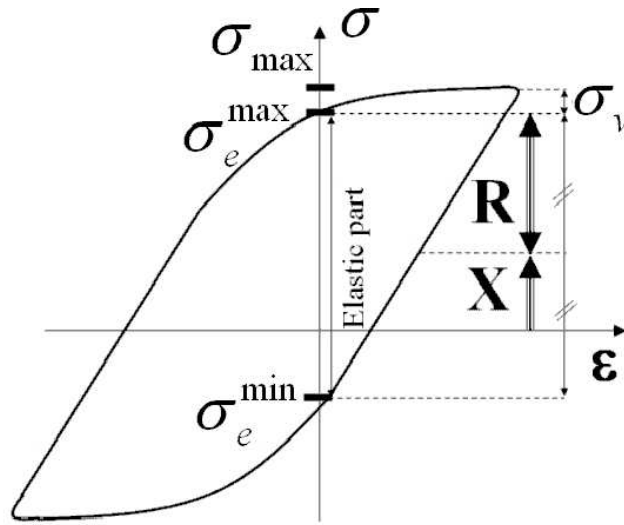


FIG. A.1 : Cottrell's partition of the cyclic stress between the isotropic stress (R), the backstress (X) and the viscous stress  $\sigma_v$ .

This method was completed by Kuhlmann-Wilsdorf & Laird [Kuhlmann-Wilsdorf and Laird, 1979] and by Handfield & Dickson [Dickson et al., 1983, Dickson et al., 1984, Handfield et al., 1985] and remains widely used [Delobelle and Oytana, 1986, Feaugas, 1999a, Morrison et al., 2001]. It consists in extracting the linear (elastic) part of the half hysteresis loop and the three components are obtained thanks to the following formulae :

$$X = \frac{\sigma_e^{max} + \sigma_e^{min}}{2} \quad (A.1)$$

$$\sigma_v = \sigma_{max} - \sigma_e^{max} \quad (A.2)$$

$$R = \frac{\sigma_e^{max} - \sigma_e^{min}}{2} \quad (A.3)$$

where  $\sigma_{max}$ ,  $\sigma_e^{max}$ ,  $\sigma_e^{min}$  are respectively, the peak stress, the upper and lower bounds of the elastic part of the half hysteresis loop, as defined in figure A.1.

Practically speaking the technique consists in extracting all the data points located between two parallel lines (with a slope equal to Young's modulus) shifted by an *offset* parameter. Once the linear part is extracted, the stress components are calculated thanks to equations (A.1,A.2,A.3), as illustrated in figure A.2. Whether the slope of these lines is set *a priori* to the monotonic Young's modulus or calculated as an effective Young's modulus at each cycle (however, to the authors knowledge, there has been no clear procedure published to calculate it), all the usual alternatives require the use of a strain *offset* parameter.

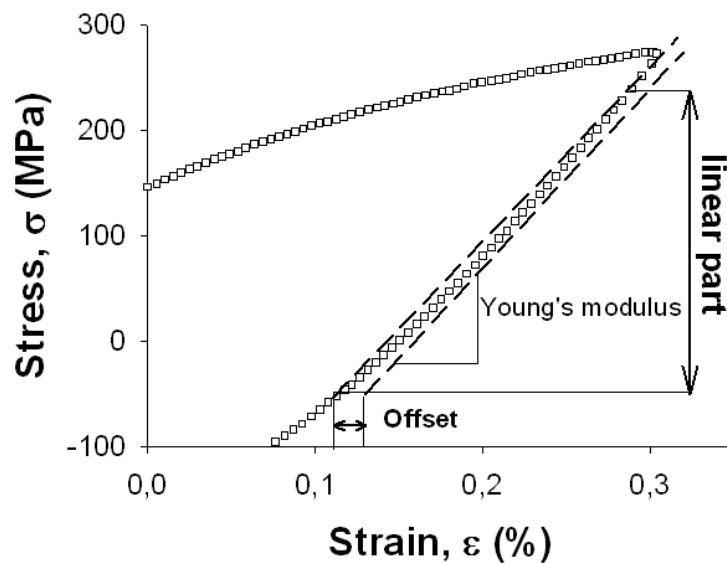


FIG. A.2 : Detection technique of the linear part usually used in Cottrell's partition scheme.

### A.3.2 Polak's method.

Another way to obtain the values for each part of the cyclic stress was proposed by Polak [Polak et al., 2001a, Polak et al., 1996, Polak et al., 2001b, Polak and Klesnil, 1984, Polak et al., 2002]. It is based on Masing's assumption [Masing, 1923], which postulates that materials consist of a distribution of microvolumes, each of them having a given yield stress and deforming in parallel. This statistical method does not postulate any characteristic value and gives access to effective values of the Young's modulus ( $E_{eff}$  which is *a priori* not constant during cycling), the effective stress and the internal stress. Even though this method makes no distinction between the viscous and the non viscous part of the effective stress (as far as the authors know), it allows to access to the macroscopic value of the backstress, and also gives information about the distribution of the microscopic backstresses. Practical procedures [Polak et al., 2001a, Polak et al., 1996, Polak et al., 2001b, Polak and Klesnil, 1984, Polak et al., 2002, Polack, 1991]

mainly consist in finding the minimum of the second derivative of the half hysteresis loop (figure A.3).

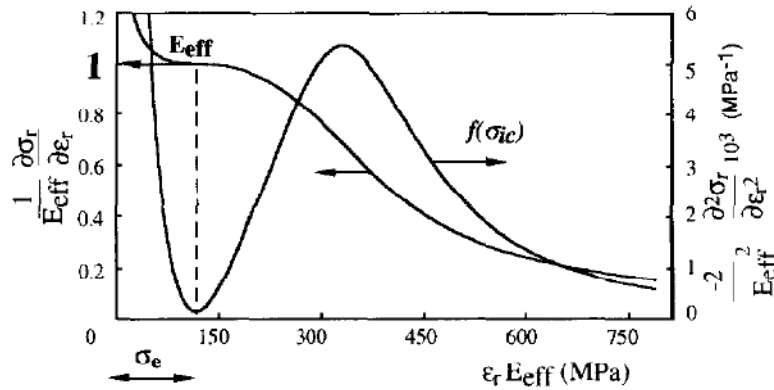


FIG. A.3 : Characteristic shape of the first and second derivative of the half hysteresis loop [Fardoun et al., 1997].

### A.3.3 Application of the existing methods to the modified 9Cr1Mo cyclic tests.

As explained above, both Cottrell's and Polak's methods are based on the study of the cyclic hysteresis loop to calculate the different components of the stress. In both methods the empirical data points are either smoothed (and/) or fitted by polynomial functions, because the experimental scatter of the data points leads to difficulties in derivatives calculations. Nevertheless these smoothing or fitting steps also lead to a loss of information, and care must be taken especially if only few data points are available.

Polak's method was applied to the analysis of hysteresis loops recorded during the fatigue tests carried out our material. The output files contained only 200 points to describe each half loop. As the points are sampled at regular time intervals, the elastic part may contain only a few number of points for high strain amplitudes tests (for instance, there are only between 20 and 30 points describing the elastic part for a cyclic test at  $\Delta\varepsilon_{fat} = 1\%$ ). A high versatility of the results was obtained, depending on the degree of the polynomial fitted to the experimental data. This is related to the reduced number of measured points, and may be overcome by the use of more advanced fitting techniques. Moreover, the shape of the hysteresis loop just after the strain reversal does not present the usual "bounded shape", which finally leads to a second derivative shape relatively far from the theoretical shape given by Polak. As this method does not allow the

estimation of the viscous part of the stress, which is thought to be a non negligible part of the total stress at 823K, it was decided to use Cottrell's partition scheme. This choice is not motivated by any criticism related to the theoretical bases of Polak's method, but the particular shape of our hysteresis loops did not enable us to get reasonable results with this method.

Two parameters must be chosen to apply Cottrell's method. On the one hand, the strain offset  $\epsilon_{offset}$  must be a compromise between the physics of microplasticity and the accuracy of the experimental device (sensitivity of the extensometer, sampling frequency and signal analysis). A wide range of values can be found in the literature ( $5.10^{-6} \leq \epsilon_{offset} \leq 10^{-3}$ , e.g. [Delobelle and Oytana, 1986, Risbet et al., 2001, Feaugas, 1999b, Morrison et al., 2001, Haddou et al., 2001, Guillemer-Neel et al., 2000]), making a direct comparison quite tricky. The strong influence of this offset value was first emphasized by Kuhlmann-Wilsdorf [Kuhlmann-Wilsdorf and Laird, 1979] (who noted a strong scatter between the values of the yield strength obtained by three different authors), and well illustrated by Polak [Polak et al., 1996] (who plotted the evolution of the effective stress for increasing values of the offset parameter). As an example, Delobelle and al. [Delobelle and Oytana, 1986] and Catalao and al. [Catalao et al., 2004] studied the same austenitic steel under the same experimental conditions (temperature, strain rate,...), but used two different values of the strain offset parameter. They obtained significantly different values of  $\frac{X}{R+\sigma_v}$  ratio ( $\frac{X}{R+\sigma_v} \simeq 0.5$  in [Delobelle and Oytana, 1986] with  $\epsilon_{offset} = 10^{-3}$ , and  $1.1 \leq \frac{X}{R+\sigma_v} \leq 1.5$  in [Catalao et al., 2004] with  $\epsilon_{offset} = 10^{-5}$ ). Such difficulties are inherent to the quality of the mechanical data, and have already been debated [Feaugas, 1994, Clavel and Feaugas, 1994]. On the other hand, the Young's modulus must either be fixed or updated at each cycle, which implies additional assumptions related to the way it is calculated. For example, Zhou [Zhou et al., 2005] uses a linear regression on the points located between  $\sigma_{max}$  and  $\frac{\sigma_{max}}{2}$ . However this is not possible if there is a viscous stress.

In our study with a strain measurement accuracy of  $5.10^{-5}$  and 200 points per half hysteresis loop, Cottrell's method lead to unstable results. After a large number of attempts no satisfying result was obtained. This lack of stability is illustrated in figure A.4. Four consecutive cycles, of a pure fatigue test carried out at 823K and at  $\Delta\epsilon_{fat} = 0.6\%$ , are plotted with the compressive and tensile linear part detected by Cottrell's method. In this particular example the offset parameter was  $\epsilon_{offset} = 5.10^{-5}$ . While these four hysteresis loops seem to be globally the same, Cottrell's method leads to significant differences in the position and length of the linear part. In fact, whatever the choice of the  $\epsilon_{offset}$  parameter, the detected linear part is either completely unstable (as in figure A.4) or unrealistic (when the  $\epsilon_{offset}$  value is too large, the detected linear part is clearly not completely linear or the value of the viscous stress is close to 0).

This lack of stability may be partly explained by the high viscosity presented by this steel at 823K. Nevertheless, the main reason for these erratic results is related to the low number of points (only 200 points per half hysteresis loop). We note that 500 to 1000 points would be required to obtain a good accuracy on  $\sigma_v$  [Feaugas, 2003]. Finally, the sharp softening effect leads to a strong variation of the general shape of the hysteresis

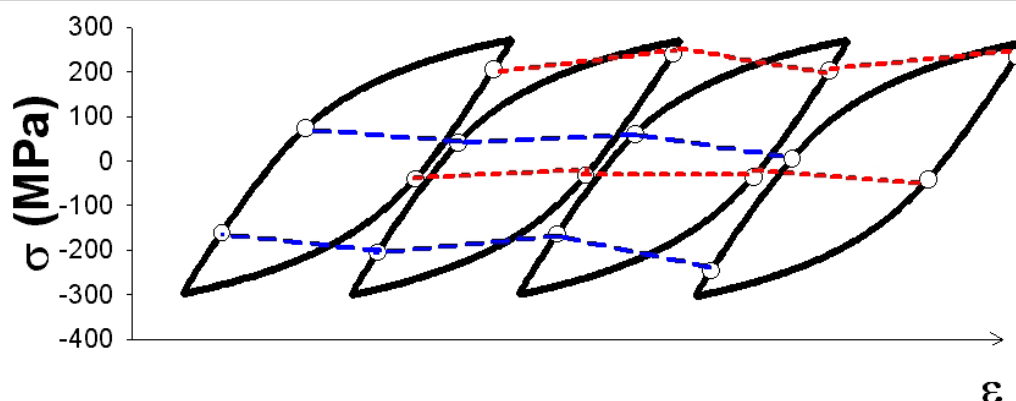


FIG. A.4 : Example of the linear part detected with the usual Cottrell's method for four consecutive cycles of a pure fatigue test with  $T=823K$  and  $\Delta\varepsilon_{fat} = 0.6\%$  with  $\varepsilon_{offset} = 5.10^{-5}$

loop between the first cycles and the end of the fatigue lifetime. This means that a set of parameters suitable for the first cycles may not be suitable anymore for the last hysteresis loops.

#### A.4 A new stress partitioning method.

As noticed earlier, the main issue in Cottrell's method consists in extracting the linear part of the half hysteresis loop. The difficulties to distinguish between the different parts of the cyclic stress using this method with our data were highlighted above. Several methods were used to improve the stability of the detection, such as the Bootstrap method proposed by Bigerelle and Iost to extract the Paris region in crack propagation curves [Bigerelle and Iost, 1999]. This resampling technique consists in generating equally probable sets of data points from the initial dataset to account for experimental scatter. Nevertheless, these different attempts also failed to give a robust (low sensitivity to the choice of the parameters) and reproducible (same results for an identical test carried out on several samples) way to detect the linear part of the hysteresis loop.

The main reason for these successive failures was the fact that these methods were not able to distinguish between the intrinsic scatter of the data and a real drift due to a change of mechanism (in the present case a drift of the curve due to the change between elastic straining and viscoplastic straining). The problem can be expressed in the following way. Let us consider a process characterized by values distributed according to a Gaussian law (in the present case we consider the case of elastic straining where the studied data is the set of  $(\varepsilon, \sigma)$  points of the elastic part, which are distributed around the linear relationship

$\sigma = E_{eff}\epsilon$ , the Gaussian random variable being thus  $\sigma - E_{eff}\epsilon$ ). It is necessary to detect any change in the straining mechanism, to extract the linear part of the hysteresis loop. The Statistical Process Control (SPC) methodology is dedicated to such a drift detection. The SPC techniques are widely used in industries as part of their quality policy. Based on simple detection rules it allows a rapid detection of problems during manufacturing processes and avoids losses due to lack of quality. A new method combining Cottrell's partition scheme and the SPC rules is thus proposed. As a large amount of dedicated literature exists on this topic, we simply present the basic principles in the following paragraph without discussing the effective choice for detection rules.

### A.4.1 Principles.

The following assumption is made : the elastic part of the hysteresis loop is characterized by data points normally distributed around the usual linear relationship  $\sigma = E_{eff}\epsilon$ . The Gaussian assumption is made because of the large number of possible causes responsible for scatter (material inhomogeneity, temperature variations, measurement noise, encoding errors, ...). The Central Limit Theorem is invoked to justify the Gaussian assumption. Our method does not try to identify and eliminate the different sources of scatter, but to take them into account as intrinsic parts of the measurement. Then the detection of any drift of linearity is considered as a change in the straining mechanism and enables the extraction of the linear part of the hysteresis loop. This detection is based on the SPC principles and in particular on the 8 fundamental Western Electric rules [ELECTRIC, 1956]. These rules, designed to detect abnormal patterns, are expressed below and illustrated in figure A.5 (more details can be found in [ELECTRIC, 1956, Montgomery, 1985, Fournier et al., 2006]). In the following, *std* stands for the standard deviation of the Gaussian distribution.

**Rule 1 :** A data point falls outside the *3std* control limits (denoted LCL for the lower control limit and UCL for the upper control limit).

**Rule 2 :** Two out of three consecutive points on the same side of the center line (which stands for the mean when the process is in-control) are between the *2std* and *3std* control limits (i.e. in zone A) or beyond the *3std* control limits.

**Rule 3 :** Four out of five consecutive points on the same side of the center line are between the *1std* and *2std* control limits (i.e. in zone B) or beyond the *2std* control limits.

**Rule 4 :** Nine consecutive points on the same side of the center line.

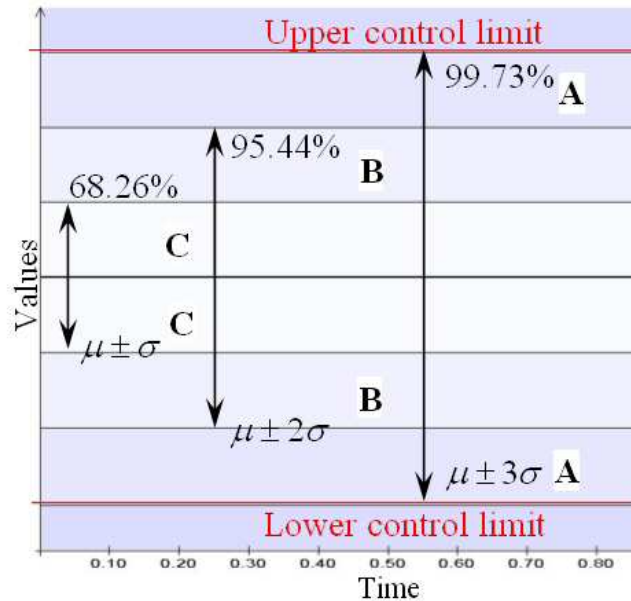
**Rule 5 :** Eight consecutive points on both sides of the center line without any point below the *1std* control limit (i.e. in Zone C).

**Rule 6 :** Fifteen consecutive points between *1std* control limits (i.e. in Zone C) on either or both sides of the center line.

**Rule 7 :** Six consecutive points steadily increasing or steadily decreasing.

**Rule 8 :** Fourteen consecutive points alternating up and down.

All these pattern occur with a probability close to 0.28% in the case of normally distributed values.



**FIG. A.5 :** Control limits and characteristic zones of a SPC control chart

If any of these rules is infringed, then a drift of linearity is detected. There is no denying that more advanced statistical analyses are possible. For example, several combinations of the previous rules can be used or modified (e.g. [Nelson, 1984, Nelson, 1985, Zhang and Wu, 2005]). The point of the present article is not to discuss this specific topic (the Western Electric rules, and more generally the SPC are indeed well established techniques to detect drift of processes). For sake of simplicity the eight previous rules will be used together in the following study.

#### A.4.2 Practical implementation and stability of the method.

Our partitioning procedure is illustrated in figure A.6. The user must first choose a part of the hysteresis loop that will be considered as linear for all loops. This choice of a reference linear part means that, for instance it can be considered as reasonable to say that, in all loops, at least the points between the 20<sup>th</sup> and the 35<sup>th</sup> (for example) belong to the linear part of the loop. This choice is detailed below. Therefore the user decides that, between the points with indexes  $i_{min}$  and  $i_{max}$  (with  $(i_{min}, i_{max}) \in [0, 200]$  (in the present case) and  $i_{min} < i_{max}$ ), the half hysteresis loop is linear. For each recorded



cycles a polynomial function of degree one  $F_{Numcycle}$  is fitted on the points  $(\epsilon_i, \sigma_i)$  for  $i \in [i_{min}, i_{max}]$ . Then, the distances between the experimental points and the fitted function are calculated as :

$$\forall \text{ Numcycle}, \quad \forall i \in [i_{min}, i_{max}], \quad D_{Numcycle}(i) = \sigma_i - F_{Numcycle}(\epsilon_i) \quad (\text{A.4})$$

These distances are finally gathered in a dataset  $DC$  such that :

$$DC = \bigcup_{Numcycle=1}^{Numcycle=max} D_{Numcycle} \quad (\text{A.5})$$

The mean and the standard deviation ( $\mu, std$ ) of this distribution of distances between the experimental values and a perfect linear relationship are then calculated to bound the zones used in the 8 Western Electric rules (figure A.5). This distribution is assumed to be Gaussian (e.g. figure A.7) since usual goodness-of-fit tests (such as the  $\chi^2$ , or the Kolmogorov-Smirnov [Kolmogorov, 1933, Smirnov, 1939, Smirnov, 1948] tests) do not reject the Gaussian hypothesis under a 5% confidence level.

In a second step, for each half hysteresis loop, we extend the linear part of reference bounded by the indexes  $i_{min}$  and  $i_{max}$ . Naming  $L_{start}$  and  $L_{end}$  respectively the indexes of the first and of the last point of the linear part of the loop, and starting with  $L_{start} = i_{min}$  and  $L_{end} = i_{max}$ , we extend these bounds progressively. If the addition of the distance  $\sigma_{L_{start}-1} - F_{Numcycle}(\epsilon_{L_{start}-1})$  to the distribution  $D_{Numcycle}$  does not lead to a violation of any of the 8 SPC rules, then  $L_{start}$  is decreased by one. We apply the same procedure for  $L_{end}$  by incrementing its value if there is no rule violation. This procedure ensures that any drift of linearity is detected as soon as the distance between the experimental points and the best fitting line (corresponding to the linear reference part) is statistically considered as abnormal. Once the second step algorithm is completed, the values of X, R and  $\sigma_v$  are calculated for each cycle using equations (A.1, A.2, A.3) with  $\sigma_e^{min} = \sigma_{L_{end}}$  and  $\sigma_e^{max} = \sigma_{L_{start}}$ .

Contrary to the regular technique of Cottrell, the detection performed is more robust since it is based on statistical rules. All sources of scatter are globally taken into account. Moreover, the Young's modulus is not chosen *a priori*, and can change from one cycle to another (since it is explicitly calculated as the slope of the initial linear fitting). These improvements enable us to overcome the main drawbacks of the usual method of Cottrell detailed above.

Finally this new method involves two parameters : the linear reference part, and the abnormality detection threshold (the Western Electric rules were initially designed to have a false alarm rate close to 0.28% [ELECTRIC, 1956, Nelson, 1984]. Each pattern of data that occurs in less than 0.28% of the cases when data are actually Gaussian, is detected

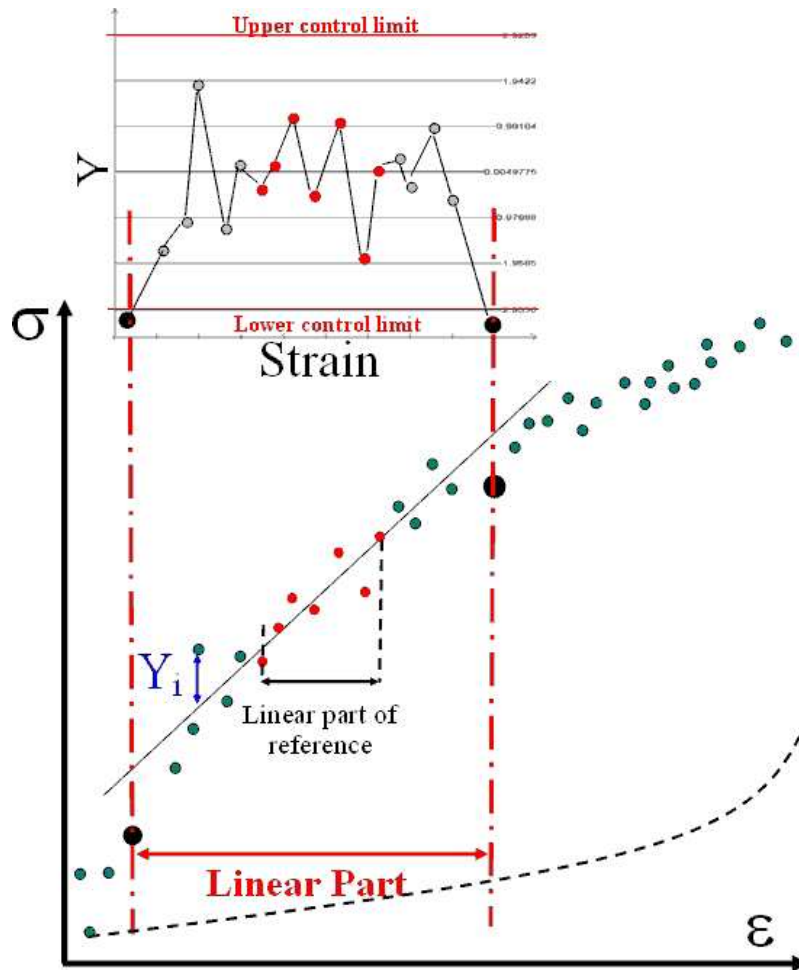
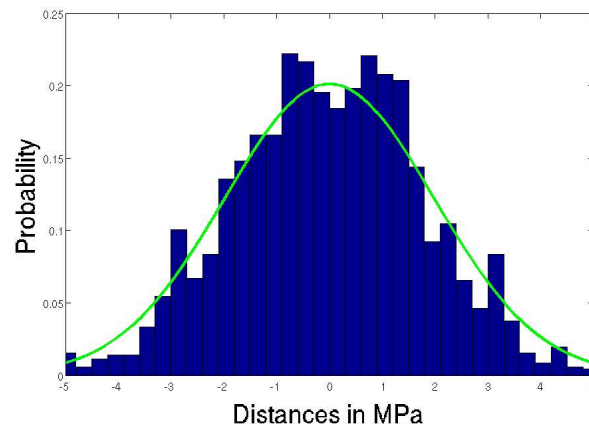


FIG. A.6 : Illustration of the practical application of the new SPC method to detect the linear part of a half hysteresis loop



**FIG. A.7 :** Exemple of the distribution of distances  $DC$  for a pure fatigue test performed at  $\Delta\varepsilon_{fat} = 0.6\%$  and  $T = 823K$ . The line corresponds to the fitted Gaussian distribution.

as abnormal). To modify the sensitivity of the abnormality detection, the rules should be modified. This is of course possible (e.g. one can change the positions of the horizontal lines of figure A.5, the number of following points of different rules can also be modified), but out of the scope of the present paper. Moreover, the fact that the probability to falsely detect a drift of elasticity is less than 0.3% is considered very satisfactory. Nevertheless, if modified, the detection probability must remain coherent with the measurement accuracy. One can notice that Rule 1 is very close to the standard approach of Cottrell. Indeed all points situated farther than  $3std$  from the first order polynomial fitted on the reference part are detected as non-elastic. The resulting  $3std$  range is roughly the equivalent of the strain offset parameter and can be interpreted in terms of plastic strain. In all the following results, the plastic strain corresponding to the  $3std$  value never exceeds  $8 \cdot 10^{-5}$ . Nonetheless, this is an upper bound for the actual plastic strain detected since any of the seven other rules can also detect an abnormality. The sensitivity of abnormality detection (which corresponds to the detection of a non-linear deformation behavior) may be increased when the quality of the input data increases. Therefore this new method improves the non-linearity detection, even with a good accuracy of the strain measurement.

The only parameter of this new method that must be evaluated is the linear reference part. Its choice is as arbitrary, as the *offset* parameter in Cottrell's method. However several guidelines must be respected for the position and length of this reference part. For example if the first points of the half hysteresis loop belong to this reference part, no viscous stress will be detected. In the same way, if the reference part contains only three points per cycle, the standard deviation of the distribution of distances will not be accurate. On the other hand if this reference part is too long, the linear part finally detected will be almost the same that the reference portion, which means that the results will strongly be biased by the user's choice.

If the shape of the hysteresis loop strongly varies during cycling (e.g. severe hardening or

softening), there is no warranty that a single location for the reference part corresponds to the elastic part for all the loops. This is why both the hysteresis loop and the reference part must be plotted for each cycle. In order to check the relevance of the choice of  $i_{min}$  and  $i_{max}$ . In the following results the reference parts were small enough to correspond qualitatively to the elastic deformation in all cycles. If this was not the case, an adaptative procedure should be designed.

Practically speaking, a good validation of the chosen reference part consists in checking that the linear part detected is stable in both position and length for several consecutive cycles (with no visible difference between them). The same checking can also be done on all the recorded cycles. Figures A.8 and A.9 illustrate the stability that can be obtained with this new method.

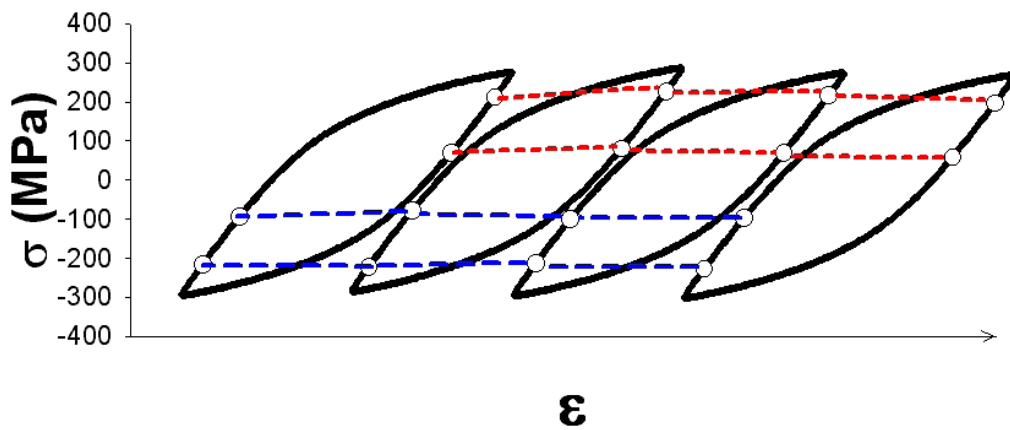


FIG. A.8 : Illustration of the stability of the linear part detected with our method on four consecutive cycles with  $T=823K$  and  $\Delta\varepsilon_{fat} = 0.6\%$ .

## A.5 Study of the evolution of the cyclic stress of a martensitic steel.

### A.5.1 Material.

The experiments were conducted on a P91 steel produced by Usinor (Arcelor, France). The chemical composition is given in table A.1. The steel sheet was austenitized at 1323K during 30 min, quenched and tempered at 1053K during 1h. The usual tensile properties are given for 293K, 673K and 823K in table A.2. The as-received very fine martensitic microstructure is presented in figure A.10.

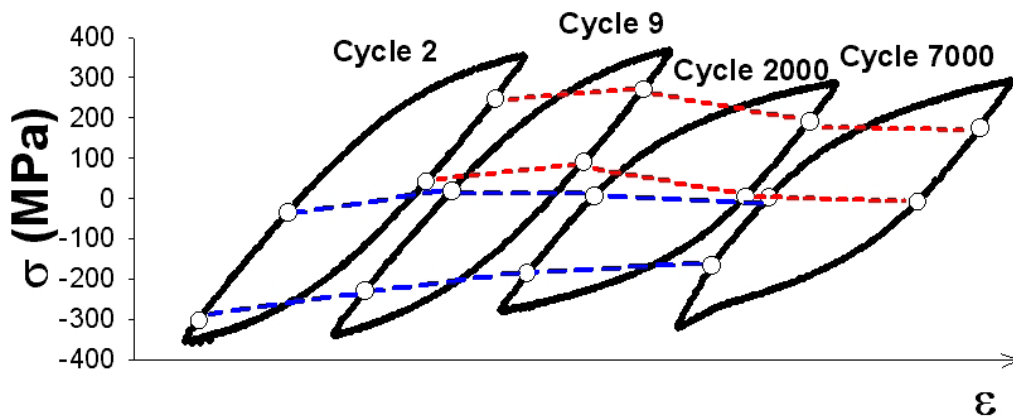


FIG. A.9 : Illustration of the stability of the linear part detected with our method for four cycles recorded at various stages of a fatigue test with  $T=823K$  and  $\Delta\varepsilon_{fat} = 0.6\%$ .

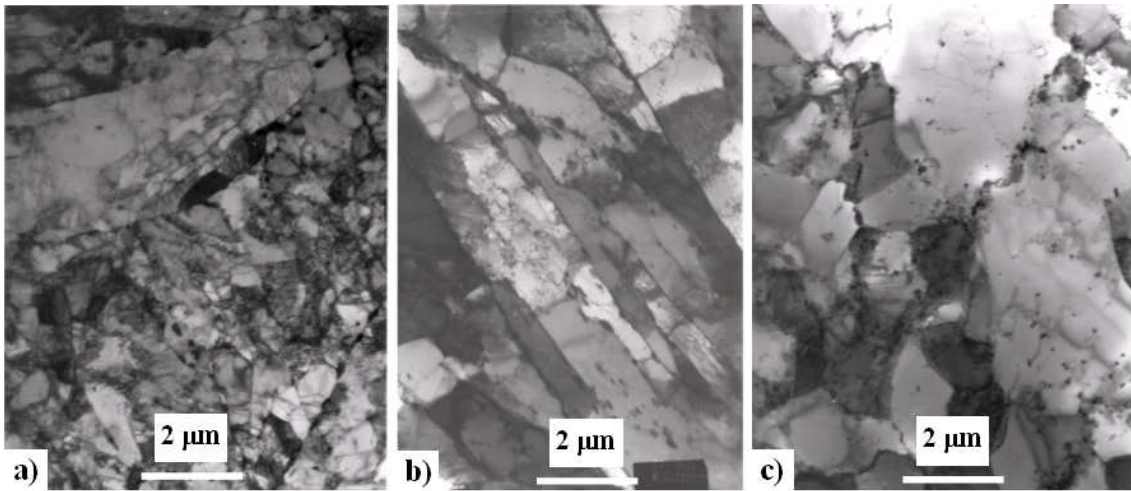


FIG. A.10 : TEM observation of the microstructure of the P91 steel as-received.

Element	C	N	Cr	Mo	Mn	Si	Nb	V
Wt(%)	0.088	0.043	8.776	0,915	0,354	0,329	0,078	0,191

TAB. A.1 : Chemical composition of the P91 steel under study.

	293K	673K	823K
$E$ (GPa)	206	181.5	163
$R_{p0.2}$ (MPa)	486	403	329
$R_m$ (MPa)	652	513	381

**TAB. A.2 :** Quasistatically determined mechanical properties of the P91 steel under study for various temperatures.

### A.5.2 Experiments.

Low cycle fatigue (LCF) tests were conducted in air on MAYES ESM100 servo-mechanical machines with resistance furnace heating. Temperature along the gauge length of the specimen was controlled and the precision remained better than  $\pm 2^\circ C$ . The cylindrical specimens of 16mm gauge length and of 8mm diameter with a shoulder radius of 16mm were machined in both transverse and longitudinal directions. They were finished by fine turning to an average roughness value of  $0.8\mu m$ . The axial strain was measured with a capacitive extensometer directly attached on the calibrated part. The calibrated extensometer gauge length is equal to 10mm. The accuracy of this device is better than  $0.5\mu m$  that allows to conduct LCF tests with a strain range as small as 0.2%. The LCF tests were controlled in terms of total strain, which was measured with this extensometer. A symmetrical triangular wave form with an axial strain rate of about  $2.10^{-3}s^{-1}$  was used. Thanks to a numerical system, the tensile and compressive stress peaks were recorded for all the cycles. Stress-strain hysteresis loops were recorded for distributed cycles (200 points per half hysteresis loop).

The different strain amplitudes and temperatures used for the tests are gathered in table A.3. As the tests were controlled in terms of the total strain, the applied viscoplastic strain is not the same for all the cycles. In the present case the viscoplastic strain amplitude increases with the number of cycles, since the martensitic steel under study softens cyclically. Table A.4 gives the values of the viscoplastic strain range at the first cycle and at  $\frac{N_{50}}{2}$  where  $N_{50}$  is the conventional fatigue lifetime corresponding to a 50% decrease of the applied stress.

	T=293K	T=673K	T=823K
$\Delta\epsilon_{fat} = 0.4\%$	1	3	4
$\Delta\epsilon_{fat} = 0.5\%$	0	0	3
$\Delta\epsilon_{fat} = 0.6\%$	1	2	4
$\Delta\epsilon_{fat} = 0.7\%$	0	0	3
$\Delta\epsilon_{fat} = 1\%$	1	2	5

**TAB. A.3 :** Number of LCF tests carried out for each testing condition.

In addition to these LCF tests, two mechanical tests were carried out in order to esti-

	$\Delta\epsilon_{vp}(\%)$ at the first cycle	$\Delta\epsilon_{vp}(\%)$ at $\frac{N_{50}}{2}$
$\Delta\epsilon_{fat} = 0.4\%$	0.025	0.086
$\Delta\epsilon_{fat} = 0.5\%$	0.084	0.179
$\Delta\epsilon_{fat} = 0.6\%$	0.159	0.260
$\Delta\epsilon_{fat} = 0.7\%$	0.244	0.351
$\Delta\epsilon_{fat} = 1\%$	0.510	0.628

**TAB. A.4 :** Value of viscoplastic strain range  $\Delta\epsilon_{vp}$  at the first cycle and at  $\frac{N_{50}}{2}$  for the various total strain range applied.

mate the viscous part of the cyclic stress. These tests are based on the abrupt strain-rate changes procedure first detailed by Michalak [Michalak, 1965] and later used in the literature [Feaugas, 1999a, Mughrabi et al., 1976] to estimate the viscous stress  $\sigma_v$ . Two tests were carried out at 873K, for  $\Delta\epsilon_{fat} = 1\%$  and  $\Delta\epsilon_{fat} = 0.6\%$ . In both cases, the specimens were cycled until the softening between two consecutive cycles was not measurable anymore. Then the strain-rate changes ( $2.10^{-5} \leq \dot{\epsilon} \leq 8.10^{-3}.s^{-1}$ ) were performed. The results are rather scattered but give an estimate of the viscous stress.  $\sigma_v$  is found to be close to 90MPa and 140MPa for  $\Delta\epsilon_{fat} = 1\%$  and  $\Delta\epsilon_{fat} = 0.6\%$  respectively and  $\dot{\epsilon} = 2.10^{-3}.s^{-1}$  (the strain rate changes were done around this value). These measures (of the viscous stress) were used as input data for the study of the hysteresis loops. Indeed, the reference linear part were chosen according to the previous guidelines, and in order to lead to values of the viscous stress compatible with the two previous measurements.

### A.5.3 Results.

#### A.5.3.1 Variability

Figures A.8 and A.9 previously illustrated the stability of the linear part obtained with this new method for consecutive (and similar) cycles and for all the cycles of the same test. In order to complete the study of the stability of the new method, figure A.11 shows the evolution of the maximum stress, its three components ( $X$ ,  $R$ ,  $\sigma_v$ ) and the corresponding modulus of elasticity for three tests carried out at  $T=823K$  and  $\Delta\epsilon_{fat} = 1\%$ . The agreement and stability of the calculated values is excellent and the scatter is limited. These results tend to prove that the statistical procedure used to take the intrinsic scatter of the experimental data into account is robust enough to include the scatter observed between similar tests. It can be noticed that the initial value of the Young's modulus is very close to the monotonic value given in table A.2, whereas no constraint on  $E$  was used during the previously detailed algorithm. This initial value, which was actually obtained for all the tested strain amplitudes, is a positive validation of the choice of the reference elastic part.

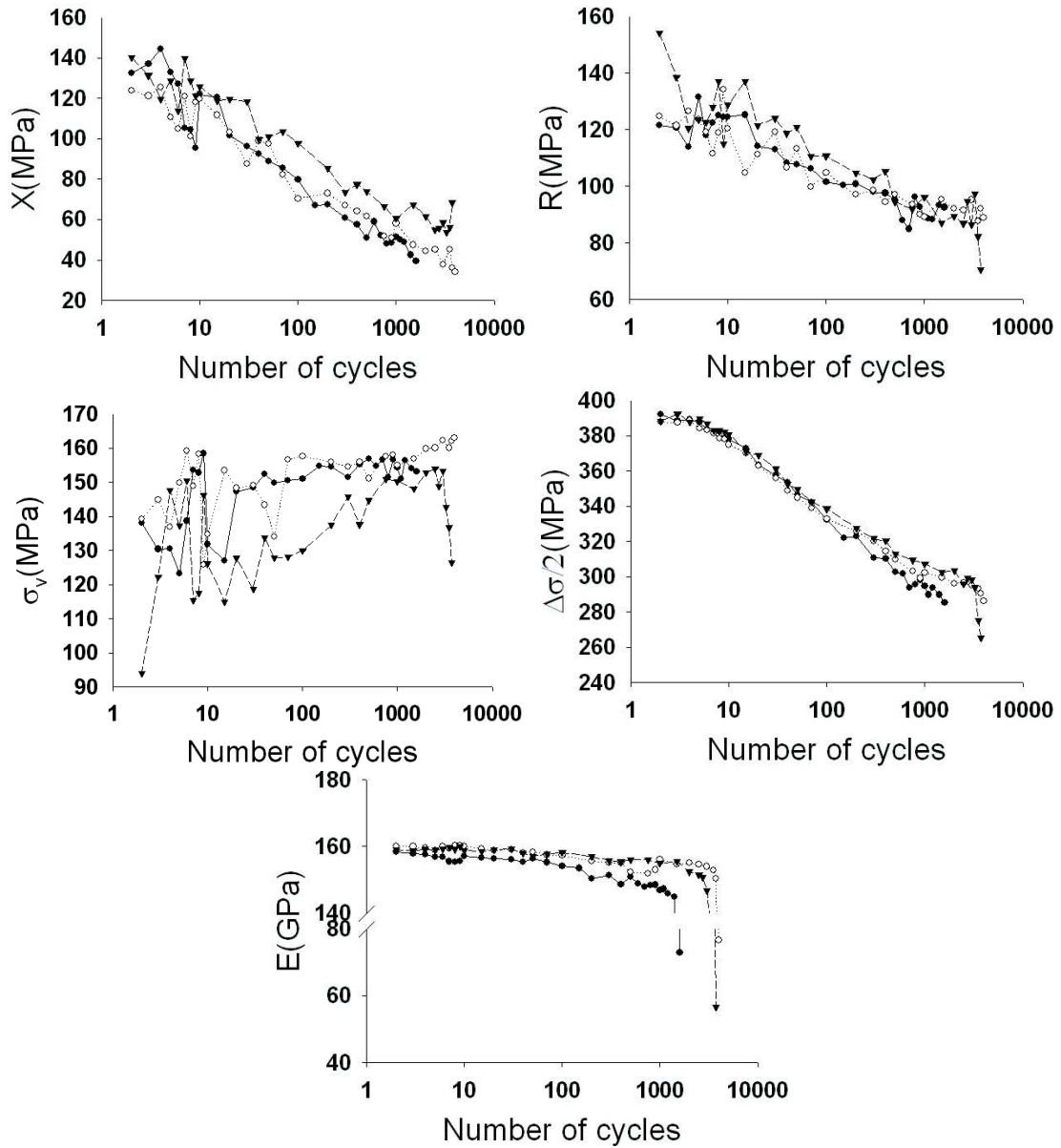


FIG. A.11 : Illustration of the stability of the results obtained for three pure fatigue tests conducted using the same experimental conditions ( $\Delta\epsilon_{fat} = 1\%$  and  $T=823K$ .)



### A.5.3.2 Influence of strain amplitude

Figure A.12 presents the evolutions of the maximum stress, its three components ( $X$ ,  $R$ ,  $\sigma_v$ ) and the Young's modulus for the five strain ranges tested at 823K. First, it can be noticed that, whatever the applied strain per cycle, the value of  $R$  and its slow decrease along the lifetime are similar. Thus the isotropic part of the cyclic stress and its evolution do not seem to be influenced by the strain amplitude. On the contrary the value of the viscous stress increases with the strain amplitude. For all the strain amplitudes tested,  $\sigma_v$  slightly increases with the number of cycles. These two features of the  $\sigma_v$  evolution are compatible with the fact that  $\sigma_v$  is an increasing function of the viscoplastic strain rate, as shown in figure A.13.

The most pronounced evolution is observed on the kinematic part of the stress. If the initial value of the backstress is between 135 and 160 MPa for all the strain amplitudes tested, its evolution is strongly influenced by  $\Delta\varepsilon_{fat}$ . Indeed for the smallest strain amplitudes, the backstress  $X$  is rather constant during the first cycles and then decreases, whilst for the highest strain amplitudes the backstress already decreases during the first cycles. The higher the strain amplitude is, the faster and the stronger the backstress softening is. This dependence on the strain amplitude presents similarities with the one observed for the maximum stress. In order to validate this correlation, the variations of both the calculated backstress and the measured maximum stress are plotted in figure A.14 for  $\Delta\varepsilon_{fat} = 1\%$ . The observed correlation between the global softening and the decrease of the kinematic stress holds for the other tested strain levels. It can thus be concluded that, at  $T=823K$  and for all strain amplitudes tested, the softening effect is mainly, if not entirely, linked to the decrease of the backstress.

As a comparison, the same results obtained with the standard approach of Cottrell are plotted in figure A.15. It can be noticed that both the isotropic and the kinematic part of stress decrease. Nevertheless, no clear influence of the strain amplitude can be identified. Indeed, as highlighted above, this method is quite unstable, when applied on the present data (only 200 points per half hysteresis loop and a high viscosity). This instability is visible on the values of the viscous stress  $\sigma_v$ . As very few points describe this part of the hysteresis loop, Cottrell's method was unable to extract  $\sigma_v$  correctly, whatever the values of the parameters ( $\varepsilon_{offset}$ , method of Young's modulus calculation).

Even though the experimental results of Yaguchi & Takahashi [Yaguchi and Takahashi, 2000] on the same steel showed also that cyclic softening was mainly due to the kinematic stress decrease, the backstress obtained by strain dip tests at 823K and  $\Delta\varepsilon_{fat} = 3\%$  contributed more than 80% to the applied stress in their study, whereas in the present study the backstress is always smaller than 60% of the applied stress. This may partly be attributed to a lower strain rate ( $10^{-3}.s^{-1}$  instead of  $2.10^{-3}.s^{-1}$ , their viscous stress would thus be smaller) as well as different stress partitioning methods.

The evolutions of the variation of Young's modulus are plotted in figure A.12. During the main part of the lifetime, the Young's modulus is nearly constant for low strain

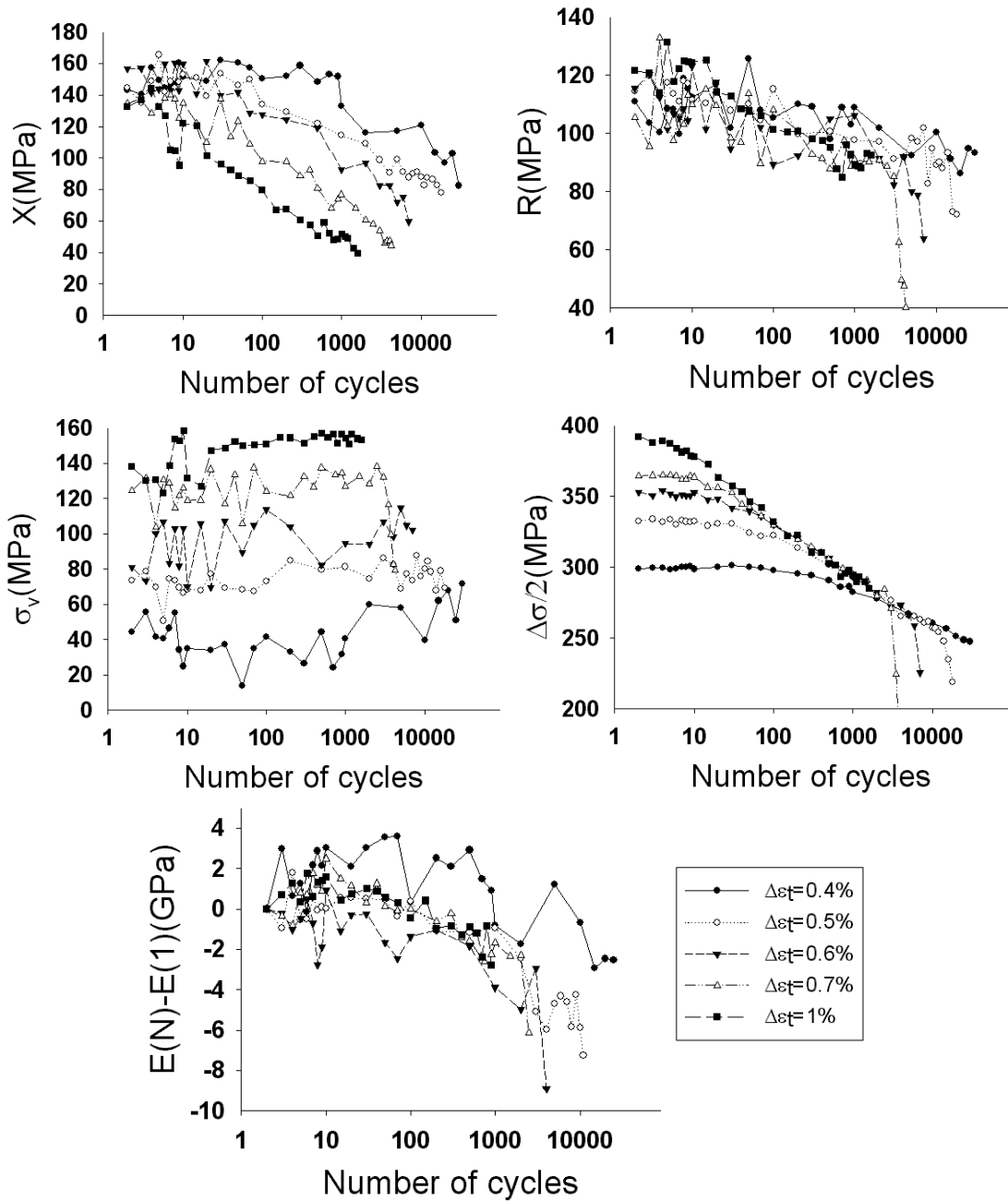


FIG. A.12 : Influence of the strain amplitude on the evolution of the different parts of the stress and on Young's modulus variation (T=823K).

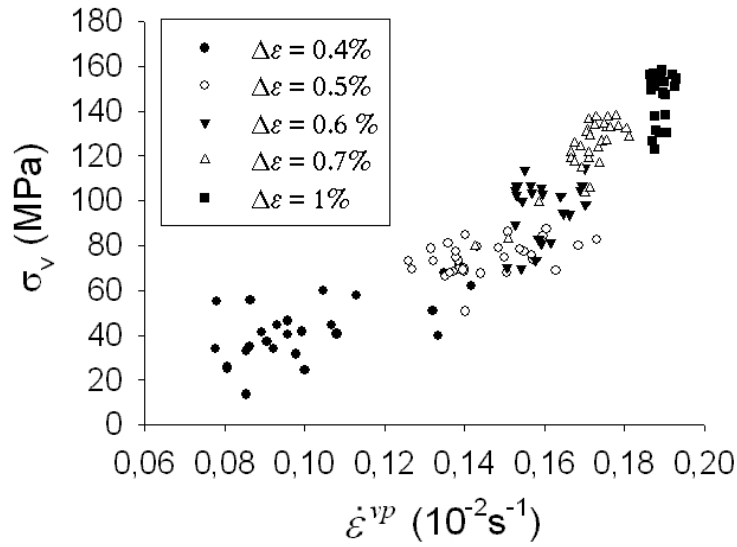


FIG. A.13 : Evolution of the viscous stress as a function of the viscoplastic strain rate  $\dot{\epsilon}^{vp}$ .

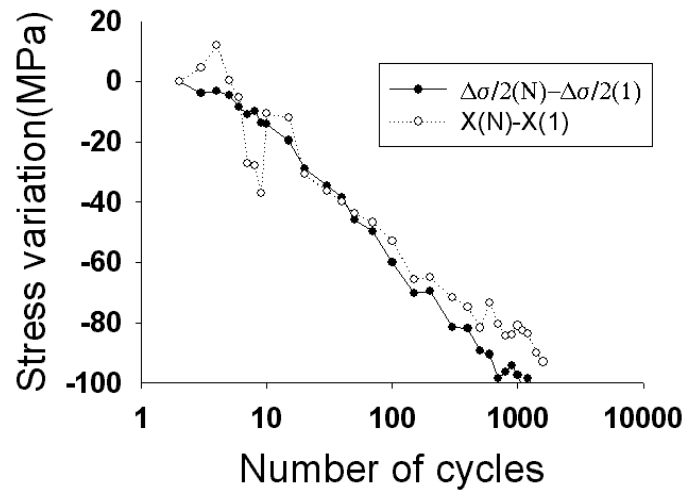


FIG. A.14 : Correlation between the global softening and the decrease in the backstress for  $\Delta\epsilon_{fat} = 1\%$  and  $T=873K$ .

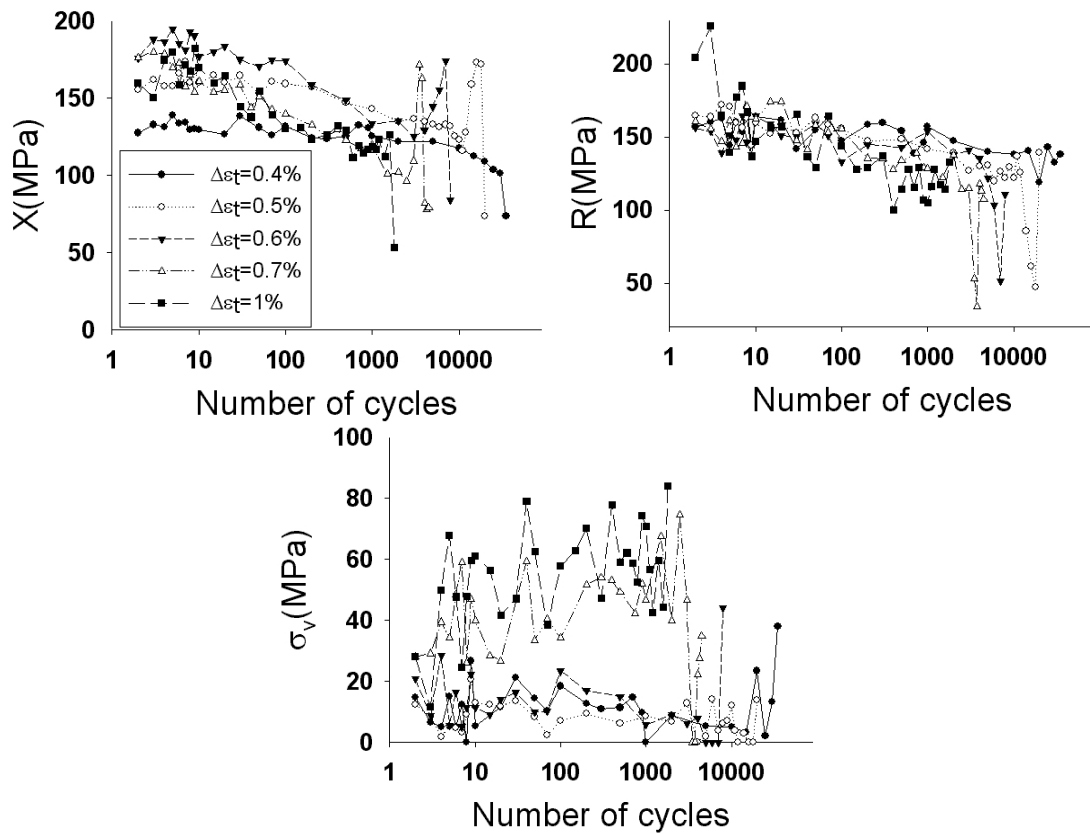


FIG. A.15 : Influence of the strain amplitude on the evolution of the different parts of the stress obtained with Cottrell's method ( $\epsilon_{offset} = 5.10^{-5}$  and  $T=823K$ ).

amplitudes, while it slightly decreases for high strain amplitudes. This slow decrease might be related to the nucleation and propagation of numerous fatigue cracks or to a mechanism of elastic straining of pinned dislocations (the microstructural coarsening [Sauzay et al., 2005, Fournier et al., 2005] leads to an increase of the radius of the loops which is proportional to their elastic strain, thus the apparent Young's modulus decreases [Zhou et al., 2005]) as the microstructure coarsens, as proposed by Friedel and others [Friedel, 1956, Nabarro, 1952, Kuhlmann-Wilsdorf, 1979, Zhou et al., 2005]. Such a decrease of the Young's modulus for increasing grain sizes has already been reported in the literature [Di Schino and Kenny, 2003]. Other authors [Haddou, 2004, Freinois et al., 2001, Freinois, 2001] used this decrease of the Young's modulus to evaluate the density of mobile dislocations. However a sharp drop of the Young's modulus is always observed for the last recorded cycles and corresponds to the propagation of at least one macroscopic crack.

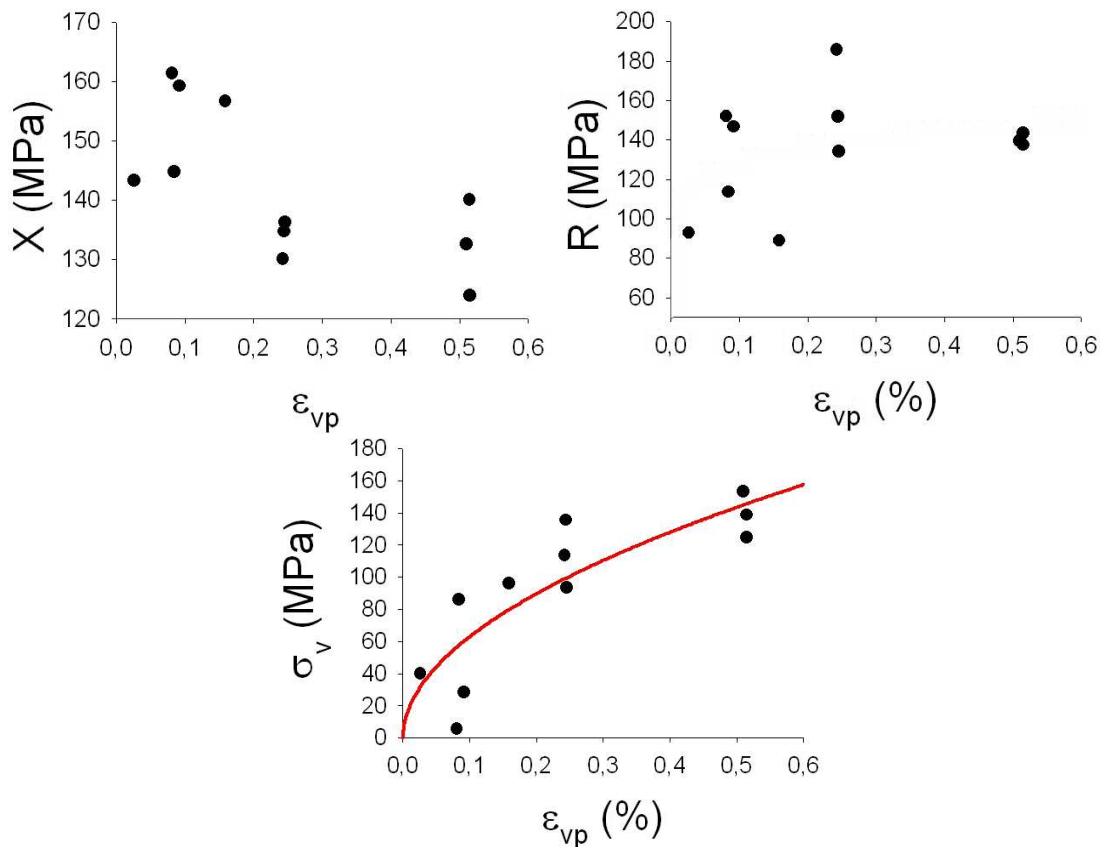


FIG. A.16 : Evolutions of the monotonic values of  $X$ ,  $R$  and  $\sigma_v$  obtained at the first load reversal ( $T=873K$ ).

The monotonic evolution of the stress components can also be obtained with such tests. Indeed the values of  $X$ ,  $R$  and  $\sigma_v$  corresponding to the first tensile loading can

be evaluating using the first reversal of the load (for different tests with different  $\Delta\epsilon$ ). Figure A.16 presents the values of the three stress components for increasing values of the plastic strain reached at the end of the first tensile loading. Even though the values are rather scattered, the backstress is found to slowly decrease with increasing plastic strains, while the isotropic stress increases. However the strongest influence is obtained on the viscous stress which always increases with the plastic strain.

### A.5.3.3 Influence of temperature

In order to illustrate the influence of the temperature on the different components of the cyclic stress, normalized by the shear modulus value, figure A.17 shows their cyclic evolutions and the evolution of the Young modulus for the three tested temperatures and  $\Delta\epsilon_{fat} = 1\%$ . The viscous stress corresponding to one third of the initial maximum stress at 823K is divided by a factor of about 4 for 673K and 293K. On the contrary, the value of the isotropic stress is almost insensitive to the temperature, whereas the backstress increases when the temperature decreases. It can be noticed that the cyclic softening of the kinematic stress is more pronounced for the highest temperature. In addition, figure A.17 highlights the predominance of the backstress at low temperature. Moreover the global softening can be correlated to the decrease of the backstress for the three temperatures as previously highlighted at 823K. It can be noticed that the initial values of the Young's modulus are compatible with the monotonic values given in table A.2. The decrease of  $E$  observed at high temperature is negligible at room temperature, suggesting that the microstructural evolutions responsible for the cyclic softening effects might be different at 293K and 823K.

### A.5.4 Discussion

The above results showed that the cyclic softening effect observed on martensitic steels is at least partially carried by the decrease of the backstress, regardless of the temperature and the fatigue strain range  $\Delta\epsilon_{fat}$ .

The backstress is usually associated to microstructural heterogeneities that lead to directional and long range stresses [Gibeling and Nix, 1980, Feaugas, 1999a, Feaugas, 2003, Mughrabi and Ungar, 2003], which can either be intragranular (e.g. dislocations pile-ups, formation of dislocations substructures [Feaugas and Gaudin, 2001, Haddou et al., 2001]) or intergranular (due to plastic strain incompatibilities between grains and to the high density of dislocations in and near the grain boundaries [Feaugas, 1999b, Feaugas and Gaudin, 2001]). The calculated backstress softening can be explained at the microscopic scale by the microstructural coarsening previously observed [Gieseke et al., 1993, Kim and Weertman, 1988, Nagesha et al., 2002, Sauzay et al., 2005, Fournier et al., 2005, Armas et al., 2004, Vasina et al., 1995](the disappearance of the microstructural barriers lead to a decrease of the backstress associated (e.g.) to dislocation pile-ups [Moosbrugger et al.,

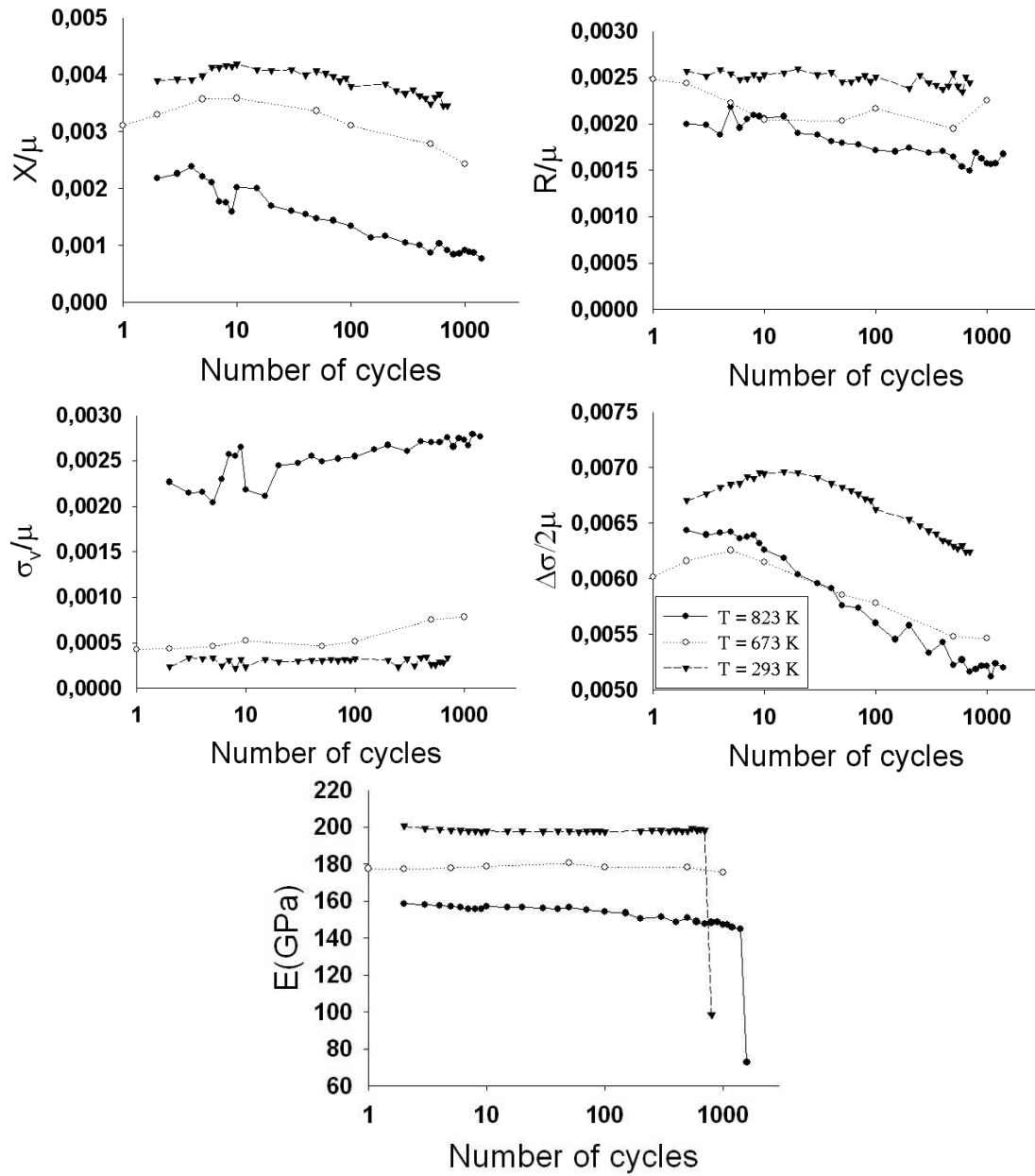


FIG. A.17 : Influence of temperature on the evolution of the different parts of the stress and on Young's modulus ( $\Delta\varepsilon_{fat} = 1\%$ ).

2000]). Indeed, if the subgrains and laths (figure A.10) of the initial microstructure tend to disappear to form a coarser equiaxed microstructure, the Hall-Petch effect associated to dislocation pile-ups, subgrain size and subgrain misorientations decreases [Li, 1963]. This possible cause of the decrease of the kinematic stress is the basis of a mechanism proposed in previous works [Sauzay et al., 2005, Fournier et al., 2005] to account for the cyclic softening effect. This subboundary annihilation mechanism due to the interaction between mobile dislocations and subboundaries showed encouraging accordance with the experimental results. Indeed its theoretical expression is compatible with the present study. In the case of symmetric tilt boundary made of edge dislocations belonging to the same slip system, the probability of subboundary vanishment is proportional to :

$$P_{w'} = \frac{C_u^{w'} C_{24-u}^{w-w'}}{C_{24}^w} \quad \text{with} \quad C_n^p = \frac{n!}{p!(n-p)!} \quad \text{and} \quad w' \leq \min(u, w) \quad (\text{A.6})$$

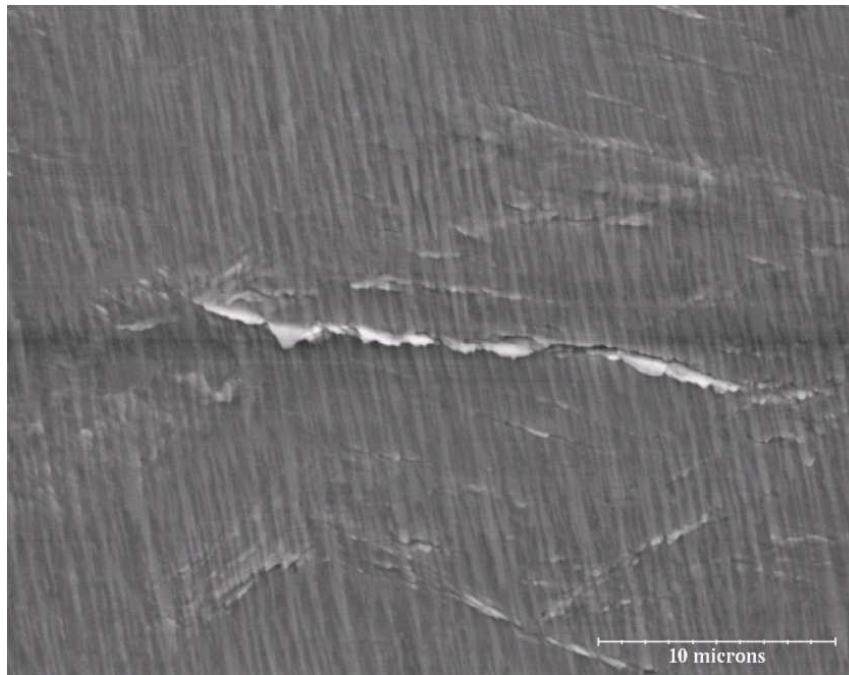
where  $P_{w'}$  is the probability to activate  $w'$  slip systems containing dislocations parallel to the subboundary's dislocations,  $w$  is the number of activated slip systems in the grain under study,  $u$  is the number of slip systems containing dislocations parallel with those of the subboundary ( $u = 1$  and  $u = 6$  for edge and screw dislocations respectively), and there are 24 slip systems in a bcc crystal (more details can be found in [Fournier et al., 2005]). Therefore the probability to annihilate a subboundary increases with the number of activated slip systems. This means that for large strain ranges (and thus large viscoplastic strains), the predicted microstructural coarsening is faster and therefore the softening rate increases, as numerous slip systems are activated. This corresponds to the above experimental results : the higher the strain range is, the faster the mechanical softening is.

The initial hardening of the isotropic part of the stress with the plastic strain, observed in figure A.16 is in agreement with an increase of dislocations' interactions. Indeed, as the number of activated slip systems increases to accommodate the plastic strain, the forest interactions get stronger. However, the isotropic stress does not increase with the number of cycles as we might expect, but it tends to decrease slightly, as shown in figure A.12. This apparent discrepancy is not in contradiction with the previous phenomenological explanation. Indeed, even if the accumulated viscoplastic strain increases, at each cycle, the amount of plastic strain that each grain has to accommodate remains roughly the same. Therefore there is no reason the number of activated slip systems should increase at each cycle. In fact the slow decrease of  $R$  can be attributed to the annihilation events taking place between dislocations. Indeed as far as the authors know, there is no quantitative observation of a precipitation coarsening for such short tests. This phenomenon leads to the decrease of the global density of dislocations which was previously measured and reported [Kim and Weertman, 1988, Fournier et al., 2005, Vasina et al., 1995].

A possible explanation for the kinematic stress predominancy observed in figure A.17 at low temperatures, is that, at high temperatures, a part of the stress due to microstructural heterogeneities is accommodated by viscoplastic phenomena (climb, cross-slip



or propagation of double kinks...). As the temperature decreases, these viscoplastic accommodations are less efficient, leading to an increased backstress. Moreover, the softening mechanism linked to the microstructural coarsening postulated above and detailed in [Sauzay et al., 2005, Fournier et al., 2005], may not be the only microstructural change occurring at low temperature. Indeed the observation of the surface of a ground specimen tested at 293K reveals the formation of intense slip bands (figure A.18). These evidences of strain localization processes (being another source of microstructural heterogeneities and thus a source of backstress [Feugas, 1999b, Feugas and Gaudin, 2001]) may partially explain the strong increase of the backstress when temperature is decreased. Further elements concerning viscoplastic accommodation phenomena will be discussed in the second part, with an emphasis on relaxation and creep holds in low cycle fatigue tests.



**FIG. A.18 :** SEM observation of surface created by Intense Slip Bands on a cylindrical sample tested in air at 293K and  $\Delta\varepsilon_{fat} = 1\%$ . The vertical lines are due to the grinding process.

## A.6 Conclusion

The usual techniques used to distinguish between the different components of the cyclic stress based on the study of the hysteresis loops were found to be inadequate in the case of the modified 9Cr1Mo martensitic steel loaded at high temperature. These robustness (low sensitivity to the choice of the parameters) and reproducibility (ability to obtain similar results for the same test carried out on different samples) issues led to the formulation of an enhanced method based on Cottrell's partition scheme. The main improvement supplied by this method consists in the definition of an algorithm based on statistical considerations and aimed at the detection drifts of linearity caused by both viscoplastic phenomena (encountered during the load reversal) and plasticity as the loading increases (in absolute value). This detection is based on the rules of the Statistical Process Control and eases comparisons since no arbitrary offset parameter has to be chosen. Moreover a clearly defined procedure to recalculate the effective Young's modulus at each cycle is described.

Using a simple algorithm, this method enables us to study fatigue hysteresis loops even if they are described by a small number of recorded data, or when the material exhibit a strong viscosity (which is thought to be one of the reasons why the usual methods failed). As the stress components are related to distinct microstructural obstacles, this kind of study allows us to get an outline of the microscopic mechanisms responsible for the macroscopic mechanical behaviour of the material.

This method was used to study the evolution of the three stress components  $X$ ,  $R$  and  $\sigma_v$  during cycling. It lead to stable and reproducible results. At 823K the mechanical softening effect is mainly due to a decrease of the backstress for all tested strain amplitudes. This result is compatible with previous TEM observations that showed a coarsening of the microstructure. The initial very fine martensitic microstructure becomes coarser and equiaxed, leading to a decrease of the Hall-Petch effect (due to dislocation pile-ups, subgrain size and subgrain misorientations [Li, 1963]). The isotropic stress  $R$  is found to be independent of the strain range and slowly decreases during cycling (which may be attributed to the decrease of the dislocation density observed), whereas the magnitude of the viscous stress is an increasing function of the strain amplitude. Additionally a slow decrease of the effective Young's modulus has been measured during cycling for high strain amplitudes.

The influence of the temperature was also studied and revealed that, for  $T=673K$  and below, the viscous stress is almost negligible, whereas the backstress gets predominant as the temperature decreases. These changes in the cyclic stress repartition are compatible with the observation of stress localization (Intense Slip Bands) at room temperature (they were not yet observed at higher temperatures). Nevertheless for  $\Delta\varepsilon_{fat} = 1\%$  the softening effect can be related to the decrease of the backstress for all tested temperatures. These results obtained in symmetric Low Cycle Fatigue tests are completed and discussed further in terms of microstructural mechanisms in the second part of this work.

## A.7 Acknowledgments

The direction of the Nuclear Energy of the CEA is acknowledged for financial support through the DDIN/SF project. The authors would like to thank L. Vincent and M. Bigerelle for fruitful discussions. The authors are particularly grateful to Pr. A. Pineau for careful reading of this paper and relevant suggestions.

## Bibliographie

- [Agnew and Weertman, 1998] Agnew, S. and Weertman, J. (1998). Cyclic softening of ultrafine grain copper. *Materials Science & Engineering*, A244 :143–153.
- [Aoto et al., 1994] Aoto, K., Komine, R., Ueno, F., Kawasaki, H., and Wada, Y. (1994). Creep-fatigue evaluation of normalized and tempered modified 9Cr-1Mo. *Nuclear Engineering & Design*, 153 :97–110.
- [Argon and Takeuchi, 1981] Argon, A. and Takeuchi, S. (1981). Internal stresses in power-law creep. *Acta Metallurgica*, 29 :1877–1884.
- [Armas et al., 2004] Armas, A., Petersen, C., Schmitt, R., Avalos, M., and Alvarez, I. (2004). Cyclic instability of martensite laths in reduced activation ferritic/martensitic steels. *Journal of Nuclear Materials*, 329-333 :252–256.
- [Armas et al., 2002] Armas, A., Petersen, C., Schmitt, R., Avalos, M., and Alvarez-Armas, I. (2002). Mechanical and microstructural behaviour of isothermally and thermally fatigued ferritic/martensitic steels. *Journal of Nuclear Materials*, 307-311 :509–513.
- [Beranger et al., 1993] Beranger, A., Feaugas, X., and Clavel, M. (1993). Low cycle fatigue behavior of an  $\alpha/\beta$  titanium alloy : Ti6246. *Materials Science & Engineering*, A172 :31–41.
- [Bigerelle and Iost, 1999] Bigerelle, M. and Iost, A. (1999). A bootstrap analysis of fatigue crack growth rate : application on the Paris' relationship and to lifetime prediction. *International Journal of Fatigue*, 21 :299–307.
- [Blum and Finkel, 1982] Blum, W. and Finkel, A. (1982). New technique for evaluating long range internal back stresses. *Acta Metallurgica*, 30 :1705–1715.
- [Catalao et al., 2004] Catalao, S., Feaugas, X., and Pilvin, P. (2004). Unpublished Report : CEA/DEN/CAD/DER/SESI/LCSI DO 20.
- [Challenger and Vining, 1983] Challenger, K. and Vining, P. (1983). Substructure and back stress changes resulting from the cyclic loading of 2.25Cr-1Mo steel at 755K. *Materials Science & Engineering*, A58 :257–267.
- [Clavel and Feaugas, 1994] Clavel, M. and Feaugas, X. (1994). Micromechanisms of plasticity under multiaxial cyclic loading, multiaxial fatigue and design. *Mechanical Engineering Publications, London*, pages 21–41.

- [Cottrell, 1953] Cottrell, A. (1953). *Dislocations and plastic flow in crystals*. Oxford University Press.
- [Delobelle and Oytana, 1984] Delobelle, P. and Oytana, C. (1984). Experimental study of the flow rules of a 316 stainless steel at high stresses. *Nuclear Engineering & Design*, 83 :333–348.
- [Delobelle and Oytana, 1986] Delobelle, P. and Oytana, C. (1986). Etude des lois de comportement à haute température en plasticité-fluage, d'un acier inoxydable austénitique (17-12 SPH). *Journal of Nuclear Materials*, 139 :204–227.
- [Di Schino and Kenny, 2003] Di Schino, A. and Kenny, J. (2003). Grain refinement strengthening of a micro-crystalline high nitrogen austenitic stainless steel. *Materials Letters*, 57 :1830–1834.
- [Dickson et al., 1984] Dickson, J., Boutin, J., and Handfield, L. (1984). A comparison of two simple methods for measuring cyclic internal and effective stresses. *Materials Science & Engineering*, 64 :L7–L11.
- [Dickson et al., 1983] Dickson, J., Handfield, L., and L'Esperance, G. (1983). Cyclic softening and thermally activated deformation of titanium and zirconium. *Materials Science & Engineering*, 64 :L3–L7.
- [ELECTRIC, 1956] ELECTRIC, W. (1956). *Statistical Quality Handbook*. AT&T, Indianapolis, IN.
- [Fardoun et al., 1997] Fardoun, F., Polak, J., and Degallaix, S. (1997). Internal and effective stress analysis in stainless steels using the statistical approach method. *Materials Science & Engineering*, A234-236 :456–458.
- [Feugas, 1994] Feugas, X. (1994). *Microstructure et modélisation du comportement en fatigue uniaxiale et multiaxiale d'un alliage de titane biphasé*. PhD thesis, UTC.
- [Feugas, 1999a] Feugas, X. (1999a). Contribution à la compréhension des mécanismes de déformation plastique et d'endommagement des matériaux : un point de vue expérimental. Mémoire d'habilitation à diriger des recherches.
- [Feugas, 1999b] Feugas, X. (1999b). On the origin of the tensile flow stress in the stainless steel AISI 316L at 300K : back stress and effective stress. *Acta materialia*, 47 :3617–3632.
- [Feugas, 2003] Feugas, X. (2003). Tensile and cycle hardening : back and effective stresses concepts and their applications. *Recent Res. Dev. Mat. Sci.*, 4 :35–64.
- [Feugas and Clavel, 1997] Feugas, X. and Clavel, M. (1997). Cyclic deformation behavior of an  $\alpha/\beta$  titanium alloy : I- micromechanisms of plasticity under various loading paths. *Acta Metallurgica*, 45 :2685–2701.
- [Feugas and Gaudin, 2001] Feugas, X. and Gaudin, C. (2001). Different levels of plastic strain incompatibility during cyclic loading : in terms of dislocation density and distribution. *Materials Science & Engineering*, A309-310 :382–3850.

- [Fournier et al., 2006] Fournier, B., Rupin, N., Bigerelle, M., Najjar, D., and Iost, A. (2006). Application of the generalized lambda distributions in a statistical process control methodology. *Accepted by Journal of Process Control*.
- [Fournier et al., 2005] Fournier, B., Sauzay, M., Mottot, M., Brillet, H., Monnet, I., and Pineau, A. (2005). Experimentally based modelling of cyclically induced softening in a martensitic steel at high temperature. *Creep & Fracture in High Temperature Components - Design & Life Assessment Issues*, Eds I.A. Shibli, S.R. Holdsworth, G. Merckling, Destech Publications, Inc., Pennsylvania, USA.
- [Freinois, 2001] Freinois, S. (2001). *Mecanismes de corrosion de l'acier T91 par l'eutectique Pb-Bi utilise comme materiau de spallation*. PhD thesis, UTC.
- [Freinois et al., 2001] Freinois, S., Feaugas, X., and Pilvin, P. (2001). A polycrystalline model for stress-strain behaviour of tantalum at 300K. *J. Phys. IV. France*, 11 :301–308.
- [Friedel, 1956] Friedel, J. (1956). *Les dislocations*. Monographies de chimie physique, Gauthier-Villars, Paris.
- [Gaudin and Feaugas, 2004] Gaudin, C. and Feaugas, X. (2004). Cyclic creep process in AISI 316L stainless steel in terms of dislocation patterns and internal stresses. *Acta Materialia*, 52 :3097–3110.
- [Gibeling and Nix, 1980] Gibeling, J. and Nix, W. (1980). A numerical study of long range internal stresses associated with subgrain boundaries. *Acta Metallurgica*, 28 :1743–1752.
- [Gieseke et al., 1993] Gieseke, B., Brinkman, C., and Maziasz, P. (1993). The influence of thermal aging on the microstructure and fatigue properties of modified 9Cr-1Mo steel. *Microstructures and mechanical properties of aging material*.
- [Guillemer-Neel et al., 2000] Guillemer-Neel, C., Feaugas, X., and Clavel, M. (2000). Mechanical behavior and damage kinetics in nodular cast iron : Part II. Hardening and damage. *Metallurgical and Materials Transactions*, 31A :3075–3085.
- [Haddou, 2004] Haddou, H. (2004). *Influence de la taille de grain et de l'énergie de faute d'empilement sur l'état de contraintes internes développées au cours de la déformation plastique en traction simple et fatigue oligocyclique*. PhD thesis, UTC.
- [Haddou et al., 2001] Haddou, H., Gaudin, C., and Feaugas, X. (2001). Stacking fault energy (s.f.e.) and grain size effects (d) on the tensile behaviour of f.c.c. polycrystalline alloys at 300K : back and effective stress evolutions. *J. Phys. IV France*, 11.
- [Handfield et al., 1985] Handfield, L., Dickson, J., and L'Esperance, G. (1985). A comparison of cyclic deformation of two purities of zirconium. ICSMA7, Pergamon press, Canada.
- [Helbert et al., 1999] Helbert, A., Feaugas, X., and Clavel, M. (1999). The influence of internal stresses on the fracture toughness of a/b titanium alloys. *Metallurgical and Materials Transactions*, 30A :2853–2863.
- [Kim et al., 2003] Kim, H., Choi, M., Chung, C., and Shin, D. (2003). Fatigue properties of ultrafine grained low carbon steel produced by equal channel angular pressing. *Materials Science & Engineering*, A340 :243–250.

- [Kim and Weertman, 1988] Kim, S. and Weertman, J. (1988). Investigation of microstructural changes in a ferritic steel caused by high temperature fatigue. *Metallurgical Transactions A*, 19A :999–1007.
- [Kolmogorov, 1933] Kolmogorov, A. (1933). Sulla determinazione empirica di una legge di distribuzione. *Giornale dell' Instituto Italiano degla Attuari*, 4 :83–91.
- [Kruml and Polak, 2001] Kruml, T. and Polak, J. (2001). Fatigue softening of X10CrAl124 ferritic steel. *Materials Science & Engineering*, A319-321 :564–568.
- [Kuhlmann-Wilsdorf, 1979] Kuhlmann-Wilsdorf, D. (1979). Dislocation behavior in fatigue. IV. Quantitative interpretation of friction stress and back stress derived from hysteresis loops. *Materials Science & Engineering*, A39 :231–245.
- [Kuhlmann-Wilsdorf and Laird, 1979] Kuhlmann-Wilsdorf, D. and Laird, C. (1979). Dislocation behavior in fatigue. II. Friction stress and back stress as inferred from an analysis of hysteresis loops. *Materials Science & Engineering*, 372 :111–120.
- [Kunz and Lukas, 2001] Kunz, L. and Lukas, P. (2001). Cyclic stress-strain behavior of 9Cr-1Mo steel at positive mean stress. *Materials Science & Engineering*, A319-321 :555–558.
- [Lemaitre and Chaboche, 1987] Lemaitre, J. and Chaboche, J.-L. (1987). *Mechanics of Solid Materials*. Springer-Verlag.
- [Li, 1963] Li, J. (1963). Petch relation and grain boundary sources. *Transactions of the Metallurgical Society of Aime*, 227 :239–247.
- [Masing, 1923] Masing, G. (1923). *Wissenschaftliche Veroff Siemens Konzern*, 3 :231.
- [Meyers et al., 2005] Meyers, M., Mishra, A., and Benson, D. (2005). Mechanical properties of nanocrystalline materials. *Progress in Materials Science*.
- [Michalak, 1965] Michalak, J. (1965). The influence of temperature on the development of long-range internal stress during the plastic deformation of high-purity iron. *Acta Metallurgica*, 13.
- [Montgomery, 1985] Montgomery, D. (1985). *Introduction to Statistical Quality Control*. John Wiley, New York.
- [Moosbrugger et al., 2000] Moosbrugger, J., Morrison, D., and Jia, Y. (2000). Nonlinear kinematic hardening rule parameters – relationship to substructure evolution in polycrystalline nickel. *International Journal of Plasticity*, 16 :439–467.
- [Morris and Martin, 1984] Morris, M. and Martin, J. (1984). Microstructural dependence of effective stresses and activation volumes during creep. *Acta Metallurgica*, 32 :1609–1623.
- [Morrison et al., 2001] Morrison, D., Jia, Y., and Moosbrugger, J. (2001). Cyclic plasticity of nickel at low plastic strain amplitude : hysteresis loop shape analysis. *Materials Science & Engineering*, A314 :24–30.
- [Mughrabi et al., 1976] Mughrabi, H., Herz, K., and Stark, X. (1976). The effect of strain-rate on the cyclic deformation properties of  $\alpha$ -iron single crystals. *Acta Metallurgica*, 24 :659–668.

- [Mughrabi et al., 2004] Mughrabi, H., Höppel, H., and Kautz, M. (2004). Fatigue and microstructure of ultrafine-grained metals produced by severe plastic deformation. *Scripta Materialia*, 51 :807–812.
- [Mughrabi and Ungar, 2003] Mughrabi, H. and Ungar, T. (2003). Long-range internal stresses in deformed single-phase materials : the composite model and its consequences. in *Dislocations in solids*, 11 :345–407.
- [Nabarro, 1952] Nabarro, F. (1952). The mathematical theory of stationary dislocations. *Philosophical Magazine*, 1 :269–395.
- [Nagesha et al., 2002] Nagesha, A., Valsan, M., Kannan, R., Bhanu Sankara Rao, K., and Mannan, S. (2002). Influence of temperature on the low cycle fatigue behaviour of a modified 9Cr-1Mo ferritic steel. *International Journal of Fatigue*, 24 :1285–1293.
- [Nelson, 1984] Nelson, L. (1984). The Shewhart control chart - Tests for special causes. *Journal of Quality Technology*, 16 :237–239.
- [Nelson, 1985] Nelson, L. (1985). Interpreting Shewhart X control chart. *Journal of Quality Technology*, 17 :114–116.
- [Polack, 1991] Polack, J. (1991). *Cyclic plasticity and low cycle fatigue life of materials*. Elsevier Science Ltd.
- [Polak et al., 1996] Polak, J., Fardoun, F., and Degallaix, S. (1996). Effective and internal stresses in cyclic straining of 316 stainless steel. *Materials Science & Engineering*, A215 :104–112.
- [Polak et al., 2001a] Polak, J., Fardoun, F., and Degallaix, S. (2001a). Analysis of the hysteresis loop in stainless steels I. Austenitic and ferritic steels. *Materials Science & Engineering*, A297 :144–153.
- [Polak et al., 2001b] Polak, J., Fardoun, F., and Degallaix, S. (2001b). Analysis of the hysteresis loop in stainless steels II. Austenitic-ferritic duplex steels and the effect of nitrogen. *Materials Science & Engineering*, A297 :154–161.
- [Polak and Klesnil, 1984] Polak, J. and Klesnil, M. (1984). Cyclic stress-strain response and dislocation structures in polycrystalline copper. *Materials Science & Engineering*, A63 :189–196.
- [Polak et al., 2002] Polak, J., Petrevec, M., and Degallaix, S. (2002). On the analysis of the hysteresis loop of ferritic steel in cyclic straining. *Scripta Materialia*, 47 :731–736.
- [Risbet et al., 2001] Risbet, M., Feugas, X., and Clavel, M. (2001). Study of the cyclic softening of an under-aged gamma-precipitated nickel-base superalloy (Waspaloy). *J. Phys. IV. France*, 11.
- [Sauzay et al., 2005] Sauzay, M., Brillet, H., Monnet, I., Mottot, M., Barcelo, F., Fournier, B., and Pineau, A. (2005). Cyclically induced softening due to low-angle boundary annihilation in a martensitic steel. *Materials Science & Engineering*, A400-401 :241–244.

- [Sauzay et al., 2004] Sauzay, M., Mottot, M., Allais, L., Noblecourt, M., Monnet, I., and Perinet, J. (2004). Creep-fatigue behaviour of an AISI stainless steel at 550°C. *Nuclear Engineering & Design*, 232 :219–236.
- [Smirnov, 1939] Smirnov, N. V. (1939). Estimate of deviation between empirical distribution functions in two independent samples. *Bulletin of Moscow University*, 2 :3–16.
- [Smirnov, 1948] Smirnov, N. V. (1948). Table for estimating the goodness of fit of empirical distributions. *Annals of Mathematical Statistics*, 19 :279–281.
- [Sommer et al., 1998] Sommer, C., Mughrabi, H., and Lochner, D. (1998). Influence of temperature and carbon content on the cyclic deformation and fatigue behaviour of  $\alpha$ -iron. Part I. Cyclic deformation and stress-behaviour. *Acta Materialia*, 46 :1527–1536.
- [Swindeman et al., 2004] Swindeman, R., Santella, M., Maziasz, P., Roberts, B., and Coleman, K. (2004). Issues in replacing Cr-Mo steels and stainless steels with 9Cr-1Mo-V steel. *Pressure Vessels and Piping*, 81 :507–512.
- [Vasina et al., 1995] Vasina, R., Lukas, P., Kunz, L., and Sklenicka, V. (1995). Interaction of high cycle fatigue and creep in 9%Cr-1Mo steel at elevated temperature. *Fatigue Fract. Engng Mater. Struct*, 18 :27–35.
- [Yaguchi and Takahashi, 2000] Yaguchi, M. and Takahashi, Y. (2000). A viscoplastic constitutive model incorporating dynamic strain aging effect during cyclic deformation conditions. *International Journal of Plasticity*, 16 :241–262.
- [Yaguchi and Takahashi, 2005] Yaguchi, M. and Takahashi, Y. (2005). Ratchetting of viscoplastic material with cyclic softening, part 1 : experiments on modified 9Cr-1Mo steel. *International Journal of Plasticity*, 21 :43–65.
- [Zhang and Wu, 2005] Zhang, S. and Wu, Z. (2005). Designs of control charts with supplementary runs rules. *Computers & Industrial Engineering*, 49 :76–97.
- [Zhou et al., 2005] Zhou, D., Moosbrugger, J., Jia, Y., and Morrison, D. (2005). A substructure mixtures model for the cyclic plasticity of single slip oriented nickel single crystal at low plastic strain amplitudes. *International Journal of Plasticity*, 21 :2344–2368.



## **Annexe B**

# **Analysis of the hysteresis loops of a martensitic steel. Part II : Study of the influence of creep and stress relaxation holding times on cyclic behaviour**

*Cet article a été publié sous la référence :*

*B. Fournier, M. Sauzay, C. Caës, M. Noblecourt, M. Mottot  
and A. Pineau*

*Materials Science & Engineering A, 437, 197-211, 2006.*

## B.1 abstract

The second part of this work is devoted to the study of holding time effects on the cyclic plastic behaviour of a martensitic steel tested at 823K. Both relaxation and creep holding times of various durations were applied. The enhanced stress partitioning method presented in the first part [Fournier et al., 2006a] is used to evaluate the kinematic, isotropic and viscous parts of the cyclic stress. The bulk Young's modulus is found to vary significantly during cycling for creep-fatigue tests, which might be correlated to specific environmental interaction. The viscous stress measured at the end of the holding period tends to vanish as the holding time increases. The introduction of creep holding times enabled higher viscoplastic strains per cycle to be reached and allowed a larger range of strain rates to be studied. In all the cases tested, the observed softening effect is mainly due to the kinematic stress decrease. Nevertheless, even though the kinematic stress is always found to decrease with increasing accumulated viscoplastic strain, the initial magnitude of the creep-fatigue kinematic stress (measured at the end of the first holding period) can be either higher or lower than that of the corresponding pure-fatigue test. These effects of the holding period on the kinematic stress value can be related to the viscoplastic strain rate (and to the nature of the holding time : creep or relaxation). This dependency presents a maximum at intermediate strain rate, suggesting that two competing microstructural mechanisms control the magnitude of the kinematic stress. The enhanced stress partitioning method also enables the activation volume of both the creep and fatigue deformation mechanisms to be evaluated. The observed values are compared to those found in the literature.

## B.2 Introduction.

As mentioned in the first part of this work [Fournier et al., 2006a], in advanced power generation applications, 9-12%Cr martensitic steels will be submitted to cyclic loading including holding periods. For pure fatigue (PF) loading, the enhanced stress partitioning method presented in the first part [Fournier et al., 2006a] enabled the cyclic softening effect to be correlated with the decrease of the backstress ( $X$ ). In addition to the abundant evidence of a softening effect in PF loading at high temperatures [Gieseke et al., 1993, Nagesha et al., 2002, Kim and Weertman, 1988, Armas et al., 2002, Armas et al., 2004, Armas et al., 1998, Mebarki et al., 2004, Ebi and McEvily, 1994], this loss of mechanical resistance of martensitic steels has also been reported at lower temperatures [Nagesha et al., 2002, Yaguchi and Takahashi, 2005a, Kruml and Polak, 2001], for complex thermomechanical loadings [Armas et al., 2002, Zhang et al., 2002] and at various stress ratios ( $R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}}$ ) [Yaguchi and Takahashi, 2005a, Kunz and Lukas, 2001, Vasina et al., 1995]. Surprisingly enough, even though numerous studies have been dedicated to creep-fatigue interactions [Vasina et al., 1995, Tavassoli et al., 1997, Aoto et al., 1994, Goswami, 2004, Sugiura et al., 1994, Choudhary et al., 1996, Gegenbach and Klenk, 2004, Holdsworth, 2001, Mannan and Valsan, 2006, Taguchi et al., 1993, Asada, 1993] or cyclic creep

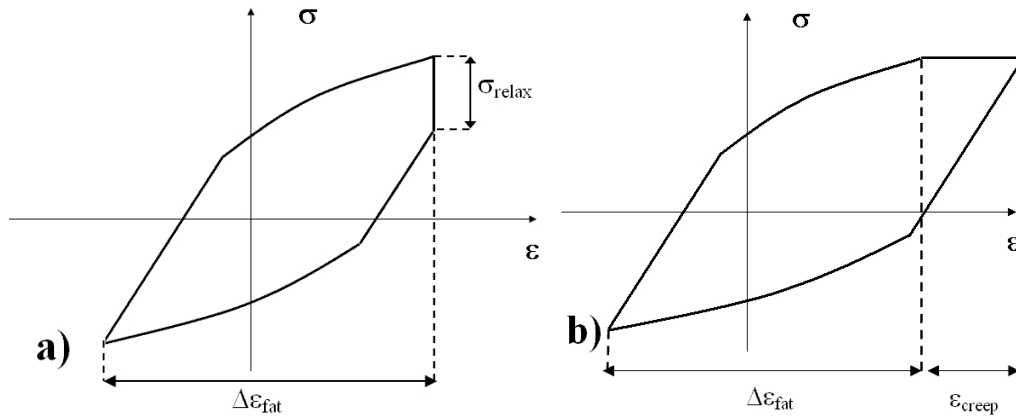
loadings [Straub et al., 1997, Raj, 1976], most of them are focussed on damage accumulation procedures and lifetime predictions. Only a very few studies precisely tackle the microstructural variations occurring during creep-fatigue tests [Vasina et al., 1995, Manan and Valsan, 2006, Kimura et al., 2006, Dubey et al., 2005] and their influence on the mechanical behaviour of 9%Cr steels. Therefore, although the general features of creep-fatigue interactions in terms of damage [Pineau, 1989, Sadananda and Shahinian, 1981] are relatively well documented for these steels, to the authors knowledge, no detailed deformation mechanism map, often drawn from such creep-fatigue tests [Priest and Ellison, 1981, Beere, 1981], exists for the 9%Cr steel family.

The creep properties of these steels have been extensively studied [Kimura et al., 2006, Polcik et al., 1999, Pesicka et al., 2003, Jones et al., 1991, Ennis et al., 2000, Kimura et al., 2000, Ennis and Czyrska-Filemonowicz, 2002, Cadek et al., 1998] and several semi-empirical models, based on the prediction of microstructural coarsening [Dubey et al., 2005, Qin et al., 2003, Okamura et al., 1999, Spigarelli et al., 1999, Cerri et al., 1998, Orlova et al., 1998, Barkar and Agren, 2005], have been developed to account for the creep behaviour of 9-12%Cr martensitic steels. However, until very recently [Sauzay et al., 2005, Fournier et al., 2005], no model based on microplasticity mechanisms, such as those identified by TEM (Transmission Electron Microscopy) examination combined with stress partition (c.f. [Gaudin and Feaugas, 2004] for 316 austenitic steel), was available for the description and prediction of their (creep-)fatigue mechanical behaviour. Therefore, the aim of the present study is to experimentally quantify the variations of the three stress components ( $X$ ,  $R$ ,  $\sigma_v$ ) of a 9%Cr martensitic steel submitted to asymmetric cyclic loadings and to relate them to microstructural deformation mechanisms. The present article thus details the study of the cyclic hysteresis loops of creep-fatigue (denoted CF) and relaxation-fatigue (denoted RF) tests carried out under either tensile or compressive holding periods for a wide range of holding times and cyclic strain amplitudes. Firstly, after introducing the experimental conditions, the CF test results are presented. Such tests, where the stress is kept constant (at peak stress), whereas the fatigue cycle is under strain control, have rarely been reported in the literature. Nevertheless, these tests enable higher viscoplastic strains per cycle to be reached than in normal RF tests and a wider range of viscoplastic strain rates to be studied. Secondly, the results of the RF tests are discussed. In both cases, the cycle-by-cycle variations of the isotropic ( $R$ ), kinematic ( $X$ ) and viscous ( $\sigma_v$ ) stresses are detailed. The last part is dedicated to the link between microstructural TEM observations and the mechanical results. Possible deformation mechanisms are suggested to account for the test results.

## B.3 Experiments

The material and specimen are identical to those of the pure fatigue (PF) tests presented in the first part of this work [Fournier et al., 2006a]. As previously mentioned the tests were carried out under total strain control. Nevertheless, for the holding time periods, either the total strain (RF test) or the stress (CF test) were held constant at

peak tensile strain. Results with a compressive holding time are also presented. Using a numerical system, the tensile and compressive stress peaks were continuously recorded. Stress-strain hysteresis loops and stress relaxation curves during the holding period were recorded and led to the schematic shown in figure B.1.



**FIG. B.1 :** Schematic shapes of the hysteresis loops of a) a RF test and b) a CF test.

All the tests were carried out at 823K. For CF tests, the maximum stress was held constant until a given creep strain  $\epsilon_{creep}$  was reached. For RF tests, the holding period was stopped at a given duration. Tables B.1 and B.2 present the different fatigue strain ranges and tensile holding times tested in addition to the relaxed stress measured at half-life  $\left(\frac{N_f}{2}\right)$  for RF tests.

	$\epsilon_{creep}(\%)$					
$\Delta\epsilon_{fat}(\%)$	0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
0.4	4	1	0	1	0	0
0.5	3	2	1	1	0	0
0.6	4	0	0	1	0	1
0.7	3	1	1	1	1	1
1	5	2	1	1	0	1

**TAB. B.1 :** Number of CF tests carried at 823K for each testing condition

Additionally to these CF and RF tests, four sequential tests were carried out at 823K and  $\Delta\epsilon_{fat} = 0.7\%$ . During these four pure-fatigue tests a single long relaxation (fifteen days) was applied either after the first loading or after the 500<sup>th</sup> cycle. All the other cycles corresponded to pure-fatigue strain loading. These tests were carried out in order to obtain additional information about the interaction between relaxation and cycling and their respective influence on the mechanical behaviour.

$\Delta\varepsilon_{fat}(\%)$	holding time(min)		
	10	30	90
0.6	0	86	97
0.7	99	103	0
1	0	120	0

**TAB. B.2 :** Stress relaxation (in MPa) measured at  $\frac{N_f}{2}$  of RF tests carried at 823K for each testing condition

## B.4 Results

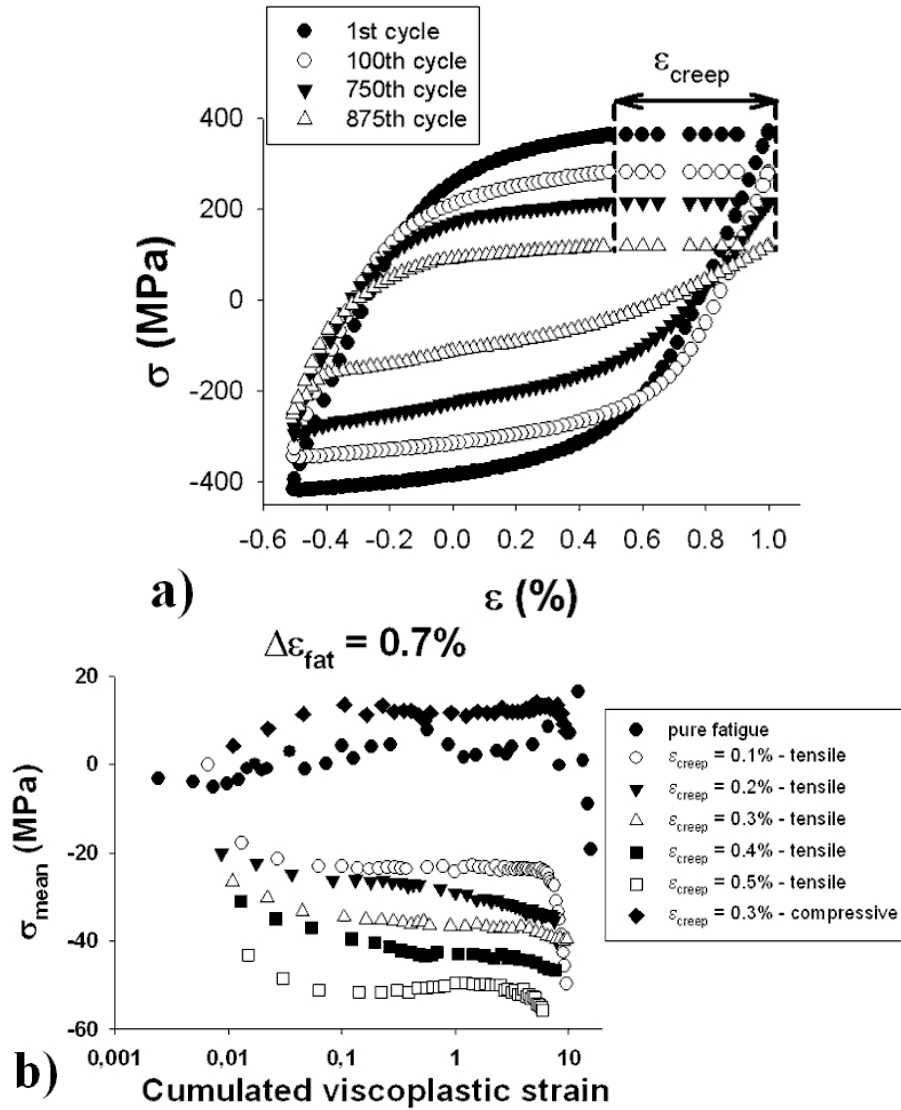
In the following graphs, the variations of the kinematic, isotropic and viscous parts of the cyclic stress are plotted in terms of accumulated viscoplastic strain and not in terms of number of fatigue cycles. The chosen plots facilitate the comparison of the different results and their interpretation in terms of the physical mechanisms responsible for (visco)plastic deformation, and they are very often used in fatigue and micromechanical modelling [Lemaitre and Chaboche, 1987, Zhou et al., 2005, Hoc and Forest, 2001]. Additionally, observations of the heads of the specimens [Sauzay et al., 2005] showed that no significant microstructural change occurred due to the effect of ageing. Therefore, the results were not plotted in terms of time, but in terms of accumulated viscoplastic strain.

### B.4.1 Cyclic creep tests.

#### B.4.1.1 Variation of the stress range ( $\frac{\Delta\sigma}{2}$ )

In order to illustrate the overall variation of the shapes of the CF hysteresis loops, figure B.2.a presents four hysteresis loops recorded at the 1<sup>st</sup>, 100<sup>th</sup>, 750<sup>th</sup> and 875<sup>th</sup> cycles for a CF test carried out at a fatigue strain range  $\Delta\varepsilon_{fat} = 1\%$  and a creep strain  $\varepsilon_{creep} = 0.5\%$ . As in the case of PF tests, a significant softening effect of the steel is observed during cycling. The viscoplastic strain range increases slightly during cycling since the tests are controlled on total strain. This figure also reveals that, between the 750<sup>th</sup> and the 875<sup>th</sup> cycles, macroscopic damage has appeared and developed, since the compressive half loop of the 875<sup>th</sup> is strongly distorted.

In CF tests, due to the holding period, the strain interval is not symmetrical anymore, since the total strain varies between  $-\frac{\Delta\varepsilon_{fat}}{2}$  and  $\frac{\Delta\varepsilon_{fat}}{2} + \varepsilon_{creep}$ . Due to the constant stress applied during the holding period, this asymmetrical loading results in the existence of a compressive mean stress (since the holding period is in tension). Since the additional viscoplastic creep strain must be erased during the compressive half loop, the magnitude of the peak compressive stress is larger than that of the maximum tensile stress. Figure B.2.b presents variations of the measured mean stress values for a PF test and CF tests carried out at the same  $\Delta\varepsilon_{fat}$  and various creep strains. In the case of the PF test



**FIG. B.2 :** a) Shapes of the hysteresis loops obtained for a CF test at  $\Delta\epsilon_{fatigue} = 1\%$  and  $\epsilon_{creep} = 0.5\%$ , b) variation of the mean stress for PF and CF tests (with either tensile or compressive holding time) at different creep strains and for  $\Delta\epsilon_{fat} = 0.7\%$

( $\epsilon_{creep} = 0$ ), a slightly positive mean stress ( $\sigma_{mean} \leq 10\text{MPa}$ ) is observed. As expected, the magnitude of the compressive mean stress increases (up to  $55\text{MPa}$  in some cases) as the imposed creep strain  $\epsilon_{creep}$  and the accumulated viscoplastic strain  $\epsilon_{cum}^{vp}$  increase for CF tests. This figure also presents the mean stress obtained for a CF test with compressive holding time. It is found to be opposite to the sign of stress during the holding period, even though its magnitude is relatively lower than that of the corresponding CF test with tensile holding.

As noted in figure B.2, a significant softening effect is also measurable under CF loading. The main question arising is thus : "*do the interactions between fatigue and creep strain modify the softening rate or amplitude ?*". Figure B.3.a shows that for high fatigue strain range ( $\Delta\epsilon_{fat} = 1\%$ ) whatever the applied creep strain, the stress range  $\frac{\Delta\sigma}{2}$  lies on the same curve when plotted in terms of accumulated viscoplastic strain  $\epsilon_{cum}^{vp}$  defined as :

$$\epsilon_{cum}^{vp}(N) = 2 \sum_{i=1}^N \epsilon^{vp}(i) \quad (\text{B.1})$$

where  $\epsilon^{vp}(i) = \Delta\epsilon_{fat} + \epsilon_{creep} - \frac{\Delta\sigma(i)}{E}$  is the viscoplastic strain experienced by the sample during cycle  $i$ .

This result may mean that there is no difference in the softening mechanism between fatigue and CF loadings at high strain range. Nevertheless, when studying the peak tensile stress (figure B.3.b), this uniqueness of the softening rates does not hold anymore, and the higher the applied creep strain  $\epsilon_{creep}$  is, the stronger and the faster the softening. This discrepancy between tensile peak stress and stress range variations might seem surprising. However, as for the existence of a compressive mean stress, it is linked to the fact that, in compression, the additional  $\epsilon_{creep}$  must be erased during load reversal.

For lower fatigue strain ranges (figure B.3.c), even the stress range  $\frac{\Delta\sigma}{2}$  decreases faster when a creep strain is applied, suggesting that CF and fatigue softening effects may originate from different mechanisms. No trivial conclusion can be drawn from these apparently contradictory results, which will be discussed further below.

#### B.4.1.2 Variation of the isotropic stress ( $R$ )

The variations of the isotropic stress for CF tests are almost identical, whatever the fatigue strain range  $\Delta\epsilon_{fat}$ . Figure B.4 presents those obtained for  $\Delta\epsilon_{fat} = 0.7\%$ . Both the compressive and tensile isotropic stresses are plotted. In tension, the isotropic stress is completely insensitive to the presence or not of a holding period and, as in the PF case, it does not decrease (or only very slightly) during cycling, except at the very end of the test. However, the corresponding results are biased by the presence of a macroscopic crack in the specimen. The compressive isotropic stress appears to be always lower than that obtained in PF even though it only decreases slightly.

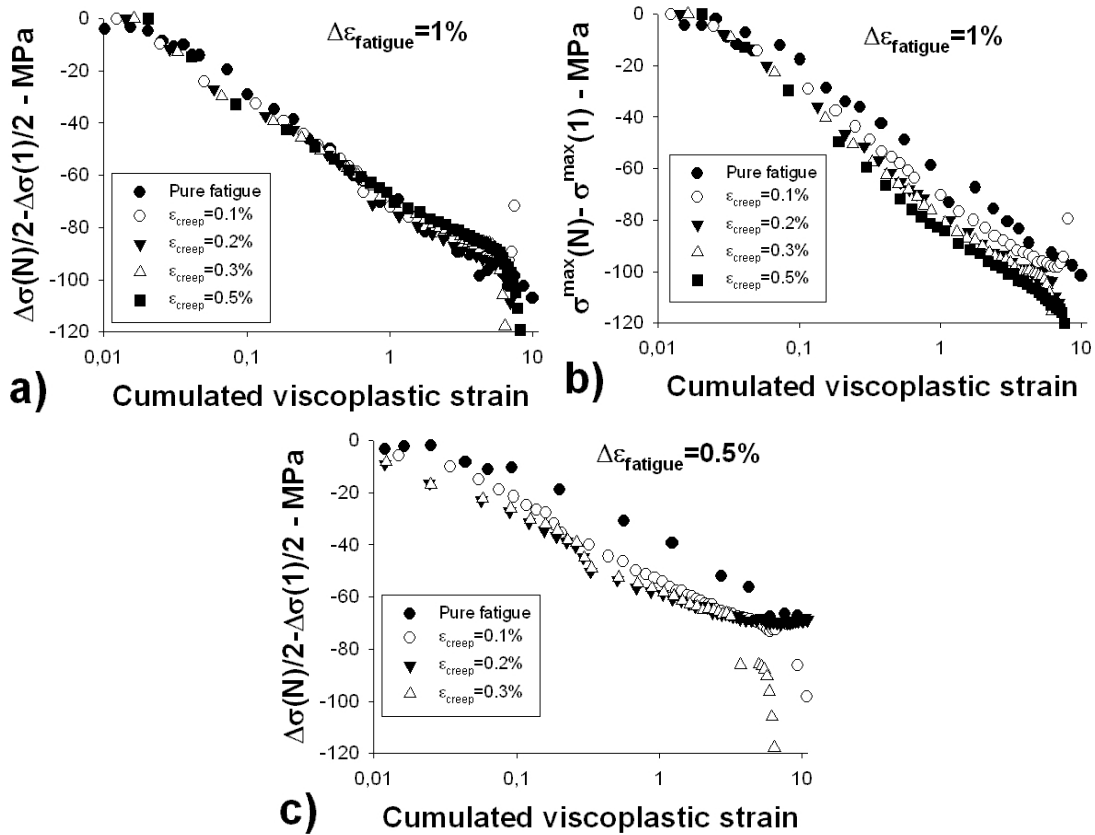


FIG. B.3 : Variation of a) the stress amplitude  $\Delta\sigma/2$  and b) of the maximum stress  $\sigma^{max}$  for CF tests at  $\Delta\epsilon = 1\%$ . c) variation of the stress amplitude for a CF test at  $\Delta\epsilon = 0.5\%$ .

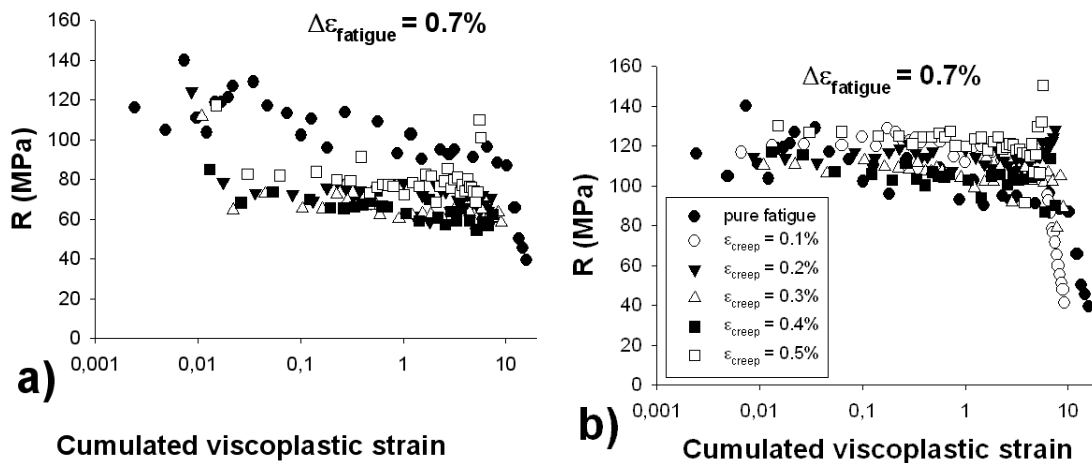


FIG. B.4 : Variation of the isotropic stress a) in compression and b) in tension for PF and tensile CF tests at  $\Delta\epsilon_{fatigue} = 0.7\%$ .



### B.4.1.3 Variation of the kinematic stress ( $X$ )

As a general feature of fine and ultra-fine grained alloys (e.g. low carbon steels [Kim et al., 2003], copper and aluminium alloys [Agnew and Weertman, 1998, Mughrabi et al., 2004], or even nanocrystalline materials [Meyers et al., 2005]), the backstress is known to be a major part of the cyclic stress. In PF tests, the first part of this work [Fournier et al., 2006a] led to the conclusion that the cyclic softening effect was mainly linked to the decrease of the kinematic part of the cyclic stress  $X$ . Figures B.5 a) to f) present the variation of both the compressive and the tensile kinematic stresses for  $\Delta\varepsilon_{fat}$  equal to 1%, 0.5% and 0.4% and for various applied creep strains. In all cases, in compression,  $X$  is higher for CF tests than for PF ones. For  $\Delta\varepsilon_{fat}$  equal to 1% and 0.5%, the cyclic decrease of  $X$  in compression is comparable for fatigue and CF tests and the amount of applied creep strain does not play a significant role (at least for  $\varepsilon_{creep} \geq 0.1\%$ ). However, this does not hold anymore for the lowest fatigue strain range (see figure B.5 e), since on the one hand  $X$  decreases faster when the applied creep strain increases, and on the other hand in the PF test,  $X$  remains almost constant during the first cycles. This is not the case in the CF tests.

In tension, the influence of creep periods on the kinematic stress value depends on the fatigue strain range applied. Indeed, as shown in figure B.5.b, for  $\Delta\varepsilon_{fat} = 1\%$ , the CF kinematic stress is always 100MPa higher than the PF stress. The applied creep strain thus leads to a strong increase in  $X$ . For an intermediate fatigue strain range ( $\Delta\varepsilon_{fat} = 0.5\%$ ), applying a creep strain of 0.1% increases  $X$  by approximately 50MPa, whereas higher creep strains lead to a kinematic stress appreciably equals to that of the PF test. Finally, for the lowest fatigue strain range tested ( $\Delta\varepsilon_{fat} = 0.4\%$ ), the kinematic stress measured at a given  $\varepsilon_{cum}^{vp}$  is found to be smaller when applying a creep period.

In addition, for  $\Delta\varepsilon_{fat} = 0.5\%$  and 0.4%, the kinematic stress of PF tests presents a kind of incubation phase, during which it remains almost constant before decreasing. In none of the CF tests has this delayed decrease of  $X$  been measured; instead  $X$  immediately decreases after the first cycle. These results suggest a complex dependency between  $X$  and the applied creep strain. Several competing mechanisms and phenomena may thus be involved in the kinematic stress variations. Exploratory explanations will be suggested in the discussion below.

The influence of the fatigue strain range on  $X$  in CF tests is also illustrated in figure B.6, where the variations of the kinematic stress are plotted for a given applied creep strain at various fatigue strain ranges. As expected, the kinematic stress amplitude increases with the applied fatigue strain for a given  $\varepsilon_{cum}^{vp}$ . Moreover, it can be seen that the higher the fatigue strain range, the faster  $X$  decreases. Here again, this suggests that the fatigue strain range or an associated parameter plays a major role in the variations of the kinematic stress under CF loading.

Additionally, figures B.5 and B.6 show that, whatever the testing conditions, the kinematic stress decrease can be satisfactorily described by a logarithmic relationship :

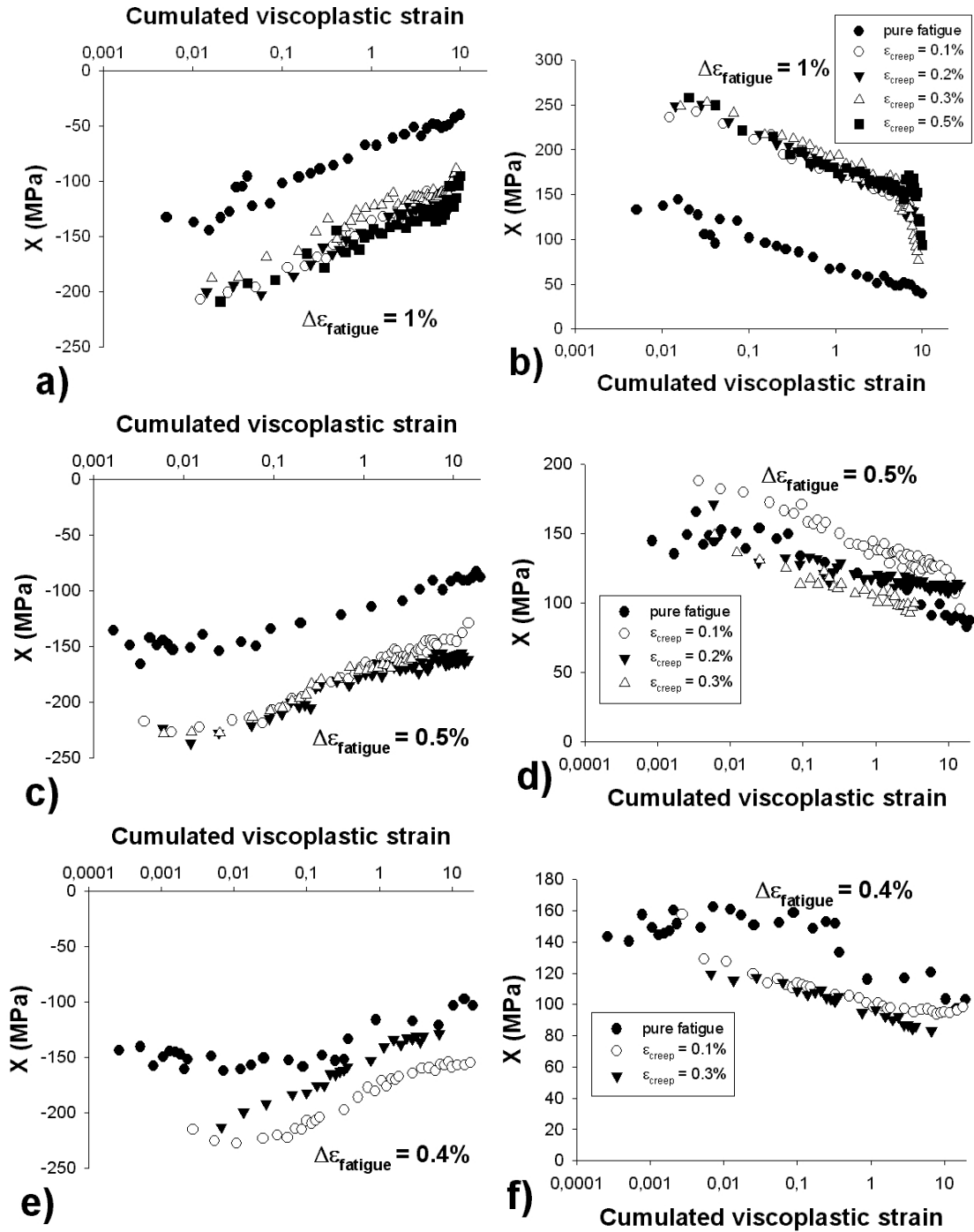


FIG. B.5 : Variation of the kinematic stress both in compression and in tension for PF and tensile CF tests at a) and b)  $\Delta\epsilon_{fatigue} = 1\%$ , c) and d)  $\Delta\epsilon_{fatigue} = 0.5\%$ , e) and f)  $\Delta\epsilon_{fatigue} = 0.4\%$ .

$X = a \cdot \log(\epsilon_{cum}^{vp}) + c$  (with  $a$  and  $c$  depending on the test and  $\epsilon_{cum}^{vp} \geq \epsilon_{inc}^{vp}$  corresponding to the accumulated viscoplastic strain related to the observed incubation phase) before macroscopic damage leads to an abrupt decrease in  $X$ .

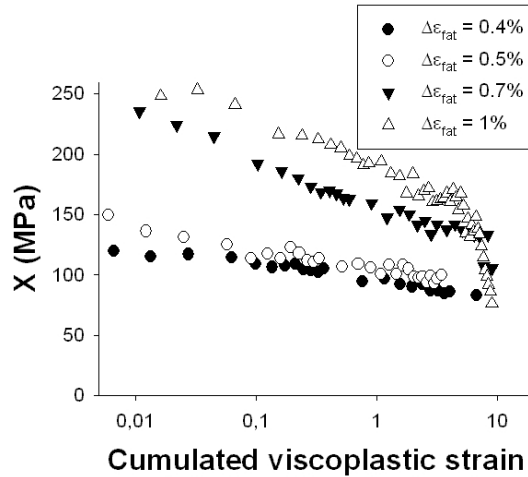


FIG. B.6 : Variation of the kinematic stress in tension for tensile CF tests at different fatigue strains and the same creep strain  $\epsilon_{creep} = 0.3\%$ .

#### B.4.1.4 Variation of the viscous stress ( $\sigma_v$ )

As highlighted by the PF tests studied in the first part [Fournier et al., 2006a] of this work, and mentioned in the literature, viscosity is one of the main mechanisms controlling the deformation of martensitic steels, especially for temperatures above 673K [Yaguchi and Takahashi, 2005a, Zhang et al., 2002, Sawada et al., 2003]. This effect has already been taken into account in the cyclic ratchetting modelling of 9%Cr steels [Yaguchi and Takahashi, 2005b]. Figure B.7 shows the variation of the viscous stress  $\sigma_v$  for CF tests with various tensile holding times and  $\Delta\epsilon_{fat} = 1\%$ . In compression, the viscous stress is virtually insensitive to the addition of a holding period in tension. On the contrary. However, in tension, the viscous stress, measured at the end of the holding period, is severely reduced by the application of a creep hold. As expected, due to the decrease of the strain rate, the viscous stress, which was initially around 130MPa in PF, falls to 50 and 35MPa respectively for  $\epsilon_{creep} = 0.1\%$  and  $0.2\%$ . For higher applied creep strain, the viscous stress is negligible. Additionally, the results obtained for smaller fatigue strain ranges show that, as soon as  $\epsilon_{creep} = 0.1\%$  the viscous stress can be considered as almost null. Therefore, it appears that when a creep strain is applied, the viscous stress, which may have attained up to one third of the total PF stress, decreases very rapidly.

Such a decrease might have been expected since the viscous stress is linked to the strain rate and their relationship is often expressed in the following way :

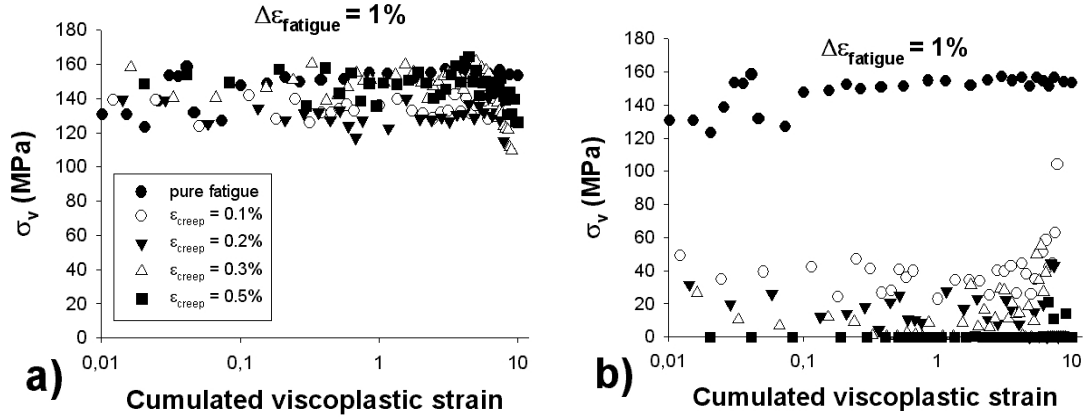


FIG. B.7 : Variation of the viscous stress a) in compression and b) in tension for PF and tensile CF tests at  $\Delta\epsilon_{fatigue} = 1\%$ .

$$\dot{\epsilon}^{vp} = \dot{\epsilon}_0^{vp} \times \exp\left(-\frac{Q - V^*\sigma_v}{kT}\right) \quad (B.2)$$

$$\dot{\epsilon}^{vp} = \dot{\epsilon}_0^{vp} \times \exp\left(\frac{-Q}{kT}\right) \times \exp\left(\frac{V^*\sigma_v}{kT}\right) \quad (B.3)$$

Defining  $\alpha$  as  $\dot{\epsilon}_0^{vp} \times \exp\left(\frac{-Q}{kT}\right)$ , this leads to :

$$\dot{\epsilon}^{vp} = \alpha \times \exp\left(\frac{V^*\sigma_v}{kT}\right) \quad \text{with } \alpha \in \mathbb{R} \quad (B.4)$$

where  $Q$  is the enthalpy,  $V^*$  the activation volume of the deformation mechanism,  $k$  the Boltzmann constant and  $T$  the absolute temperature. Thus, as the creep strain rate is much smaller than that of PF, the viscous stress is expected to decrease.

## B.4.2 Cyclic and sequential relaxation tests.

### B.4.2.1 Variation of the stress range ( $\frac{\Delta\sigma}{2}$ )

RF tests and sequential tests were studied in the same way. Figure B.8 presents the variation of the stress range  $\Delta\sigma/2$  with the accumulated viscoplastic strain for a fatigue strain amplitude  $\Delta\epsilon_{fat} = 0.7\%$  and various relaxation times. It appears that the softening effect is faster and starts at the first cycle under RF loading, in contrast to PF, for which the softening is a little delayed. Nevertheless, there is no difference between 10 and 30 minutes of holding time. For  $\epsilon_{cum}^{vp} \simeq 10$ , the stress range is approximately equal to that obtained in PF. The same variations were observed for relaxation holds of 30 and 90 minutes at  $\Delta\epsilon_{fat} = 0.6\%$ .

For sequential RF tests (PF tests with one single fifteen-day relaxation), there was no

difference from the PF test in the variation of the stress range, whatever the position (1<sup>st</sup> or 500<sup>th</sup> cycle) of the 15 days of relaxation.

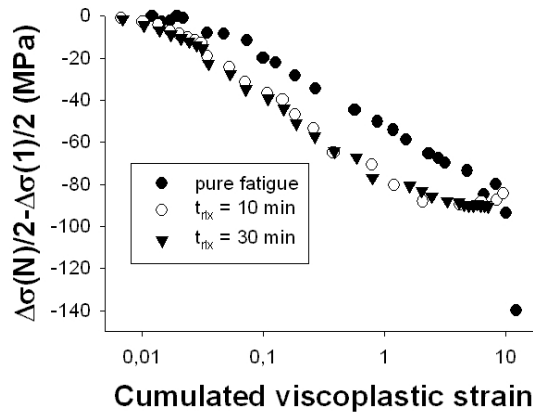


FIG. B.8 : Variation of the stress amplitude  $\Delta\sigma/2$  for RF tests at  $\Delta\varepsilon = 0.7\%$ .

#### B.4.2.2 Variation of the isotropic stress ( $R$ )

Absolutely no influence of relaxation, either in cyclic or sequential tests, was observed on the isotropic stress, which is approximately the same as in PF tests.

#### B.4.2.3 Variation of the kinematic stress ( $X$ )

Figure B.9 presents the variation of the kinematic stress for the cyclic RF tests. in contrast to the isotropic stress, relaxation significantly lowers the value of the kinematic stress, which is visible already at the first cycle. Here again, the duration of the holding period has no influence. (No difference is visible between 10 and 30 minutes.) The difference of  $X$  between RF and PF vanishes for high accumulated viscoplastic strains. Such a decrease of the backstress during constant-strain holding periods has already been measured in 2.25%Cr-1Mo steel by Challenger & Vining [Challenger and Vining, 1983] who linked it to the effective dislocation barrier strength of the carbides, which changes during asymmetric loadings.

For the sequential relaxation tests, when the fifteen-day relaxation period occurs at the end of the first loading, there is no difference between this and the PF  $X$ , except just after the relaxation. The cross in figure B.9 represents the kinematic stress measured at the end of the relaxation period. Surprisingly enough, the value obtained is negative ( $-18\text{MPa}$ ). When the relaxation period occurs after 500 fatigue cycles, the kinematic stress is also negative ( $-30\text{MPa}$ ) just after the relaxation phase. These unexpected and rather unrealistic negative values may be interpreted in two ways. On the one hand, these values should

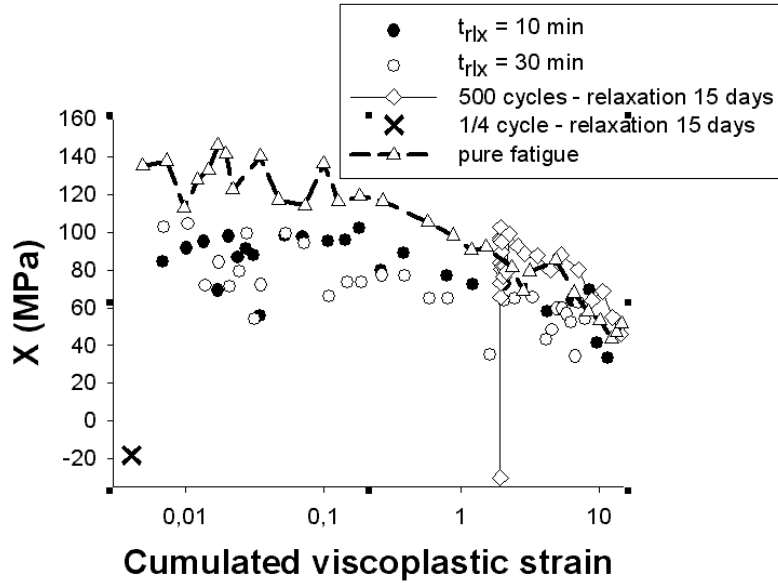


FIG. B.9 : Variation of the kinematic stress for cyclic and sequential RF tests at  $\Delta\varepsilon = 0.7\%$ .

be considered as null, the low number of points available and the precision of the stress partitioning method (evaluated as around  $\pm 15\text{MPa}$  in the first article) leading to slightly negative values, whereas the “true” backstress is negligible. On the other hand, the direct use of the Cottrell partition scheme [Cottrell, 1953, Dickson et al., 1983, Dickson et al., 1984, Handfield et al., 1985] should be discussed in the case of hysteresis loops with holding periods. Indeed, the calculation of  $X$ ,  $R$  and  $\sigma_v$  with the following equations :

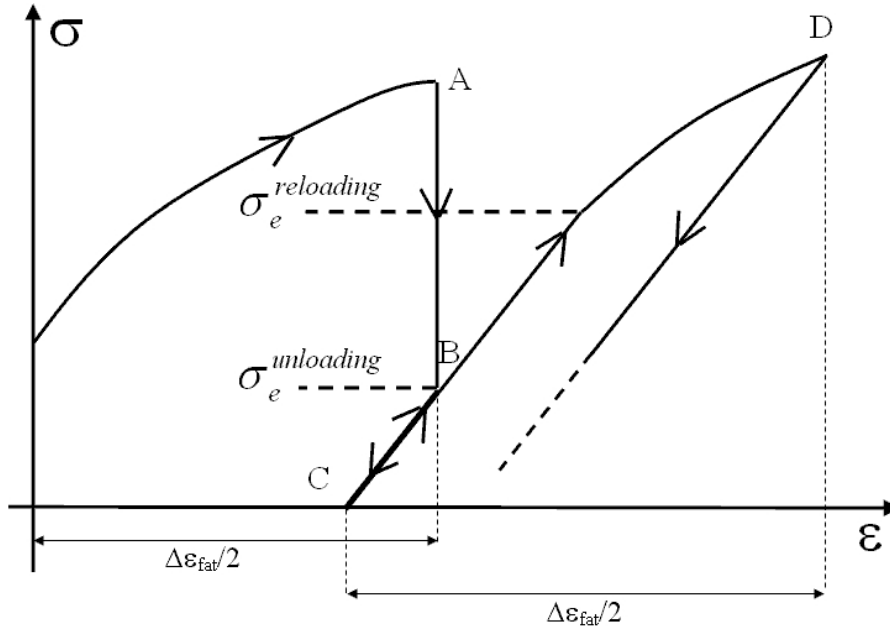
$$X = \frac{\sigma_e^{max} + \sigma_e^{min}}{2} \quad (\text{B.5})$$

$$\sigma_v = \sigma_{max} - \sigma_e^{max} \quad (\text{B.6})$$

$$R = \frac{\sigma_e^{max} - \sigma_e^{min}}{2} \quad (\text{B.7})$$

is based on the assumption that  $\sigma_e^{max}$  and  $\sigma_e^{min}$  are respectively the tensile and compressive yield stress and  $\sigma_{max} \geq \sigma_e^{max}$ . Under PF loading this hypothesis is usually valid. Nevertheless, when a holding period (either a creep or relaxation hold) is applied, the viscoplastic strain rates at the end of this holding period are much lower than during cycling. Therefore, the assertion that the stress at the end of the holding period (denoted  $\sigma_e^{unloading}$  at point B in figure B.10) actually corresponds to the tensile yield stress of the material may be questionable. In order to investigate this point two additional sequential RF tests were carried out. Here again, a fifteen-day relaxation period was applied either after the first loading or after the 500<sup>th</sup> cycle. However, after the relaxation period (point

B), instead of simply continuing the cyclic loading, the stress was brought back to zero (point C) and a new PF test was carried out (towards point D). This procedure, illustrated in figure B.10, enables the tensile yield stress after relaxation (denoted  $\sigma_e^{reloading}$ ) to be evaluated.



**FIG. B.10 :** Schematic illustration of the additional sequential RF tests carried out with a tensile reloading at the end of the holding period.

The results obtained are gathered in table B.3. In both cases, the tensile yield stress obtained after reloading is higher than the stress reached at the end of the relaxation time. This leads to higher (and positive) values of both  $X$  and  $R$ . Such a difference between the actual tensile yield stress and the stress reached at the end of the relaxation may, at least partly, be explained by a pronounced strain rate effect observed at high temperature on these steels. This is illustrated in figure B.11, where monotonic tensile tests were carried at various strain rates.

Relaxation position	$\sigma_e^u$ (MPa)	$X^u$ (MPa)	$R^u$ (MPa)	$\sigma_e^r$ (MPa)	$X^r$ (MPa)	$R^r$ (MPa)
1 <sup>st</sup> cycle	107	-18	89	296	76.5	220
500 <sup>th</sup> cycle	121	-30	151	262	40.5	222

**TAB. B.3 :** Comparison of the stresses obtained for the sequential RF tests either with a tensile reloading (noted  $r$ ) or without (noted  $u$ ).

These results imply that, especially for RF tests, but also for CF tests, the values of  $X$  and  $R$  obtained by the direct application of the Cottrell partition scheme should be

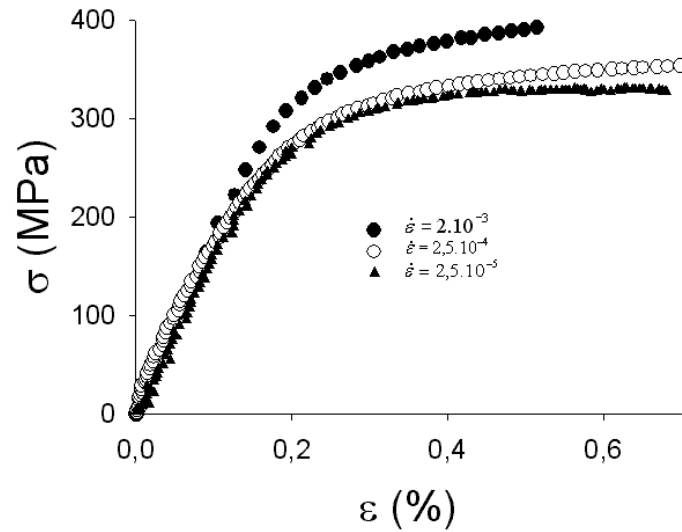


FIG. B.11 : Monotonic tensile curves obtained at 823K for  $2.5 \times 10^{-5} \leq \dot{\epsilon} \leq 2 \times 10^{-3}$ .

considered as being underestimated, due to the differences in strain rate between the holding period and the cyclic period. These underestimates can be up to 100MPa in RF, whereas for CF tests, where the creep rate is generally higher (the same order of magnitude as in figure B.11), the underestimate is thought to be less pronounced ( $\leq 50MPa$ ).

The results of figure B.9 suggest that even a very long relaxation does not modify the microstructure in such a way as to change the long-term characteristics of the kinematic stress ; except for the first cycle after relaxation, the following cycles present the same kinematic stress as if there had been no relaxation. Nonetheless, when a relaxation holding period is applied at each cycle, the dislocation rearrangements occurring during these holding periods tend to lower  $X$ . This particular result (also found in [Sauzay et al., 2004]), clearly invalidates one of the usual methods encountered in the literature to evaluate  $\sigma_v$  [Jeong et al., 1999]. In this method, a relaxation test is carried out and the viscous stress is measured as the global stress decreases, the stress at the end of the relaxation (when the stress decrease has stopped) being the internal stress. However, the present results show that during relaxation the kinematic stress also decreases as already noted by Feaugas [Feaugas, 1999] and measured by Sauzay [Sauzay et al., 2004]. Other methods based on successive short relaxation or creep phases [Blum and Finkel, 1982, Martin et al., 2002, Orlova et al., 1995, Lo Piccolo et al., 2001] evaluate the viscous stress using the assumption that, during relaxation :  $\Delta X \ll \Delta(R + \sigma_v)$  [Lo Piccolo et al., 2001]. The above results show that, for long holding periods, this relationship does not hold anymore, and thus, these methods must be used with caution (very short holding times must be applied).



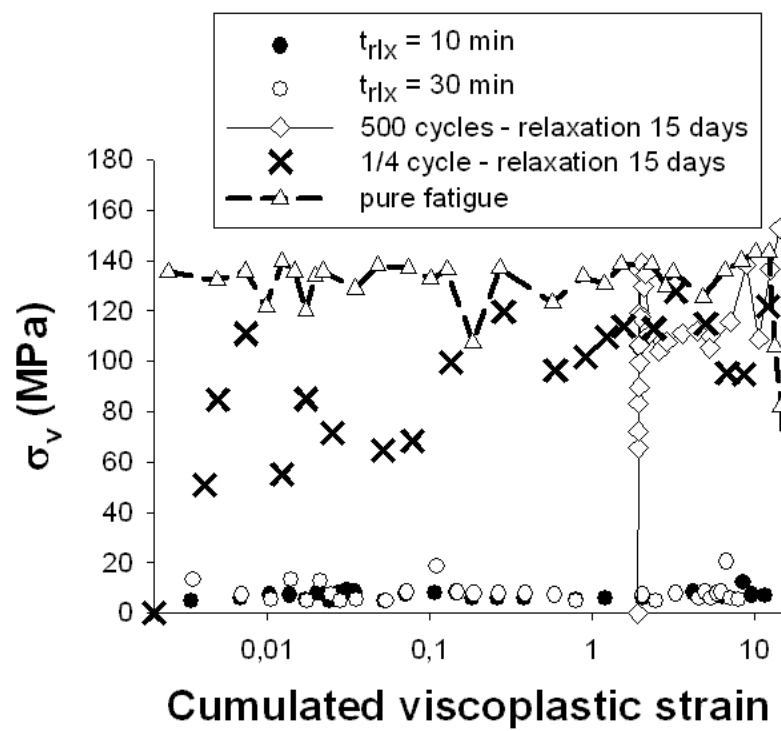


FIG. B.12 : Variation of the viscous stress for cyclic and sequential RF tests at  $\Delta\epsilon = 0.7\%$ .

#### B.4.2.4 Variation of the viscous stress ( $\sigma_v$ )

As far as the viscous stress is concerned, the RF tests lead to its vanishing, as in the CF case. Figure B.12 presents the viscous stress values for the cyclic RF tests and the sequential tests. For cyclic holding times of 10 and 30 minutes the viscous stress completely vanishes for  $\Delta\varepsilon_{fat} = 0.7\%$ . For sequential tests, when the relaxation period is applied at the first cycle, the viscous stress is null just after it, but finally reaches almost its PF value (in fact it always remains 20 MPa lower than this) after a given number of cycles (approximately 100). When the holding period is applied after 500 cycles, the number of cycles needed to reach a viscous stress of approximately the value in the PF is a little shorter (approximately 50 cycles).

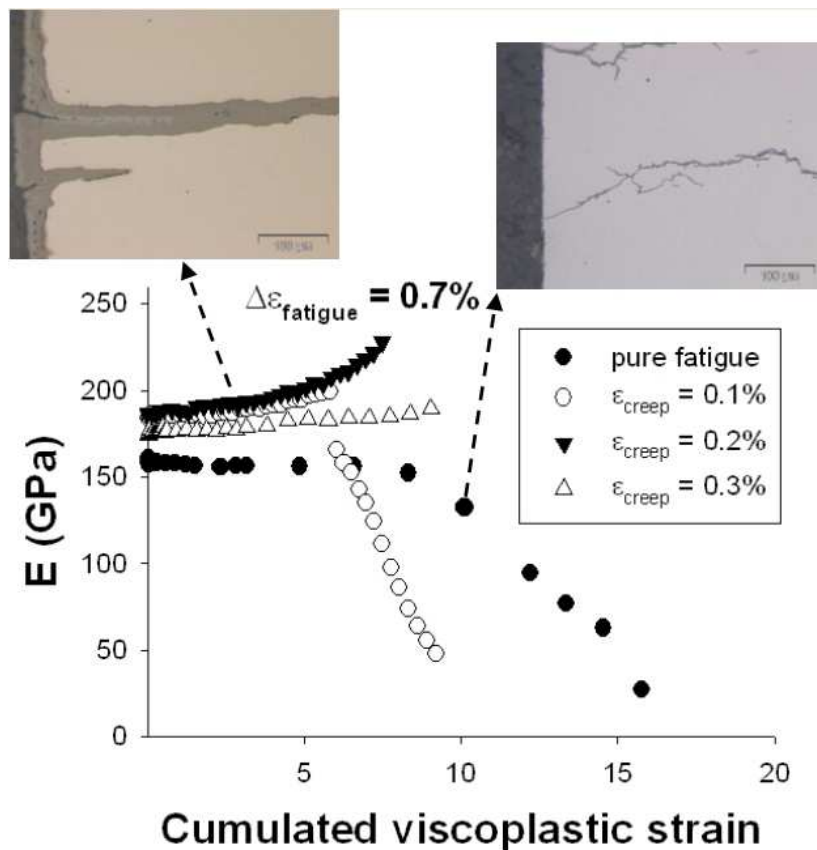
## B.5 Discussion

The above results supply a large amount of information about the effects of the interactions between holding times and cyclic loading on the mechanical behaviour of 9-12%Cr martensitic steels. The following part tackles the effect of holding times on the effective Young's modulus, and discusses the variations of the three stress components ( $X$ ,  $R$ , and  $\sigma_v$ ) before comparing these results to previous models.

### B.5.1 Variations of the effective Young's modulus.

The enhanced stress partitioning method enables us to evaluate an effective Young's modulus during cycling. In PF, this appeared to decrease slightly until an abrupt decrease occurred due to macroscopic crack propagation. Surprisingly enough, in CF tests, the effective Young's modulus was found to be always initially higher  $170 \leq E \leq 180$  GPa than that of PF, and often to increase during cycling as shown in figure B.13. Whereas the slight cyclic decrease of Young's modulus might be linked to the coarsening of the subgrains, as suggested in the first part [Fournier et al., 2006a], no evident microstructural change appears to be responsible for this cyclic increase in CF tests, and lath coarsening is also observed. Such Young's modulus increases may arise from the propagation of a crack outside the extensometer range ; however, this was not the case in the results of figure B.13. Nevertheless, observations of tested samples revealed a strong influence from the environment on the cracking behaviour of this steel [Nagesha et al., 2002, Aoto et al., 1994, Fournier et al., 2006b, Hecht, 1992, Nakamura et al., 1985, Mikulova and Schuberl, 2005, Ward et al., 1974]. The observation and modelling of these interactions are still in progress [Fournier et al., 2006b, Hecht, 1992]. Numerous studies deal with the specific oxidation kinetics of 9%Cr steels [Greeff et al., 2000, Khanna et al., 1986, Ostwald and Grabke, 2004, Stobbs et al., 1986, Martinelli, 2005, Zurek et al., 2004]. One of the observed features is that, for most CF tests, a large number of widely opened secondary cracks were present, and these were completely filled with a thick oxide layer, whereas

in the PF cases, only very sharp and bifurcated secondary cracks appeared. When several long cracks are filled with oxide, the sample reacts as a kind of lamellar composite material, and the apparent Young's modulus is a mixture of the steel and oxide moduli. As the Young's moduli of oxides are higher (between 190 and 300 GPa at 823K depending on the nature of the oxide scale formed) than that of the steel [Schütze, 1995], the resulting apparent Young's modulus is higher than that of the initial steel. This simple scenario may be a partial explanation of the increasing Young's modulus measured during CF tests. Nevertheless, simple calculations using the Voigt and Reuss bounds for two isotropic components showed that this very simple mechanism cannot completely account for the large Young's modulus increase observed in figure B.13. Finite element calculations will be carried out in future work, to explore the influence of this specific interaction between cracking and oxidation on the overall behaviour of the specimen.



**FIG. B.13 :** Variation of the effective Young's modulus during CF tests at  $\Delta\epsilon_{\text{fatigue}} = 0.7\%$  and observations of secondary cracks.

### B.5.2 Effect of holding periods on the isotropic stress $R$ .

The isotropic stress  $R$  corresponds to the stress required by a dislocation to move locally [Feaugas, 1999], and to overcome short range barriers (precipitates, solid solution, etc.). The results described above have shown that the isotropic component  $R$  of the tensile cyclic stress is completely insensitive to the presence or not of a holding period in tension. Moreover, a qualitative examination of the TEM observations (see figure B.17) revealed no visible precipitate coarsening even for the longest test duration (3 months). However, when a tensile creep-holding period is applied, the value of  $R$  in compression was found to be slightly lower than that of the corresponding PF test. Even though  $R$  is an isotropic component, as the loading is not symmetrical anymore when applying a holding period, there is no reason for  $R$  to be equal in tension and compression. Nevertheless, it remains surprising that  $R$  decreases in compression whereas the peak compressive stress is larger (in absolute value) than the tensile stress. This unexpected decrease could be attributable to some recovery process or intergranular stress redistribution, but further investigations must be carried out to confirm this idea.

### B.5.3 Effect of holding periods on the viscous stress $\sigma_v$ .

The viscous stress  $\sigma_v$  is related to time- and temperature-dependent processes, like dislocation climb or cross-slip and intergranular phenomena. It has been found to drastically decrease when holding times are applied. As expected, the decrease of the viscoplastic strain rate, which is the driving force of viscosity, led to the vanishing of the viscous stress.

Moreover, the result presented in figure B.7 can be used to evaluate the activation volume of the viscous glide, using equation B.4. When plotting the values of the viscous stress at the end of the first loading (in order to avoid taking into account the possible effect of cycling) in terms of viscoplastic strain rate, one can fit equation B.4 on the data. This is done in figure B.14 for both PF and CF loading. (For CF tests, the duration of the creep period is also indicated.) Fitting using linear regression led to activation volumes of about  $230b^3$  and  $26b^3$  for creep and fatigue deformation, respectively. These results are in accordance with the literature, since bcc materials are known to have low activation volumes [Meyers et al., 2005] strongly depending on the alloying elements, the temperature and the strain rate [Daniélou et al., 2001]. A brief literature survey of activation volumes and activation energies of some steels and iron alloys is presented in table B.4, and shows that, depending on the experimental technique used, the temperature and the material, the activation volumes for viscous glide, even though always low, can widely vary. In addition, the activation energies, even though they are always higher than the self-diffusion energy (which is about  $250kJ.mol^{-1}$ ) can also significantly differ.

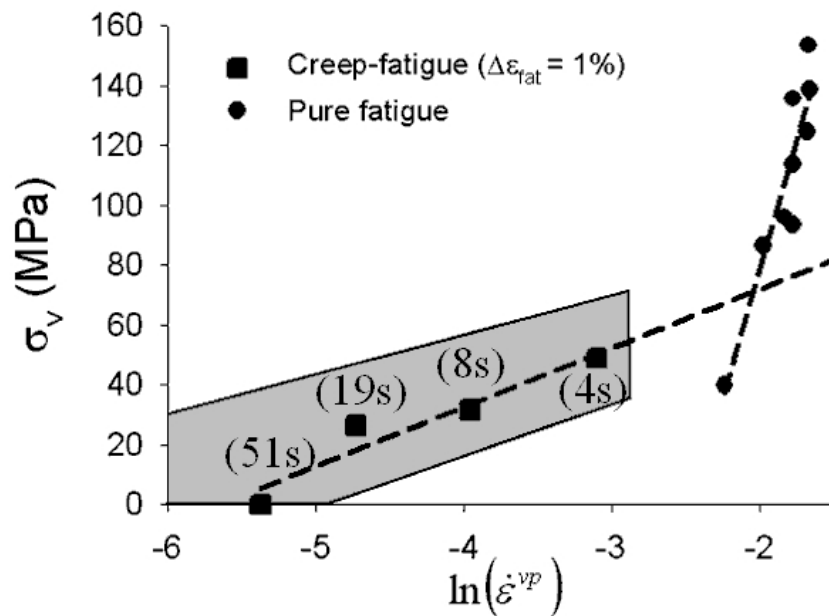
Such small values for the activation volume suggest that the corresponding viscoplasticity is a phenomenon driven by events taking place at a scale much smaller than the

Material	T (K)	experimental technique	Activation Energy (kJ.mol <sup>-1</sup> )	Activation Volume (b <sup>3</sup> )	ref
1CrMoV steel	823	relaxation	12-245	10-10 <sup>2</sup>	[Jeong et al., 1999]
9Cr1Mo steel	773-873	creep	260-450	-	[Choudhary et al., 1996]
T91 steel	848-923	creep	680-815	-	[Spigarelli et al., 1999]
α-iron	293	double strain rate change	-	40-250	[Daniélou et al., 2001]
P91 steel	923	creep	32-400	-	[Milicka and Dobes, 1998]
P91 steel	823-923	creep	350-850	-	[Cadek et al., 1998]
A286 steel	873-973	creep	-	3.5-4	[De Cicco et al., 2005]
α-iron	644-866	creep indentation microhardness	-	38-115	[Mani Pandey et al., 2003]

**TAB. B.4 :** Some values of activation energy and activation volumes for viscous glide in 9%Cr steels and associated materials at various temperatures.

thinnest microstructural scale of these steels [Milicka and Dobes, 1998]. For comparison, the subgrain scale and the lath thickness of modified 9Cr-1Mo steel are about 0.5 to 0.8  $\mu m$  [Gieseke et al., 1993, Ebi and McEvily, 1994].

Figure B.7 shows that the value of the viscous stress only slightly varies during cycling ; this means that, whatever the phenomena responsible for the softening effect, they do not greatly influence the viscous glide. This observation is confirmed by the fact that, when plotting the viscous stress values obtained at, for example, the 100<sup>th</sup> and 500<sup>th</sup> cycles, they fall within the bounds of experimental error, on the fitted lines of figure B.14. (For CF tests, all the points are situated in the shaded region.) This highlights the fact that microstructural variations due to cycling do not affect viscous glide, which occurs at a much finer scale.



**FIG. B.14 :** Calculation of the activation volume of the viscous glide in CF tests at  $\Delta\epsilon_{fatigue} = 1\%$  and pure-fatigue tests.

In order to complete the study of the phenomena involved in the viscous stress decrease during holding time and to evaluate more precisely their activation energy, temperatures around 823K should be explored. As reported in the first article, temperature has a strong effect on the viscous stress magnitude. PF tests carried out at 673K exhibited a very low viscous stress ( $\leq 40MPa$ ), even for the highest applied strain level. The rapid increase in the viscous stress between 673K and 823K can be related to the deformation-mechanism maps edited by Frost and Ashby [Frost and Ashby, 1982]. Creep deformation and viscous phenomena at 823K can occur easily for bcc materials, whereas for fcc materials (e.g. 316 stainless steel) they only take place for temperatures approximately 100°C higher. This observation is compatible with viscous stress measurements carried out by

Delobelle [Delobelle and Oytana, 1984] and Catalao [Catalao et al., 2004] who showed that  $\sigma_v$  was almost negligible at 823K, whereas at 873K it attained approximately 80MPa for a 316 austenitic steel.

#### B.5.4 Effect of holding periods on the kinematic stress $X$ .

Generally speaking, the backstress is the directional component of the stress which corresponds to long-range interactions with dislocations. It can, for instance, result from microstructural barriers [Gibeling and Nix, 1980] or strain incompatibilities. The present results showed that the kinematic stress  $X$  was found to be, both in PF and in fatigue with holding period either in creep or relaxation, the main stress component responsible for the global cyclic softening effect. Whatever the loading,  $X$  decreases cyclically as the accumulated viscoplastic strain increases. Nonetheless, the influence of a holding time on the magnitude of the kinematic stress is not straightforward. Indeed, figures B.5 a) to f) showed that, depending the fatigue strain range, the CF kinematic stress measured at the end of the first holding period can be either higher than, almost equal to or lower than the PF stress. Additionally, in the case of relaxation tests, the kinematic stress was found to be lower than the PF stress for both  $\Delta\epsilon_{fat} = 0.6\%$  and  $0.7\%$  (whereas for these strain ranges, the CF tests lead to higher kinematic stresses). This rather complex dependency can be correlated to another parameter linked to the strain range and to the holding time : the viscoplastic strain rate  $\dot{\epsilon}^{vp}$ . Figure B.15.a presents the values of  $X$  measured at the first cycle for fatigue and CF tests for various fatigue strain ranges and creep strains amounts per cycle. In figure B.15.b the same values are plotted in terms of the viscoplastic strain reached at the end of the first holding period.

These plots highlight a rather complex dependency of the backstress  $X$  on the strain and the strain rate. The presence of a maximum in the kinematic stress for  $\dot{\epsilon}^{vp} \simeq 10^{-2}\%.s^{-1}$  suggests that at least two competing mechanisms control the value of  $X$ . The PF tests correspond to the highest values of  $\dot{\epsilon}^{vp}$  ( $\geq 10^{-1}\%.s^{-1}$ ), and for high fatigue strain amplitudes  $\Delta\epsilon_{fat} = 1\%$  and  $0.7\%$ , the creep rate lies between  $2.10^{-3}$  and  $5.10^{-2}\%.s^{-1}$ . For these relatively high creep rates, the kinematic stress is found to be higher than the PF stress, whereas for lower creep rates, the kinematic stress is similar to the PF stress. (It can be seen that for all CF tests, except that at  $\Delta\epsilon_{fat} = 0.4\%$  and  $\epsilon_{creep} = 0.3\%$ , the first holding period corresponds to primary creep.) Extremely low viscoplastic strain rates are reached in RF tests, and  $X$  is found to be as small as 45MPa. The previous remarks concerning the underestimation of  $X$  for RF and CF tests do not modify these trends, but would simply shift  $X$  towards higher values.

CF and RF tests differ, on the one hand, by the viscoplastic strain rate during the holding period and, on the other hand, by the nature of the stress/strain redistribution between crystallographic orientations. The following exploratory explanation could be put forward : when a creep holding time is applied at high fatigue strain range,  $\dot{\epsilon}^{vp}$  is high and an increase in intergranular kinematic stress occurs. (The grains deform quickly and accommodation processes have no time to take place.) When the viscoplastic strain rate

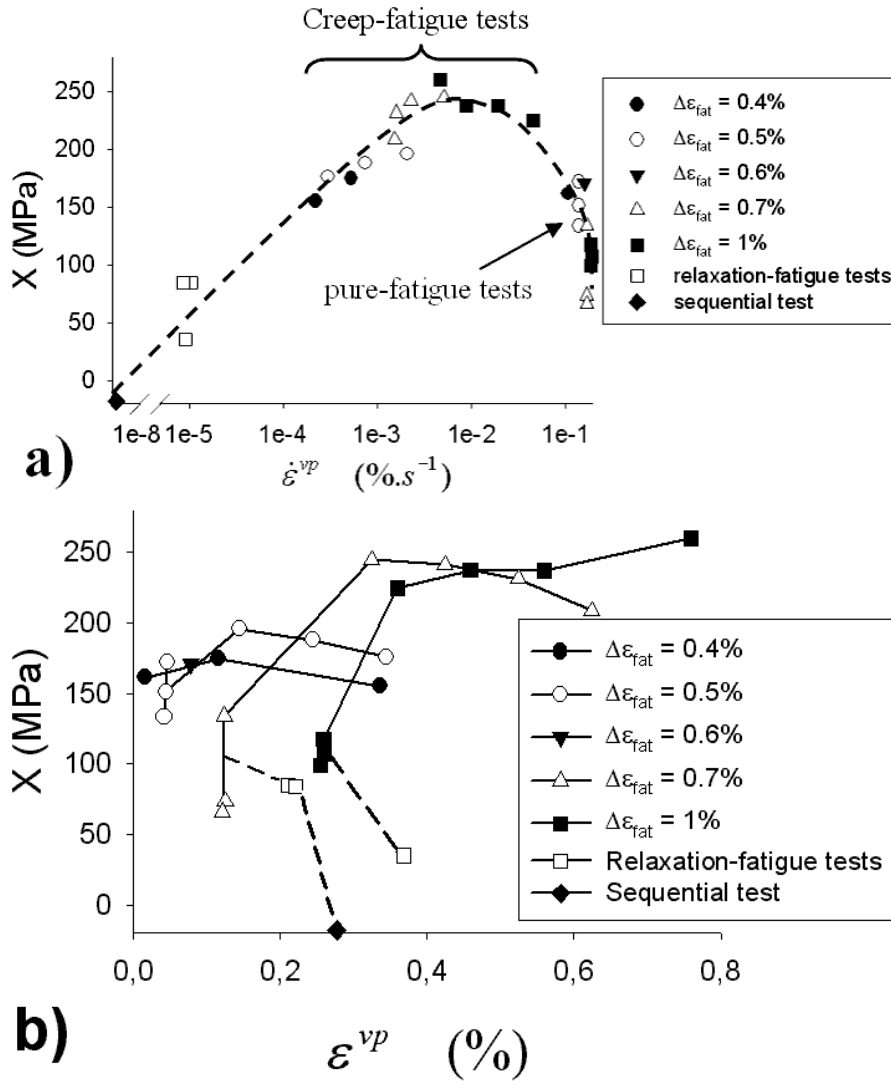
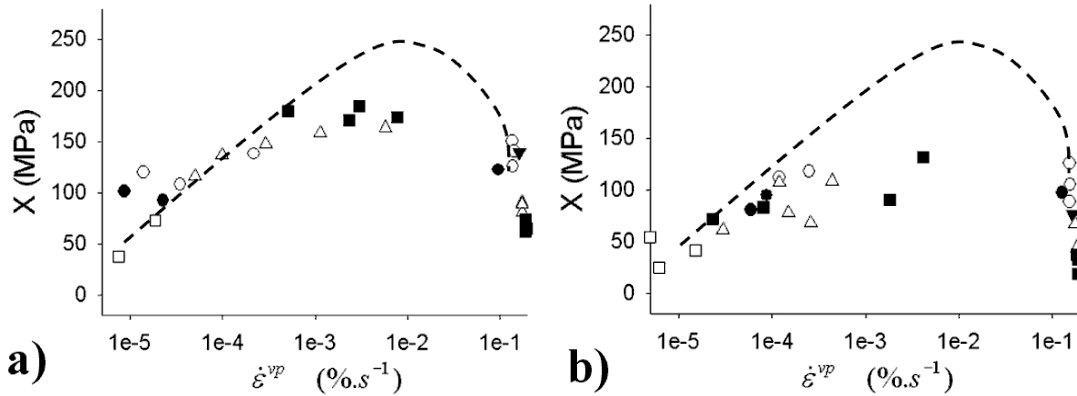


FIG. B.15 : Values of the kinematic stress evaluated at the first cycle for fatigue, CF and RF tests in terms of a) viscoplastic strain rate ,b) viscoplastic strain per cycle (the dotted lines link the RF tests to the PF tests carried out at the same  $\Delta\epsilon_{fat}$ ).





**FIG. B.16 :** Values of the kinematic stress the for fatigue, CF and RF tests in terms of viscoplastic strain rate evaluated at a)  $\epsilon_{cum}^{vp} = 1$  and b) for  $\epsilon_{cum}^{vp} = 10$ . The dotted curve is reported from figure B.15.a to illustrate the evolution with the accumulated viscoplastic strain.

decreases, even though strain incompatibilities may still exist, the sources of intergranular backstress can be partly accommodated by viscoplastic or time-assisted processes. Additionally, at these low strain rates, intragranular sources of backstress may also be more infrequent and dislocation pile-ups at the boundaries can vanish due to climb or cross-slip processes. These competing mechanisms highlight the difficulties inherent to the comparison of relaxation and creep tests. Whereas relaxation tests are often used to reach very low strain rates and extrapolate creep results [Felsen and Tortel, 1981], it appears that the various mechanisms contributing to the backstress may influence it in different proportions depending on the type of loading. Such a complex dependency of the backstress to strain rates may be one possible reason for the unusual secondary increase of the creep rate observed [Dubey et al., 2005, Abe, 2004].

In addition, figures B.16.a and .b present the same plot for  $\epsilon_{cum}^{vp} = 1$  and  $\epsilon_{cum}^{vp} = 10$  respectively. As mentioned above, whatever the testing conditions, the backstress  $X$  is found to decrease due to cyclic loading. For  $\epsilon_{cum}^{vp} = 1$ , the decrease of  $X$  is measurable for all tests ; however, the curve still presents a maximum for CF tests with high strain rates. For  $\epsilon_{cum}^{vp} = 10$ , the previous maximum is not visible any more and all the  $X$  values are very low. These results show that, after cycling, the intergranular processes, evoked previously as possibly responsible for the  $X$  increase at high creep strain rates, play a very minor role, since no increase of  $X$  is measurable any more. This is compatible with the TEM observations. As mentioned in the first part [Fournier et al., 2006a], these examinations showed that the decrease of the kinematic stress can be related to the microstructural coarsening [Gieseke et al., 1993, Nagesha et al., 2002, Kim and Weertman, 1988, Armas et al., 2002, Sauzay et al., 2005](annihilation of numerous subgrain boundaries of the initial very fine martensitic structure [Ebi and McEvily, 1994]) observed after fatigue or RF tests. Figure B.17 shows the microstructure in the as-received state, after a PF test and after a RF test. It can be seen that the numerous laths and subgrains of the as-received

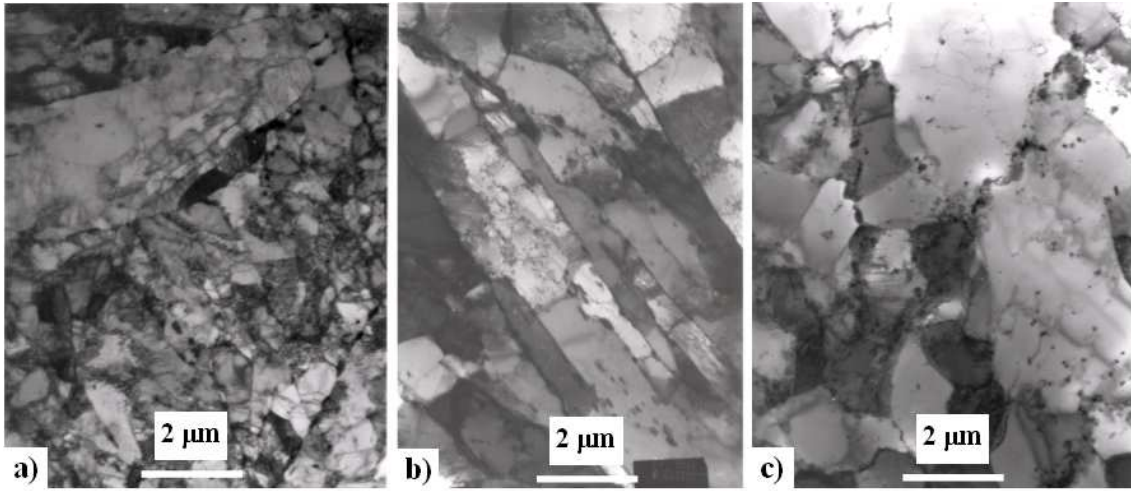
microstructure have disappeared after cycling and have led to coarse and rather equiaxed blocks. Detailed in [Sauzay et al., 2005, Fournier et al., 2005], the mechanism suggested to account for this disappearance of subgrain boundaries is based on the annihilation of subgrain boundary dislocations and mobile dislocations gliding as a result of the imposed plastic strain. Boundary annihilation or recombination are often discussed for creep loading [Abe, 2004, McQueen, 1977, Caillard and Martin, 1982, Blum, 2001, Abe et al., 2004, Abe et al., 2001, Li, 1960]. In the present case, this simple microstructural mechanism was introduced in a Hall-Petch formulation of the kinematic stress using very simple homogenization schemes (namely those of Sachs and Taylor [Sachs, 1928, Taylor, 1938, Bornert et al., 2000, Pedersen, 1990, Lebensohn et al., 2004, Pedersen and Carstensen, 2000]). This very simple model gave encouraging results but was unable to account for the strain rate sensitivity, the viscous behaviour, the intergranular stresses variation or the slight decrease of the isotropic stress seen in the present study.

A more comprehensive self-consistent homogenization scheme [Hoc and Forest, 2001, Lebensohn et al., 2004, Berveiller and Zaoui, 1978] is therefore under development to better take into account intergranular phenomena, crystalline orientation, viscosity and microstructural heterogeneities. Nevertheless, even the use of a more complex scale transition scheme is not sufficient to account for phenomena such as the initial latency observed in PF tests. (The stress does not decrease during the first cycles, and sometimes even increases.) Additional mechanisms competing with the proposed subgrain boundary annihilation should be taken into account. Some possibilities could be, for example, an initial hardening due to dislocation multiplication during the first cycles (numerous sources, like Scolopendra sources [Janecek et al., 2000], grain boundaries ledges, etc., could be responsible for such a phenomenon). Or, as noted by Meyers [Meyers et al., 2005], for very fine microstructures, the first deformation stages may result in the formation of a hard layer (very concentrated dislocations trapped together) around the boundaries, that may compete with the softening mechanism of microstructural coarsening. Additionally, for very long holding times, the possible coarsening of precipitates should be taken into account [Spigarelli et al., 1999, Cerri et al., 1998].

## B.6 Conclusions

The present paper was concerned with the cyclic viscoplastic behaviour of martensitic steels and particularly considered the influence of holding times either in creep or relaxation around 823K. Both stress and strain holding periods at peak tensile stress have large ranges of viscoplastic strains and strain rate to be reached, and the existence of a non negligible negative mean stress in CF tests to be revealed. The enhanced partitioning method described in the first part of this work has been used to study the variations of the kinematic, isotropic and viscous parts of the cyclic stress. The following conclusions can be drawn from the results described above :

1. For high fatigue strain ranges, the stress range lies on a single “master curve” wha-



**FIG. B.17 :** TEM observations of the microstructure a) in the as-received state, b) after a pure-fatigue test ( $\Delta\epsilon_{fat} = 0.7\%$  and  $T = 823K$ ) and c) after a RF test ( $\Delta\epsilon_{fat} = 0.7\%$ , holding time = 90min and  $T = 823K$ ).

tever the applied creep strain ; this is not true for lower fatigue strains.

2. The isotropic stress is generally found to be insensitive to the presence of a holding period.
3. Whereas for PF loading, the viscous stress  $\sigma_v$  could account for up to one third of the total stress ; for the high strain ranges, the fraction was approximately  $X = R = \sigma_v = \frac{1}{3} \frac{\Delta\sigma}{2}$ , it decreases drastically (by up to  $130MPa$  in  $20s$ ) when either a creep or relaxation holding period was applied. This expected effect is due to the low strain rates observed during these holding periods. Activation volumes of primary creep and fatigue straining of around  $230b^3$  and  $26b^3$ , respectively, were obtained, which confirms the assertion that viscous phenomena occur at a very small scale. Additionally, these activation volumes were found to be independent of the microstructural changes occurring during cycling.
4. As in the PF case, the cyclic softening effect mainly occurs by the decrease of the kinematic stress  $X$ . Nevertheless, a non-trivial effect of the holding periods on the magnitude of  $X$  (measured at the end of the first holding time) was observed. It was found that, for high fatigue strain ranges ( $\Delta\epsilon_{fat} \geq 0.7\%$ ), when a creep holding period was applied,  $X$  was initially higher than the corresponding PF value, whereas, for low fatigue strain ranges ( $\Delta\epsilon_{fat} < 0.5\%$ ) the opposite effect was seen. This behaviour has been correlated to the viscoplastic strain rates. The value of the kinematic stress seems to be driven by two competing mechanisms. On the one hand, the increase of the viscoplastic strain due to holding times leads to higher intergranular backstresses (mainly for CF tests). On the other hand, when the viscoplastic strain rate decreases, accommodation mechanisms (e.g. climb, cross-slip) may re-

duce both inter and intragranular backstresses (mainly for RF tests). Therefore, the difficulty in extrapolating creep tests by the use of relaxation tests may come from the difference in the relative importances of the driving mechanisms linked to a strain rate effect.

5. Another noticeable point concerns the fact that, during relaxation holding times, both the kinematic and the viscous stresses decrease significantly, which clearly invalidates the use of pure relaxation tests to evaluate the viscous stress. Additionally, complementary sequential RF tests revealed that, due to a pronounced sensitivity of the yield stress to the strain rate, the kinematic and isotropic stresses are generally underestimated by the direct use of the Cottrell partition scheme on RF (and also, to a lesser extent CF) hysteresis loops.
6. Finally, widely opened cracks filled by oxide were identified as a possible cause of the strong Young's modulus increase measured in CF tests.

## B.7 Acknowledgements

The Direction of Nuclear Energy of the CEA is acknowledged for financial support through the DDIN/SF project. The authors would like to thank I. Monnet, H. Brillet, A. Bougault and V. Rabeau for microscopic observations. The authors are grateful to V. Yardley for proofreading this paper.

## Bibliographie

- [Abe, 2004] Abe, F. (2004). Coarsening behavior of lath and its effects on creep rates in tempered martensitic 9Cr-W steels. *Materials Science & Engineering*, A387-389 :565–569.
- [Abe et al., 2001] Abe, F., Horiuchi, T., Taneike, M., Kimura, K., Muneki, S., and Igarashi, M. (2001). Creep strain behavior during microstructure evolution in tempered martensitic advanced 9Cr steels. Proceedings of the 10th joint International Conference on Creep & Fracture of Engineering Materials and Structures.
- [Abe et al., 2004] Abe, F., Horiuchi, T., Taneike, M., and Sawada, K. (2004). Stabilization of martensitic microstructure in advanced 9Cr steel during creep at high temperature. *Materials Science & Engineering*, A378 :299–303.
- [Agnew and Weertman, 1998] Agnew, S. and Weertman, J. (1998). Cyclic softening of ultrafine grain copper. *Materials Science & Engineering*, A244 :143–153.
- [Aoto et al., 1994] Aoto, K., Komine, R., Ueno, F., Kawasaki, H., and Wada, Y. (1994). Creep-fatigue evaluation of normalized and tempered modified 9Cr-1Mo. *Nuclear Engineering & Design*, 153 :97–110.
- [Armas et al., 1998] Armas, A., Avalos, M., Alvarez-Armas, I., Petersen, C., and Schmitt, R. (1998). Dynamic strain ageing evidences during low cycle fatigue in

- ferritic-martensitic stainless-steels. *Journal of Nuclear Materials*, 258-263 :1204–1208.
- [Armas et al., 2004] Armas, A., Petersen, C., Schmitt, R., Avalos, M., and Alvarez, I. (2004). Cyclic instability of martensite laths in reduced activation ferritic/martensitic steels. *Journal of Nuclear Materials*, 329-333 :252–256.
- [Armas et al., 2002] Armas, A., Petersen, C., Schmitt, R., Avalos, M., and Alvarez-Armas, I. (2002). Mechanical and microstructural behaviour of isothermally and thermally fatigued ferritic/martensitic steels. *Journal of Nuclear Materials*, 307-311 :509–513.
- [Asada, 1993] Asada, Y. (1993). Effect of air environment on creep-fatigue behavior of some commercial steels. High temperature service and time-dependent failure, ASME, PVP conference.
- [Barkar and Agren, 2005] Barkar, T. and Agren, J. (2005). Creep simulation of 9-12% Cr steels using the composite model with thermodynamically calculated input. *Materials Science & Engineering*, A395 :110–115.
- [Beere, 1981] Beere, W. (1981). Mechanism maps. in Cavities and cracks in creep and fatigue, J. Gittus, Applied science publishers LTD.
- [Berveiller and Zaoui, 1978] Berveiller, M. and Zaoui, A. (1978). An extension of the self-consistent scheme to plastically-flowing polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 26 :325–344.
- [Blum, 2001] Blum, W. (2001). Creep of crystalline materials : experimental basis, mechanisms and models. *Materials Science & Engineering*, A319-321 :8–15.
- [Blum and Finkel, 1982] Blum, W. and Finkel, A. (1982). New technique for evaluating long range internal back stresses. *Acta Metallurgica*, 30 :1705–1715.
- [Bornert et al., 2000] Bornert, M., Bretheau, T., and Gilormini, P. (2000). *Homogénéisation en mécanique des matériaux I*. Hermes science.
- [Cadek et al., 1998] Cadek, J., Sustek, V., and Pahütova, M. (1998). An analysis of a set of creep data for a 9Cr-1Mo-0.2V (P91 type) steel. *Materials Science & Engineering*, 5 :165–168.
- [Caillard and Martin, 1982] Caillard, D. and Martin, J. (1982). Microstructure of aluminium during creep intermediate temperature - II. In situ study of subboundary properties. *Acta Metallurgica*, 30 :791–798.
- [Catalao et al., 2004] Catalao, S., Feaugas, X., and Pilvin, P. (2004). Unpublished Report : CEA/DEN/CAD/DER/SESI/LCSI DO 20.
- [Cerri et al., 1998] Cerri, E., Evangelista, E., Spigarelli, S., and Bianchi, P. (1998). Evolution of microstructure in a modified 9Cr-1Mo steel during short term creep. *Materials Science & Engineering*, A245 :285–292.
- [Challenger and Vining, 1983] Challenger, K. and Vining, P. (1983). Substructure and back stress changes resulting from the cyclic loading of 2.25Cr-1Mo steel at 755K. *Materials Science & Engineering*, A58 :257–267.

- [Choudhary et al., 1996] Choudhary, B., Bhanu Sankara Rao, K., Mannan, S., and Kashyap, B. (1996). Low cycle fatigue, creep and creep-fatigue behaviour of forged thick section tube plate of 9Cr-1Mo ferritic steel. *Euromat 96, Conference on materials and nuclear power*.
- [Cottrell, 1953] Cottrell, A. (1953). *Dislocations and plastic flow in crystals*. Oxford University Press.
- [Daniélou et al., 2001] Daniélou, A., Rivat, J., Robillard, M., Stolarz, J., and Magnin, T. (2001). Fatigue mechanisms in an interstitial free steel : analysis through the behaviour of UHP -iron doped with C and Mn. *Materials Science & Engineering*, A319-321 :550–554.
- [De Cicco et al., 2005] De Cicco, H., Lупpo, M., Raffaelli, H., Di Gaetano, J., Gribaudo, L., and Ovejero-Garcia, J. (2005). Creep behavior of an A286 type stainless steel. *Materials Characterization*, 55 :97–105.
- [Delobelle and Oytana, 1984] Delobelle, P. and Oytana, C. (1984). Experimental study of the flow rules of a 316 stainless steel at high stresses. *Nuclear Engineering & Design*, 83 :333–348.
- [Dickson et al., 1984] Dickson, J., Boutin, J., and Handfield, L. (1984). A comparison of two simple methods for measuring cyclic internal and effective stresses. *Materials Science & Engineering*, 64 :L7–L11.
- [Dickson et al., 1983] Dickson, J., Handfield, L., and L'Esperance, G. (1983). Cyclic softening and thermally activated deformation of titanium and zirconium. *Materials Science & Engineering*, 64 :L3–L7.
- [Dubey et al., 2005] Dubey, J., Chilukuru, H., Chakravartty, J., Schwienheer, M., Scholz, A., and Blum, W. (2005). Effects of cyclic deformation on subgrain evolution and creep in 9-12% cr-steels. *Materials Science & Engineering*, A406 :152–159.
- [Ebi and McEvily, 1994] Ebi, G. and McEvily, A. (1994). Effect of processing on the high temperature low cycle fatigue properties of modified 9Cr-1Mo ferritic steel. *Fatigue Engng. Mater. Struc.*, 7 :299–314.
- [Ennis and Czyrska-Filemonowicz, 2002] Ennis, P. and Czyrska-Filemonowicz, A. (2002). Recent advances in creep resistant steels for power plant application. *OMMI*, 1.
- [Ennis et al., 2000] Ennis, P., Zielinska-Lipiec, A., and Czyrska-Filemonowicz, A. (2000). Quantitative microscopy and creep strength of 9% chromium steels for advanced power stations. *Parsons 2000 advanced materials for 21st century turbines and power plant. Proceedings of the fifth international Charles Parsons turbine conference*.
- [Feaugas, 1999] Feaugas, X. (1999). Contribution à la compréhension des mécanismes de déformation plastique et d'endommagement des matériaux : un point de vue expérimental. *Memoire d'habilitation à diriger des recherches*.
- [Felsen and Tortel, 1981] Felsen, M. and Tortel, J. (1981). Fluage sous contrainte variable. Fluage sous contrainte croissante. Fluage sous relaxation. *Proceedings of the 23ème colloque de metallurgie - Fluage, Fatigue-fluage, Action de l'environnement*.

- [Fournier et al., 2006a] Fournier, B., Sauzay, M., Caës, C., and Mottot, M. (submitted 2006a). Analysis of the hysteresis loops of a martensitic steel. Part I : Study of the influence of strain amplitude and temperature under pure fatigue loadings using an enhanced stress partitioning method. *Materials Science & Engineering*.
- [Fournier et al., 2005] Fournier, B., Sauzay, M., Mottot, M., Brillet, H., Monnet, I., and Pineau, A. (2005). Experimentally based modelling of cyclically induced softening in a martensitic steel at high temperature. *Creep & Fracture in High Temperature Components - Design & Life Assessment Issues*, Destech Publications Inc., Pennsylvania, USA.
- [Fournier et al., 2006b] Fournier, B., Sauzay, M., Mottot, M., Rabeau, V., Bougault, A., and Pineau, A. (2006b). Fatigue crack initiation and propagation at high temperature in a softening martensitic steel. To be published in the proceedings of ECF16, Greece.
- [Frost and Ashby, 1982] Frost, H. and Ashby, M. (1982). *Deformation-mechanism maps*. Pergamon Press.
- [Gaudin and Feaugas, 2004] Gaudin, C. and Feaugas, X. (2004). Cyclic creep process in AISI 316L stainless steel in terms of dislocation patterns and internal stresses. *Acta Materialia*, 52 :3097–3110.
- [Gegenbach and Klenk, 2004] Gegenbach, T. and Klenk, A. (2004). Creep, creep-fatigue crack initiation and growth in 9-12% chromium steels. *OMMI*, 3.
- [Gibeling and Nix, 1980] Gibeling, J. and Nix, W. (1980). A numerical study of long range internal stresses associated with subgrain boundaries. *Acta Metallurgica*, 28 :1743–1752.
- [Gieseke et al., 1993] Gieseke, B., Brinkman, C., and Maziasz, P. (1993). *The influence of thermal aging on the microstructure and fatigue properties of modified 9Cr-1Mo steel*. In *Microstructures and mechanical properties of aging material*, TMS The Minerals, Metals & Materials Society.
- [Goswami, 2004] Goswami, T. (2004). Development of generic creep-fatigue life prediction. *Materials & Design*, 25 :277–288.
- [Greeff et al., 2000] Greeff, A., Louw, C., and Swart, H. (2000). The oxidation of industrial FeCrMo steel. *Corrosion Science*, 42 :1725–1740.
- [Handfield et al., 1985] Handfield, L., Dickson, J., and L'Esperance, G. (1985). A comparison of cyclic deformation of two purities of zirconium. ICSMA7, Pergamon press, Canada.
- [Hecht, 1992] Hecht, R. L. (1992). *Mechanisms operating during high-temperature fatigue with hold periods in two chromium ferritic steels*. PhD thesis, Northwestern University.
- [Hoc and Forest, 2001] Hoc, T. and Forest, S. (2001). Polycrystal modelling of IF-Ti steel under complex loading path. *International Journal of Plasticity*, 17 :65–85.
- [Holdsworth, 2001] Holdsworth, S. (2001). Creep-fatigue properties of high temperature turbine steels. *Materials at high temperature*, 18 :261–265.

- [Janecek et al., 2000] Janecek, M., Louchet, F., Doisneau-Cottignies, B., Bréchet, Y., and Guelton, N. (2000). Specific dislocation multiplication mechanisms and mechanical properties in nanoscaled multilayers : the example of pearlite. *Philosophical Magazine*, 80 :1605–1619.
- [Jeong et al., 1999] Jeong, C., Nam, S., and Ginzler, J. (1999). Activation processes of stress relaxation during hold time in 1Cr-Mo-V steel. *Materials Science & Engineering*, A264 :188–193.
- [Jones et al., 1991] Jones, W., Hills, C., and Polonis, D. (1991). Microstructural evolution of modified 9Cr-1Mo steel. *Metallurgical Transactions*, 22A :1049.
- [Khanna et al., 1986] Khanna, A., Rodriguez, P., and Gnanamoorthy, J. (1986). Oxidation kinetics, breakaway oxidation, and inversion phenomenon in 9Cr-1Mo steels. *Oxidation of Metals*, 26.
- [Kim et al., 2003] Kim, H., Choi, M., Chung, C., and Shin, D. (2003). Fatigue properties of ultrafine grained low carbon steel produced by equal channel angular pressing. *Materials Science & Engineering*, A340 :243–250.
- [Kim and Weertman, 1988] Kim, S. and Weertman, J. (1988). Investigation of microstructural changes in a ferritic steel caused by high temperature fatigue. *Metallurgical Transactions A*, 19A :999–1007.
- [Kimura et al., 2000] Kimura, K., Kushima, K., Abe, F., Suzuki, K., Kumai, S., and Satoh, A. (2000). Microstructural change and degradation behaviour of 9Cr-1Mo-V-Nb steel in the long term. Parsons 2000 advanced materials for 21st century turbines and power plant. Proceedings of the fifth international Charles Parsons turbine conference.
- [Kimura et al., 2006] Kimura, M., Yamaguchi, K., Hayakawa, M., Kobayashi, K., and Kanazawa, K. (2006). Microstructures of creep-fatigued 9-12% Cr ferritic heat-resisting steels. *International Journal of fatigue*, 28 :300–308.
- [Kruml and Polak, 2001] Kruml, T. and Polak, J. (2001). Fatigue softening of X10CrAl124 ferritic steel. *Materials Science & Engineering*, A319-321 :564–568.
- [Kunz and Lukas, 2001] Kunz, L. and Lukas, P. (2001). Cyclic stress-strain behavior of 9Cr-1Mo steel at positive mean stress. *Materials Science & Engineering*, A319-321 :555–558.
- [Lebensohn et al., 2004] Lebensohn, R., Liu, Y., and Ponte Castaneda, P. (2004). On the accuracy of the self-consistent approximation for polycrystals : comparison with full-filled numerical simulations. *Acta Materialia*, 52 :5347–5361.
- [Lemaitre and Chaboche, 1987] Lemaitre, J. and Chaboche, J.-L. (1987). *Mechanics of Solid Materials*. Springer-Verlag.
- [Li, 1960] Li, J. (1960). Some elastic properties of an edge dislocation wall. *Acta Metallurgica*, 8.
- [Lo Piccolo et al., 2001] Lo Piccolo, B., Spätig, P., Martin, J., Bonneville, J., and Kruml, T. (2001). Characterising thermally activated dislocation mechanisms. *Materials Science & Engineering*, A309-310 :251–255.



- [Mani Pandey et al., 2003] Mani Pandey, K., Prakash, O., and Bhattacharya, B. (2003). Variation of activation volume with temperature for Fe, Si, and Ge. *Materials Letters*, 57 :4319–4322.
- [Mannan and Valsan, 2006] Mannan, S. and Valsan, M. (2006). High-temperature low cycle fatigue, creep-fatigue and thermomechanical fatigue of steels and their welds. *International Journal of Mechanical Sciences*.
- [Martin et al., 2002] Martin, J., Lo Piccolo, B., Kruml, T., and Bonneville, J. (2002). Characterization of thermally activated dislocation mechanisms using transient tests. *Materials Science & Engineering*, A322 :118–125.
- [Martinelli, 2005] Martinelli, L. (2005). *Mécanismes de corrosion de l'acier T91 par l'eutectique Pb-Bi utilisé comme matériau de spallation*. PhD thesis, Université de Paris VI.
- [McQueen, 1977] McQueen, H. (1977). The production and utility of recovered dislocation substructures. *Metallurgical Transactions A*, 8A :807.
- [Mebarki et al., 2004] Mebarki, N., Delagnes, D., Lamesle, P., Delmas, F., and Levailant, C. (2004). Relationship between microstructure and mechanical properties of a 5% Cr tempered martensitic tool steel. *Materials Science & Engineering*, A387-389 :171–175.
- [Meyers et al., 2005] Meyers, M., Mishra, A., and Benson, D. (2005). Mechanical properties of nanocrystalline materials. *Progress in Materials Science*, 51 :427–556.
- [Mikulova and Schubert, 2005] Mikulova, L. and Schubert, F. (2005). Investigation of creep and creep fatigue crack growth behaviour of P92 in different atmospheres at temperatures above 500°C. ECCC creep conference, Creep & Fracture in high temperature components - Design & life assessment issues. London UK, Destech Publications Inc.
- [Milicka and Dobes, 1998] Milicka, K. and Dobes, F. (1998). Constant structure creep in a P91 type steel. *Engineering Mechanics*, 5 :165–168.
- [Mughrabi et al., 2004] Mughrabi, H., Höppel, H., and Kautz, M. (2004). Fatigue and microstructure of ultrafine-grained metals produced by severe plastic deformation. *Scripta Materialia*, 51 :807–812.
- [Nagesha et al., 2002] Nagesha, A., Valsan, M., Kannan, R., Bhanu Sankara Rao, K., and Mannan, S. (2002). Influence of temperature on the low cycle fatigue behaviour of a modified 9Cr-1Mo ferritic steel. *International Journal of Fatigue*, 24 :1285–1293.
- [Nakamura et al., 1985] Nakamura, H., Murali, K., Minakawa, K., and McEvily, A. (1985). Fatigue crack growth in ferritic steels as influenced by elevated temperature and environment. *Microstructure and Mechanical behaviour of materials*, 1 :43–57.
- [Okamura et al., 1999] Okamura, H., Ohtani, R., Saito, K., Kimura, K., Ishii, R., Fujiyama, K., Hongo, S., Iseki, T., and Uchida, H. (1999). Basic investigation for life assessment technology of modified 9Cr-1Mo steel. *Nuclear Engineering & Design*, 193 :243–254.

- [Orlova et al., 1995] Orlova, A., Bonneville, J., and Spätig, P. (1995). Analogy between creep cycles and stress relaxation series for activation volume measurement. *Materials Science & Engineering*, A191 :85–89.
- [Orlova et al., 1998] Orlova, A., Bursik, J., Kucharova, K., and Sklenicka, V. (1998). Microstructural development during high temperature creep of 9%Cr steel. *Materials Science & Engineering*, A245 :39–48.
- [Ostwald and Grabke, 2004] Ostwald, C. and Grabke, H. (2004). Initial oxidation and chromium diffusion. I. Effects of surface working on 9-20% Cr steels. *Corrosion Science*, 46 :1113–1127.
- [Pedersen, 1990] Pedersen, O. (1990). Mechanism maps for cyclic plasticity and fatigue of single phase materials. *Acta Metallurgica Materialia*, 38 :1221–1239.
- [Pedersen and Carstensen, 2000] Pedersen, O. and Carstensen, J. (2000). Internal stresses and dislocation dynamics in cyclic plasticity and fatigue of metals. *Materials Science & Engineering*, A285 :253–264.
- [Pesicka et al., 2003] Pesicka, J., Kuzel, R., Dronhofer, A., and Eggeler, G. (2003). Long-term creep behavior of 9-12%Cr power plant steels. *Acta Materialia*, 51 :4847–4862.
- [Pineau, 1989] Pineau, A. (1989). Mechanisms of creep-fatigue interactions. *Advances in Fatigue Science and Technology*.
- [Polcik et al., 1999] Polcik, P., Sailer, T., Blum, W., Straub, S., Bursik, J., and Orlova, A. (1999). On the microstructural development of the tempered martensitic Cr-steel P 91 during long-term creep - a comparison of data. *Materials Science & Engineering*, A260 :252–259.
- [Priest and Ellison, 1981] Priest, R. and Ellison, E. (1981). A combined deformation map-ductility exhaustion approach and creep fatigue analysis. *Materials Science & Engineering*, A49 :7–17.
- [Qin et al., 2003] Qin, Y., Götz, G., and Blum, W. (2003). Subgrain structure during annealing and creep of the cast martensitic Cr-steel G-X12CrMoWVNbN 10-1-1. *Materials Science & Engineering*, A341 :211–215.
- [Raj, 1976] Raj, R. (1976). Crack initiation in grain boundaries under conditions of steady-state and cyclic creep. *Transactions of the ASME*, page 122.
- [Sachs, 1928] Sachs, G. (1928). *Zeitschrift Verein. Deut. Ing.*, 2 :734–736.
- [Sadananda and Shahinian, 1981] Sadananda, K. and Shahinian, P. (1981). Creep-fatigue crack growth. in *Cavities and cracks in creep and fatigue*, J. Gittus, Applied science publishers LTD.
- [Sauzay et al., 2005] Sauzay, M., Brillet, H., Monnet, I., Mottot, M., Barcelo, F., Fournier, B., and Pineau, A. (2005). Cyclically induced softening due to low-angle boundary annihilation in a martensitic steel. *Materials Science & Engineering*, A400-401 :241–244.

- [Sauzay et al., 2004] Sauzay, M., Mottot, M., Allais, L., Noblecourt, M., Monnet, I., and Perinet, J. (2004). Creep-fatigue behaviour of an AISI stainless steel at 550°C. *Nuclear Engineering & Design*, 232 :219–236.
- [Sawada et al., 2003] Sawada, K., Kimura, K., and Abe, F. (2003). Mechanical response of 9% cr heat-resistant martensitic steels to abrupt stress loading at high temperature. *Materials Science & Engineering*, A358 :52–58.
- [Schütze, 1995] Schütze, M. (1995). Mechanical properties of oxide scales. *Oxidation of Metals*, 44.
- [Spigarelli et al., 1999] Spigarelli, S., Cerri, E., Bianchi, P., and Evangelista, E. (1999). Interpretation of creep behaviour of a 9Cr-Mo-Nb-V-N (T91) steel using threshold stress concept. *Materials Science and Technology*, 15 :1433–1440.
- [Stobbs et al., 1986] Stobbs, W., Newcomb, S., and metcalfe, E. (1986). A microstructural study of the oxidation of Fe-Ni-Cr alloys. II 'Non-protective' oxide growth. *Philosophical Transactions of the Royal London Society*, A319 :219–247.
- [Straub et al., 1997] Straub, S., Polcik, P., Henes, D., and Blum, W. (1997). Simulation of the long-term cyclic creep behaviour of a low alloyed ferritic chromium steel. *Materials Science & Engineering*, A234-236 :1037–1040.
- [Sugiura et al., 1994] Sugiura, T., Ishikawa, A., Nakamura, T., and Asada, Y. (1994). Formulation of air environmental effect on creep-fatigue interaction. *Nuclear Engineering & Design*, 153 :87–95.
- [Taguchi et al., 1993] Taguchi, K., Ueta, M., Douzaki, K., Sukekawa, M., Koto, H., and Asada, Y. (1993). Creep-fatigue life prediction for modified 9Cr-1Mo steel. High temperature service and time-dependent failure, ASME, PVP conference.
- [Tavassoli et al., 1997] Tavassoli, A., Mottot, M., Bretherton, I., and Wareing, J. (1997). Fatigue and creep-fatigue failure in wrought modified 9Cr 1Mo ferritic steel. Report AEA Technology -AEAT-0539.
- [Taylor, 1938] Taylor, G. (1938). Plastic strains in metals. *J. Inst. Metals*, 62 :307–324.
- [Vasina et al., 1995] Vasina, R., Lukas, P., Kunz, L., and Sklenicka, V. (1995). Interaction of high cycle fatigue and creep in 9%Cr-1Mo steel at elevated temperature. *Fatigue Fract. Engng Mater. Struct*, 18 :27–35.
- [Ward et al., 1974] Ward, G., Hockenhull, B., and Hancock, P. (1974). The effect of cyclic stressing on the oxidation of a low-carbon steel. *Metallurgical Transactions*, 5 :1451–1455.
- [Yaguchi and Takahashi, 2005a] Yaguchi, M. and Takahashi, Y. (2005a). Ratchetting of viscoplastic material with cyclic softening, part 1 : experiments on modified 9Cr-1Mo steel. *International Journal of Plasticity*, 21 :43–65.
- [Yaguchi and Takahashi, 2005b] Yaguchi, M. and Takahashi, Y. (2005b). Ratchetting of viscoplastic material with cyclic softening, part 2 : application of constitutive models. *International Journal of Plasticity*, 21 :835–860.

- [Zhang et al., 2002] Zhang, Z., Delagnes, D., and Bernhart, G. (2002). Anisothermal cyclic plasticity of martensitic steels. *International Journal of Fatigue*, 24 :635–648.
- [Zhou et al., 2005] Zhou, D., Moosbrugger, J., Jia, Y., and Morrison, D. (2005). A substructure mixtures model for the cyclic plasticity of single slip oriented nickel single crystal at low plastic strain amplitudes. *International Journal of Plasticity*, 21 :2344–2368.
- [Zurek et al., 2004] Zurek, J., Wessel, E., Niewolak, L., Schmitz, F., Kern, T., Singheiser, L., and Quadackers, W. (2004). Anomalous temperature dependence of oxidation kinetics during steam oxidation of ferritic steels in the temperature range 550-650°C. *Science*, 46 :2301–2317.
-

## Annexe C

# Compositions de différents aciers à 9-12% Cr

Il existe de nombreux types d'aciers martensitiques comprenant de 9 à 12% de chrome, et, au fil des pages de ce mémoire et des diverses références qui le jalonnent, des noms aussi étranges qu'abscons (JLF-1, HCM12, Eurofer,...) apparaissent afin de les désigner. Outre leur teneur en chrome, ces nuances sont aussi caractérisées par la quantité de divers éléments, tels le tungstène, le vanadium, le molybdène,... qui leur confèrent une partie de leur résistance mécanique. Je n'ai pas la prétention d'offrir ici une revue exhaustive de toutes les nuances existantes, mais simplement de faciliter la comparaison entre celles dont les propriétés sont discutées dans le présent mémoire. Pour ce faire, le tableau **C.1** présente les compositions d'une quinzaine de nuances. Lorsque je dispose des normes relatives aux dites compositions, les teneurs minimales et maximales autorisées sont rapportées, dans le cas contraire, seul un exemple de composition rapporté dans la littérature est fourni. Il va de soi que les traitements thermiques jouent aussi un rôle primordial sur la tenue mécanique de ces nuances, cependant l'extrême diversité des températures et des durées de traitements, rapportées dans la littérature, rend bien plus ardue toute tentative de synthèse. De ce fait, concernant les traitements thermiques propres à chaque nuance, je me permets de renvoyer le lecteur aux références traitant de ces nuances particulières.

Nuance	Cr	C	Si	Mn	B	Mo	N	Nb	W	V	P	S	Ni	Al	Ti	Cu	Co	Ta	Zr	Réf.
X12CrMoWVNbN10-1-1	9.51	0.13	0.29	0.82	0.0005	1.02	0.041	0.059	1.02	0.19	0	0	0	0	0	0	0	0	0	[1]
P92	9.07	0.124	0.02	0.47	0.003	0.46	0.043	0.063	1.78	0.19	0.011	0.006	0.06	0.002	0	0	0	0	0	[2]
E911	9.16	0.105	0.2	0.35	0	1.01	0.072	0.068	1	0.23	0.007	0.003	0.07	0	0	0	0	0	0	[2]
P91	max	9.6	0.15	0.56	0.66	0	1.1	0.08	0.11	0	0.27	0.025	0.012	0.43	0.05	0	0	0	0	[3]
	min	7.9	0.06	0.18	0.25	0	0.8	0.025	0.05	0	0.16	0	0	0	0	0	0	0	0	
9Cr2W	max	9.5	0.13	0.5	0.6	0.006	0.6	0.07	0.09	2	0.25	0.02	0.01	0.4	0.004	0	0	0	0	[4]
	min	8.5	0.07	0	0.3	0.001	0.3	0.03	0.04	1.5	0.15	0	0	0	0	0	0	0	0	
SUH616-B	max	13	0.25	0.5	1	0	1.25	0	0	1.25	0.3	0.04	0.03	1	0	0	0	0	0	[5]
	min	11	0.2	0	0.5	0	0.75	0	0	0.75	0.2	0	0	0.5	0	0	0	0	0	
X20 CrMoV 12 1	11.705	0.204	0.211	0.595	0	0.772	0.065	0.018	0.441	0.321	0.009	0.008	0.265	0	0.002	0.082	0	0	0	[6]
VM12	11.5	0.12	0.49	0.35	0.005	0.29	0.067	0.05	1.5	0.26	0.018	0.001	0.29	0.008	0	0	1.62	0	0	[7]
Eurofer97	8.82	0.11	0.04	0.48	0	0	0.02	0.0016	1.08	0.2	0.005	0.004	0.02	0.009	0.006	0.0016	0.006	0.13	0	[8]
Optifer	9.33	0.1	0.06	0.5	0.0062	0.005	0.0153	0.009	0.965	0.26	0.0046	0.005	0.005	0.008	0.007	0.035	0	0.066	0	[9]
F82H-mod	7.7	0.09	0.11	0.16	0.0004	0.003	0.008	0.0101	2.04	0.16	0.002	0.002	0.021	0.0016	0.004	0.0063	0.0037	0.009	0.01	[9]
MANET1	10.8	0.14	0.37	0.76	0.0085	0.77	0.02	0.16	0	0.2	0.005	0.004	0.92	0.054	0	0.015	0.01	0	0.059	[9]
JLF-1	8.88	0.1	0.05	0.45	0.0002	0	0.0215	0	1.95	0.2	0	0	0	0	0.002	0	0	0.09	0	[10]
HCM12	12	0.1	0.04	0.5	0	0.4	0.05	0.05	2	0.2	0.01	0	0.3	0	0	0.9	0	0	0	[11]
T122	0.51	0.11	0.3	0.6	0	0.38	0.057	0.056	1.84	0.21	0	0	0	0	0	0.84	0	0	0	[12]

TAB. C.1: Compositions en pourcentage de masse de diverses nuances d'aciers à 9-12%Cr. Les valeurs données proviennent des coulées ou spécifications rapportées dans les références de la dernière colonne.

## Bibliographie

- [1] J.S. Dubey, H. Chilukuru, J.K. Chakravarty, M. Schwienheer, A. Scholz, and W. Blum. Effects of cyclic deformation on subgrain evolution and creep in 9-12%Cr-steels. *Materials Science & Engineering A*, 406 :152–159, 2005.
- [2] P.J. Ennis and W.J. Quadakkers. 9-12% chromium steels : application limits and potential for further development. In *Parsons 2000 advanced materials for 21st century turbines and power plant. Proceedings of the fifth international Charles Parsons turbine conference*, pages 265–274, 2000.
- [3] NRIIM. Data sheets on elevated-temperature, time-dependent low-cycle fatigue properties of ASTM A387 Grade 91 (9Cr-1Mo) steel plate for pressure vessels., 1993.
- [4] NIMS. Data sheets on long-term, high temperature low-cycle fatigue properties of ferritic heat-resisting steel plate (9Cr-2W)., 2002.
- [5] NRIIM. Data sheets on elevated-temperature, time-dependent low-cycle fatigue properties of SUH616-B (12Cr-1Mo-1W-0.3V) heat-resisting steel bar., 1991.
- [6] A. Dronhofer, J. Pesicka, A. Dlouhy, and G. Eggeler. On the nature of internal interfaces in tempered martensite ferritic steels. *Z. Metallkd.*, 94 :511–520, 2003.
- [7] Vekeman06. Nouvelle génération d'aciers à 12%cr : Vm12. Métallerie 89, disponible sur internet : [www.bil-ibs.be/FR/Metallerie/pdf/F26MMT89OK.jpg](http://www.bil-ibs.be/FR/Metallerie/pdf/F26MMT89OK.jpg), 2006.
- [8] A. Zeman, L. Debarberis, J. Kocik, V. Slugen, and E. Keilova. Microstructural analysis of candidate steels pre-selected for new advanced reactor systems. *Journal of Nuclear Materials*, 362 :259–267, 2007.
- [9] E. Gaganidze, H. Schneider, B. Dafferner, and J. Aktaa. Embrittlement behavior of neutron irradiated RAFM steels. *Journal of Nuclear Materials*, in Press, 2007.
- [10] M. Ando, M. Li, H. Tanigawa, M. Grossbeck, S. Kim, T. Sawai, K. Shiba, Y. Kohno, and A. Kohyama. Creep behavior of reduced activation ferritic/martensitic steels irradiated at 573 and 773K up to 5 dpa. *Journal of Nuclear Materials*, in Press, 2007.
- [11] L. Sanchez, F. Bolivar, M. Hierro, J. Trilleros, and F. Pérez. Effects of reactive gaseous mixture and time on the growth rate and composition of aluminium diffusion coatings by CVD-FBR on 12Cr-ferritic steel. *Surface & Coatings Technology*, 201 :7626–7634, 2007.
- [12] M. Yoshizawa and M. Igarashi. Long-term creep deformation characteristics of advanced ferritic steels for USC power plants. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 84 :37–43, 2007.





## Annexe D

# Bibliographie succincte dédiée aux phénomènes d'oxydation

Au fil des observations et des expériences qui ont rythmé cette étude, les effets d'environnement, et plus particulièrement l'oxydation, se sont révélés être des phénomènes incontournables afin d'expliquer les mécanismes d'endommagement des aciers à 9-12%Cr en fatigue-fluage à haute température. Si l'étude détaillée de l'oxydation sort du cadre de la présente étude, cerner les principales caractéristiques des mécanismes qui président à l'apparition des couches d'oxyde n'en reste pas moins nécessaire. C'est pourquoi, au sein de cette annexe, je propose une brève et modeste revue bibliographique de la nature des couches d'oxyde qui se forment sur les aciers à 9-12%Cr, ainsi que de leurs mécanismes et cinétique de croissance.

### D.1 Nature des couches d'oxyde observées.

#### D.1.1 Composition des différentes couches.

Concernant la composition des couches d'oxyde se formant sur les aciers de la famille des 9-12%Cr, l'ensemble des références trouvées font état, pour divers niveaux de température et diverses atmosphères, d'une structure d'oxyde à plusieurs couches. Néanmoins, en fonction des conditions expérimentales et des moyens de mesure à disposition, la composition obtenue pour ces couches n'est pas exactement la même d'une étude à l'autre.

Le tableau 3.9 récapitule les différentes compositions obtenues pour chaque étude. Comme on peut le constater, dans certain, cas, seule une couche mixte de plusieurs oxydes est observée [Khanna et al., 1986, Crouch and Scully, 1981, Tokei et al., 2000, Lloyd et al., 1977]. Il s'agit pour ces études de compositions relevées après de très faibles temps d'oxydation, le but étant de caractériser les mécanismes à l'amorçage du phénomène. On peut néanmoins remarquer que, dans tous les cas, un oxyde de chrome est présent et

que, lorsque deux couches distinctes sont observées, la couche interne contient toujours du chrome. A l'inverse, la couche externe contient toujours du fer, avec ou non présence d'un oxyde mixte fer-chrome. Par ailleurs, les oxydes les plus fréquemment observés sont  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (hématite) et  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (magnétite). On note, dans certains cas, la présence de wustite ( $\text{FeO}$ ) ou d'oxyde de manganèse. Il faut néanmoins noter que, dans aucun cas, il n'est fait état d'une couche d'oxyde de molybdène, même si nécessairement les couches observées en contiennent un peu du fait de la diffusion, comme on peut l'observer sur le profil de concentrations de la figure D.2.b. Ces compositions caractéristiques sont illustrées par la figure D.1 qui présente une cartographie microsonde du chrome et de fer après 3 jours d'oxydation sous air à  $600^\circ\text{C}$ , ainsi qu'une mesure XPS des éléments en présence après une oxydation de 1000L sous  $\text{O}_2(1L = 1.10^{-6}\text{torr.s})$  à  $487^\circ\text{C}$ . Cette dernière mesure met en évidence la présence de plusieurs oxydes de fer ainsi que d'un oxyde de chrome. Il est néanmoins important de noter que ces deux mesures concernent un acier Fe-10%Cr [Lloyd et al., 1977] et un acier Fe-9Cr-1Mo ayant été sollicité en centrale pendant 20 ans et dont la composition dans les couches en surface s'est trouvée modifiée pour comporter non plus 9, mais 11.5% de Cr.

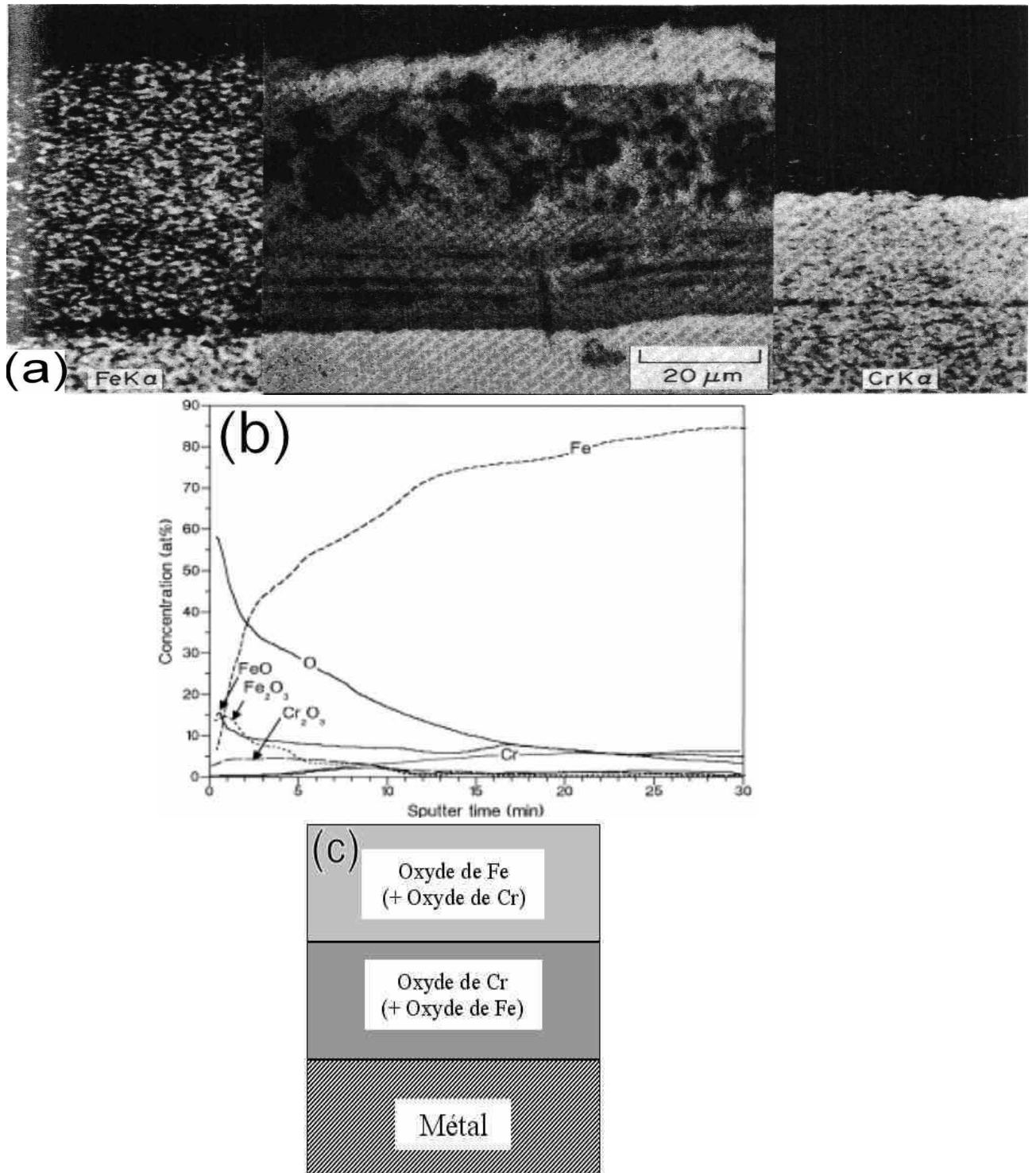
La figure D.2 nous permet de constater qu'en fonction de la température, de l'atmosphère et du temps d'exposition, les concentrations des différents éléments d'alliage au sein de la couche d'oxyde varient fortement. On remarque notamment, que plus le temps d'essais est élevé, plus on note un enrichissement en chrome de la couche d'oxyde (côté interface métal/oxyde), et ce, aux dépens du métal qui, à proximité de l'interface, s'appauvrit en chrome. Ceci est notamment très marqué dans le cas de la figure D.2.a [Stobbs et al., 1986], où au passage de l'interface métal/oxyde on observe un saut et une inversion dans les valeurs de concentrations relatives en fer et en chrome.

La figure D.3 illustre, quant à elle, l'influence de la température d'oxydation sur la nature, l'épaisseur et la concentration en éléments de la couche d'oxyde. On remarque que, plus la température d'oxydation est élevée, plus la proportion de chrome dans la couche d'oxyde est importante.

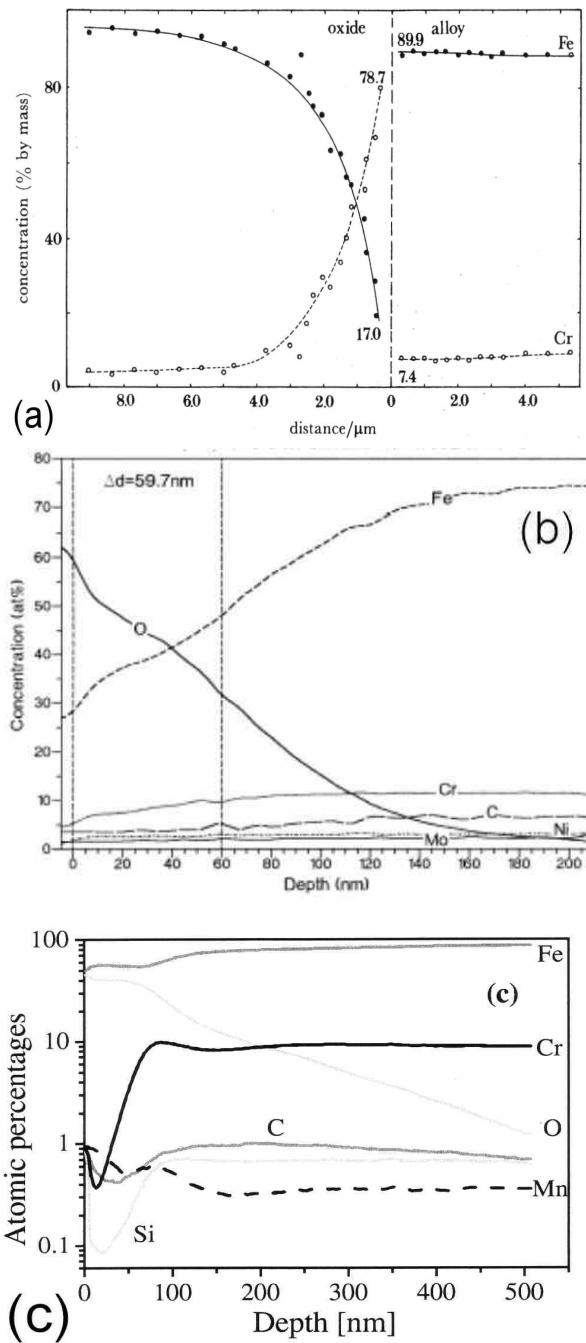
### D.1.2 Propriétés des différentes couches.

Plusieurs articles font état de couches d'oxyde poreuses ou fissurées. Ceci est notamment visible sur la figure D.1.a, où de nombreux vides peuvent être observés. Ainsi, dans [Khanna et al., 1986], aux températures très élevées ( $>900^\circ\text{C}$ ), où la couche d'oxyde correspond à la structure duplex observée sur les essais mécaniques du SRMA, un grand nombre de fissures et de vides au niveau des deux types d'oxyde est observé. A l'inverse, dans [Stobbs et al., 1986], seule la couche interne de composition  $\text{M}_3\text{O}_4$  présente de la porosité. Quant à l'étude menée par Ostwald et Grabke [Ostwald and Grabke, 2004], ce sont les couches riches en fer qui se révèlent non protectrices et présentent porosités et fissures.

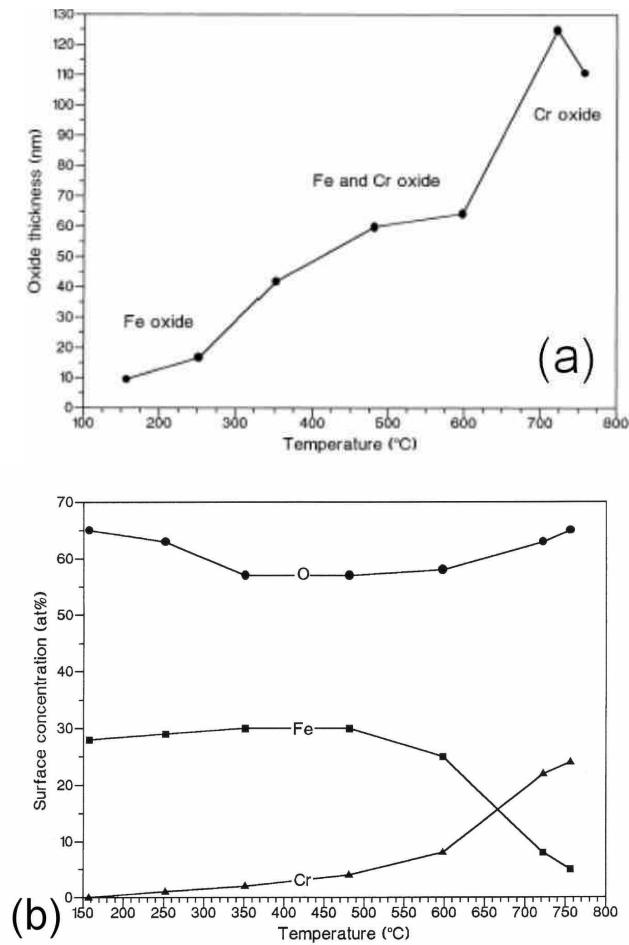
Outre cette influence de la composition, l'étude menée par Crouch et Scully [Crouch and



**FIG. D.1 :** (a) Images microsondes révélant la composition des deux couches d'oxyde après 3 jours à  $600^\circ C$  sous air [Lloyd et al., 1977], (b) mesure XPS des concentrations d'éléments en présence après 1000L à  $487^\circ C$  sous  $O_2$  [Greeff et al., 2000], (c) schéma représentant la configuration de couches "la plus probable".



**FIG. D.2 :** (a) Evolution des concentrations dans l'épaisseur de la couche après 1000h à 600°C sous O<sub>2</sub> d'après [Stobbs et al., 1986], (b) mesure AES des concentrations dans l'épaisseur de la couche après 1000L à 481°C [Greeff et al., 2000], (c) après 10h sous air à 600°C [Ostwald and Grabke, 2004].



**FIG. D.3 :** Influence de la température d'oxydation sur (a) l'épaisseur et la nature des oxydes, (b) la concentration en surface des trois éléments principaux après 1000L sous O<sub>2</sub> [Greeff et al., 2000].

[Scully, 1981] indique que la morphologie et la microstructure du matériau sont aussi des facteurs déterminant quant à la qualité du film d'oxyde. En effet, nous verrons plus tard que la densité de joints de grains influe directement sur le niveau de contraintes subi par la couche d'oxyde et donc sur sa fissuration par sollicitations mécaniques.

## D.2 Mécanismes d'oxydation.

De nombreux mécanismes sont proposés dans la littérature pour rendre compte du phénomène d'oxydation sur les aciers à 9%Cr. Nous en présentons ici quelques-uns à titre d'exemples. Néanmoins, comme nous allons le voir, ces mécanismes, toujours sujets à discussion, varient en fonction des conditions expérimentales (T, atmosphère...). En outre, ils sont largement influencés par les sollicitations mécaniques antérieures à l'oxydation. Il est donc évident que, dans le cas qui nous intéresse, l'oxydation se produisant lors de sollicitations mécaniques, il ne saurait être question de considérer un mécanisme d'oxydation purement électrochimique en négligeant les interactions avec les sollicitations mécaniques. La présente partie n'est donc qu'une illustration des différents mécanismes vraisemblables, et il faut garder à l'esprit que dans un cas complexe, comme le nôtre, il est fort probable que plusieurs de ces mécanismes entrent en jeu, soit de façon locale, soit de façon temporaire.

### D.2.1 Mécanisme diffusionnel d'oxydation interne et externe.

Les essais effectués sous air et O<sub>2</sub> par Khanna et al. [Khanna et al., 1986] leur ont permis de suggérer différents mécanismes en fonction de la température d'oxydation. Néanmoins, quelle que soit la température, le mécanisme d'oxydation démarre toujours par la formation d'une couche protectrice d'un oxyde riche en Cr (soit un spinel fer-chrome, soit du Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Ensuite, soit par diffusion préférentielle du fer au travers de la couche d'oxyde, soit par fissuration de celle-ci, on observe la formation d'une couche non protectrice d'oxyde de fer. En effet, une fois la première couche protectrice formée, le métal à l'interface métal-oxyde est appauvri en chrome ce qui entraîne l'oxydation interne du chrome et la diffusion progressive des ions Fe vers la surface externe.

Ce mécanisme d'oxydation, à la fois interne et externe, est aussi proposé par Stobbs et al. [Stobbs et al., 1986] et permet d'expliquer la formation des différentes couches d'oxyde observées et schématisées figure D.5. Leurs travaux prouvent en effet que l'interface entre les deux couches d'oxyde se trouve précisément à la frontière initiale entre métal et environnement. La première couche d'oxyde à se former à 600°C est un spinel fer-chrome. En fonction de la concentration locale relative en fer et en chrome de cette première couche, deux cas de figure sont envisageables. Soit la proportion de chrome est inférieure à 3% et cette première couche entraîne le développement d'une région de magnétite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>), soit au contraire la concentration en chrome est suffisante

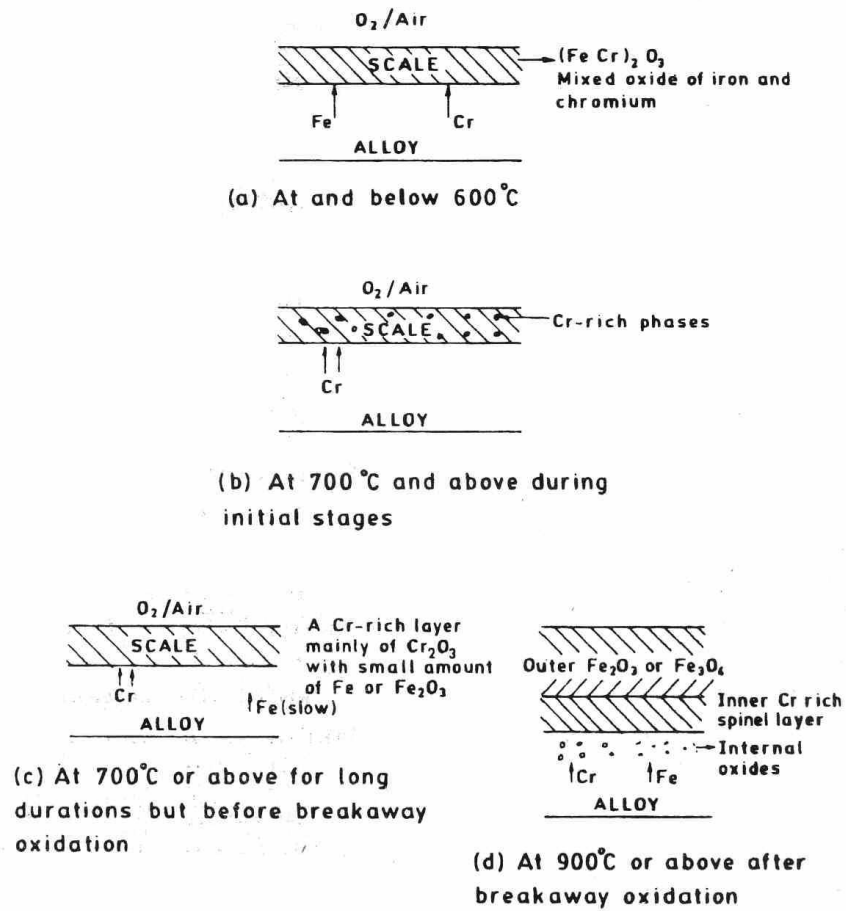
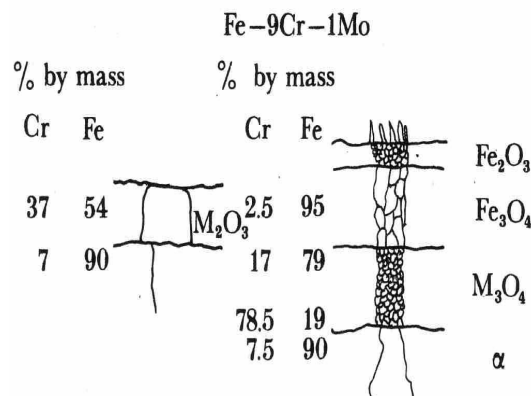
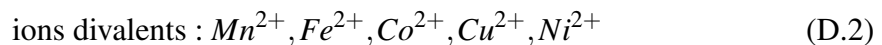
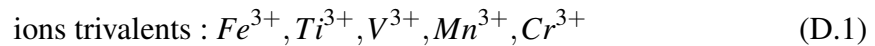


FIG. D.4 : Mécanismes d'oxydation à différentes températures proposés pour l'oxydation du 9%Cr sous air ou sous O<sub>2</sub> [Khanna et al., 1986].

pour favoriser la croissance de cette couche initiale, auquel cas elle va rapidement établir un fin film "protecteur" de  $\alpha\text{-M}_2\text{O}_3$ . Comme le fer diffuse  $10^8$  fois plus vite dans la magnétite que dans  $\alpha\text{-M}_2\text{O}_3$ , la magnétite, une fois amorcée peut se développer vers l'extérieur avec facilité. Et finalement, pour des raisons thermodynamiques, la couche externe va s'oxyder sous forme de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Cette oxydation externe, par migration du fer vers la surface, va favoriser la croissance vers l'intérieur de la couche initiale de  $\alpha\text{-M}_2\text{O}_3$  et augmenter progressivement sa proportion en Cr. En outre, la structure à grains très fins observée pour cette couche interne suggère que la diffusion vers l'extérieur des cations n'est pas le seul mécanisme et que la diffusion vers l'intérieur d' $\text{O}_2$  joue également un rôle important. Ce mécanisme se base donc sur les concentrations locales en chrome et les vitesses de diffusion relatives des différents cations à travers un spinel. Celles-ci sont par ordre décroissant :



**FIG. D.5 :** Différentes couches d'oxyde observées sur un alliage Fe-9Cr-1Mo après 1000h sous air à 600°C [Stobbs et al., 1986].

On remarque ainsi que le chrome ne diffuse pas à l'extérieur de la couche de spinelle car sa cinétique de diffusion est beaucoup plus lente que celle du fer, ce qui explique que les couches externes soient essentiellement composées d'oxyde de fer.

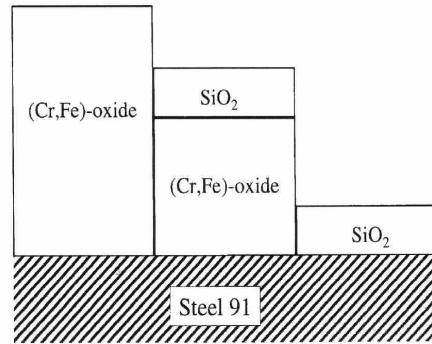


### D.2.2 Influence de l'écrouissage sur un mécanisme de croissance externe.

Ce type de raisonnement est aussi proposé par Ostwald et Grabke [Ostwald and Grabke, 2004], néanmoins le cheminement n'est pas le même. En effet, la première couche d'oxyde à se former est supposée être uniquement un oxyde de chrome (a priori  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ). La formation de cette couche entraîne l'appauvrissement en chrome du métal sous-jacent et, de ce fait, le taux de croissance de cette couche est contrôlé par la vitesse de diffusion du chrome dans le métal et dans l'oxyde. En outre la diffusion du Fe à travers cette couche initiale étant beaucoup plus facile que celle du chrome, on observe la formation en surface externe d'oxyde riche en fer. Cette importance des vitesses de diffusion des cations vers la surface explique l'importance de l'état de surface (état de déformation) sur la cinétique et la nature de l'oxydation. En effet, la densité de dislocations, qui augmente généralement avec la déformation plastique, joue un rôle déterminant dans la cinétique de diffusion, puisque les dislocations représentent des chemins de diffusion aisée. Ainsi, sous de faibles pressions d'oxygène, l'écrouissage favorise la diffusion de Cr, Mn et Si, permettant ainsi une oxydation plus rapide de ces éléments. On observe dans ces conditions la présence de couches d'oxyde protectrices. Néanmoins, à fortes pressions d' $\text{O}_2$ , cette accélération de la diffusion n'est pas suffisante, puisque des couches à forte teneur en Fe sont obtenues.

### D.2.3 Influence de la ségrégation et de la microstructure lors des premiers stades d'oxydation.

Dans leur étude concernant les premiers stades de l'oxydation de l'acier P91, sous atmosphère d' $\text{O}_2$  entre 600 et 650°C, Tökei et al. [Tökei et al., 2000] abordent l'influence de la ségrégation et de la microstructure. Ils observent notamment que, durant ces premières heures d'oxydation, plusieurs éléments ségrègent en surface. Ainsi, on retrouve une augmentation de la concentration en chrome en surface qui s'accompagne d'une hausse de la quantité d'azote, indiquant la formation de nitrures de chrome. De même, une ségrégation rapide du Si, ensuite remplacé par du P (du fait d'une énergie de surface plus faible), est relevée lors des premiers instants. Ce comportement de ségrégation dépend du temps, de la température, mais aussi de la microstructure. Par la suite, comme la valeur absolue de l'enthalpie de formation des nitrures de chrome (-216kJ/mol) est plus faible que celle de l'oxyde de chrome (-612.8kJ/mol), les nitrures se transforment rapidement en oxyde de chrome. Par ailleurs, les auteurs corrélient les zones de forte concentration en chrome avec la microstructure, montrant ainsi que les joints de grains et de lattes permettent une diffusion plus rapide du chrome vers l'extérieur et que de fait les oxydes de chrome s'amorcent préférentiellement sur de tels joints. Ce type de mécanismes entraîne la formation de couches d'oxyde de composition différentes en fonction notamment de la composition locale du métal sous-jacent (plus riche en Cr ou Si...), et de la proximité de la microstructure. Ces différentes couches sont représentées par la figure D.6.



**FIG. D.6 :** Différentes couches d'oxyde observées sur du P91 après 15min sous  $O_2$  à  $650^\circ C$  [Tokei et al., 2000].

Dans le cas où le Si est oxydé préférentiellement au début du processus, du fait des très faibles diffusivités à travers  $SiO_2$ , l'oxydation est retardée et on ne peut espérer observer la croissance d'une couche compacte riche en chrome.

#### D.2.4 Mécanisme en trois stades.

Dans leur étude de l'oxydation par décollement d'un acier ferritique à 10%Cr, Lloyd et al. [Lloyd et al., 1977] distinguent trois stades dans le processus d'oxydation.

Lors de la phase initiale d'amorçage ils observent la croissance d'une couche d'oxyde riche en fer, et ce, sous différentes formes. En effet, lors des 15 premières secondes, on peut observer la formation, d'une couche polycristalline de  $\gamma Fe_2O_3$  ou de  $Fe_3O_4$  (néanmoins il s'agit déjà d'une couche duplex puisque, par d'autres mesures, on retrouve la présence de Cr dans le même ratio que dans le matériau initial). Entre 15 et 30s apparaissent des îlots de  $\alpha M_2O_3$  et la couche polycristalline n'est plus observée, ce qui suggère qu'elle s'est rapidement transformée en  $\alpha Fe_2O_3$ . Par la suite, on peut observer la formation d'un fin film protecteur composé initialement d'un spinel riche en Cr puis d'une couche duplex formée par migration d'ions Fe à travers le spinel. Toute cette phase présente une cinétique contrôlée par des phénomènes de diffusion rapide à travers les joints de la microstructure ou le long des dislocations. Lors des trente premières secondes, le chrome est oxydé préférentiellement, entraînant la formation d'un gradient de concentration important entre le métal et l'oxyde. Néanmoins, l'oxydation ultérieure, étant contrôlée par une activité électrochimique plus faible que celle du chrome pur à la surface de l'alliage, s'attaque à la fois au fer et au chrome. Au cours du temps, le gradient d'activité du chrome dans l'oxyde tend à diminuer puisque la diffusion du chrome compense les effets de l'oxydation initiale. Comme les pressions de dissociation des oxydes de fer ( $FeO$ ,  $Fe_3O_4$  et  $Fe_2O_3$ ) sont beaucoup plus élevées que celles de  $Cr_2O_3$  et

$\text{FeCr}_2\text{O}_4$ , ces oxydes ne se formeront pas à l'interface alliage/oxyde. Cependant, comme les ions  $\text{Fe}^{3+}$  sont beaucoup plus mobiles dans la maille de spinelle que les ions  $\text{Cr}^{3+}$ , le fer va diffuser à travers le spinel pour former une couche externe de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .

Lors de la phase de croissance stabilisée du film, qui suit l'amorçage initial de l'oxydation, la cinétique est sensiblement plus lente. La croissance la plus marquée se situe sur certains sites (joints de grains, défauts...) permettant une diffusion plus rapide à la fois des anions et des cations, et donne naissance à des nodules d'oxyde de "grande" dimension. Néanmoins la cinétique globale est contrôlée par la diffusion des ions fer vers l'extérieur. Les auteurs donnent de nombreux détails, non reportés ici, sur les différentes formes d'oxyde, leur morphologie et composition.

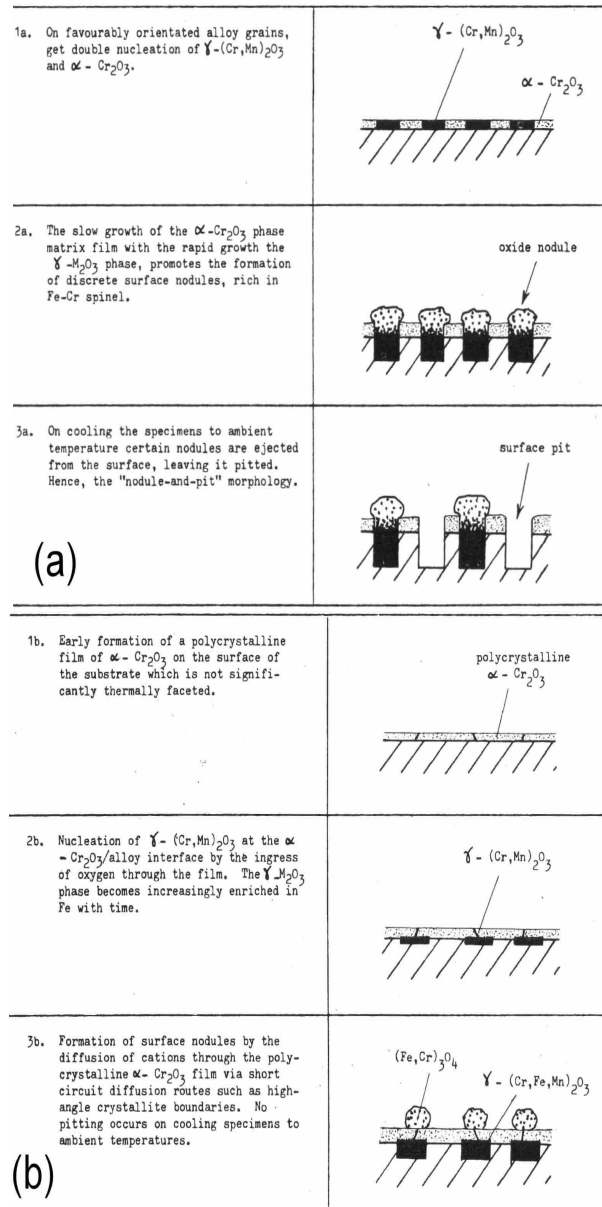
Enfin, la dernière phase, dite d'oxydation par décollement, présente une cinétique d'oxydation très élevée, liée à l'exposition de métal "frais" due à l'endommagement par décollement de la couche d'oxyde. Le métal n'étant plus protégé par la couche d'oxyde, la cinétique de croissance n'est plus limitée par la diffusion des cations à l'intérieur du film de spinel.

### D.2.5 Formation et déchaussement des nodules d'oxyde

Un autre mécanisme, pour les premiers instants de l'oxydation, est proposé par Crouch et Scully [Crouch and Scully, 1981], pour un alliage binaire fer-chrome contenant 13%Cr et sous atmosphère d'air humide à 650°C. Même si, à la fois la composition et les conditions d'oxydation sont un peu éloignées de celles nous concernant directement, ce mécanisme présente l'intérêt de s'attacher plus particulièrement à la formation des nodules d'oxyde. Deux scénari sont envisagés par les auteurs et la figure D.7 en présente la schématisation. Lors des expériences réalisées, l'ensemble des tests ont conduit à une morphologie en surface en "nodules et piqûres", i.e. que les auteurs ont observé à la surface de leurs échantillons à la fois la présence de nodules d'oxyde et celle de trous sur certains grains, comme on peut en observer en corrosion par piqûration. Les piqûres étant de dimensions comparables à celles des nodules, l'hypothèse avancée est que ces trous résultent du déchaussement de nodules d'oxyde lors de la phase de refroidissement. Les deux modes d'oxydation proposés sont les suivants :

**Mode I :** amorçage d'une couche d'oxyde alternée de  $\gamma\text{-(Cr,Mn)}_2\text{O}_3$  et de  $\alpha\text{-Cr}_2\text{O}_3$  sur certains grains favorablement orientés. La croissance plus rapide et vers l'intérieur des zones de  $\gamma\text{-M}_2\text{O}_3$  et la diffusion vers l'extérieur des cations  $\text{Fe}^{3+}$  permettent la formation en surface de nodules riches en spinelle Fe-Cr. Lors du refroidissement, certains de ces nodules sont éjectés et forment les piqûres observées.

**Mode II :** Formation précoce d'une couche d'oxyde protectrice de  $\alpha\text{-Cr}_2\text{O}_3$ . L'amorçage sur certaines zones de  $\gamma\text{(Cr,Mn)}_2\text{O}_3$  se produit alors à l'interface entre oxyde



**FIG. D.7 :** Mécanismes d'oxydation à 650°C d'un alliage binaire Fe-13%Cr sous air humide, (a) entraînant la formation de nodules et de piqûres, (b) entraînant uniquement la formation de nodules [Crouch and Scully, 1981].

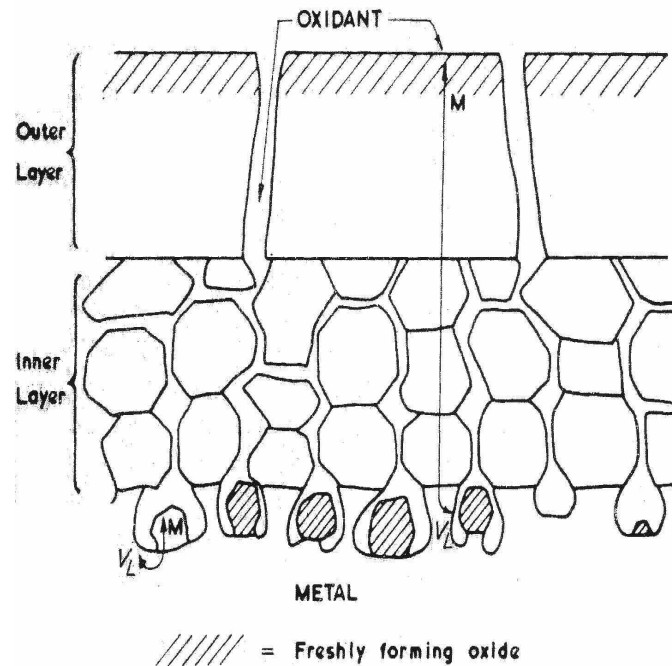


FIG. D.8 : Mécanismes d'oxydation interne par coalescence de lacunes [Gibbs and Hales, 1977].

et alliage par pénétration d'oxygène à travers la couche d'oxyde au niveau des irrégularités et défauts de celle-ci. Cette phase s'enrichit progressivement en fer au fil du temps. Finalement, la formation des nodules résulte de la diffusion des ions fer à travers la couche d'oxyde via les mêmes chemins de diffusion que pour l'oxygène. Ces nodules sont donc "posés" sur la couche d'oxyde de chrome et ne pénètrent pas la surface du métal, ainsi, même s'ils se détachent lors du refroidissement, ceci n'entraîne pas la formation de piqûres.

### D.2.6 Formulation thermodynamique du rôle des lacunes.

Dans un article concernant l'influence des lacunes sur le comportement sous atmosphère oxydante, Gibbs et Hales [Gibbs and Hales, 1977] évoquent brièvement le cas des couches duplex. Ils proposent un mécanisme (cf figure D.8) basé sur la formation de chemins de diffusion aisée par coalescence de lacune entraînant une forte porosité de l'alliage sous l'interface oxyde/alliage. Cette porosité permet aux oxydants de pénétrer le métal après s'être infiltrées via les défauts de la couche d'oxyde externe (protectrice) et ainsi d'oxyder, "par l'intérieur", l'alliage, créant de fait une seconde couche, cette fois interne, d'oxyde. Dans le même temps des ions métalliques se déplacent vers la surface permettant à la couche externe de poursuivre sa croissance. L'ensemble du raisonnement se base sur

des considérations de stabilité et d'instabilité thermodynamique des surfaces libres créées par la coalescence de lacunes. Même si ce mécanisme n'est, a priori, pas prépondérant dans notre cas, puisque la couche externe observée sur le T91 semble plutôt composée d'oxyde de fer (donc non protectrice) et que la porosité observée ne se limite pas à la couche interne, il présente néanmoins l'intérêt d'illustrer le rôle des lacunes créées par la diffusion des atomes vers la surface externe pour assurer la croissance du film d'oxyde.

### D.3 Cinétiques d'oxydation.

Comme nous l'avons vu, la cinétique d'oxydation dépend du ou des mécanismes impliqués. Cette cinétique est souvent directement limitée par le transport, soit des anions oxydants qui pénètrent le métal, soit des cations métalliques qui diffusent vers la surface, et ce, en l'absence d'une fissuration ou d'un endommagement excessif de la couche d'oxyde (oxydation par décollement). Nous nous attacherons simplement, dans ce paragraphe, à regrouper l'ensemble des données de cinétique "macroscopique" d'oxydation présentes dans la bibliographie réunie, en vue d'une utilisation ultérieure en comparaison avec l'épaisseur des couches d'oxyde observées sur les éprouvettes de fatigue.

Dans cette optique, les figures D.9 et D.10, tirées de [Khanna et al., 1986] présentent les évolutions de masse liées à la croissance de la couche d'oxyde pour différentes températures, sous air et sous vapeur. Même si, dans la plupart des cas, une température plus élevée entraîne une cinétique d'oxydation plus forte, ces deux figures montrent que ce n'est pas toujours le cas. En effet, sur la figure D.9 entre 900 et 950°C, durant les 60 premières minutes, la croissance la plus rapide de la couche d'oxyde se produit à 900°C et non pas 950°C. De même, à 600°C la cinétique d'oxydation sous air est plus élevée durant les 700 premières heures qu'à 700°C. Ce phénomène d'inversion se retrouve aussi dans plusieurs cas pour l'oxydation sous vapeur dans la figure D.10. Les auteurs approchent les cinétiques d'oxydation sous vapeur par une loi parabolique de la forme :

$$\Delta W^2 = K_p t \quad (\text{D.3})$$

Où  $\Delta W$  est le gain de masse en g/cm et  $K_p$ , en  $\text{g}^2\text{cm}^{-4}\text{s}^{-1}$ , une constante dépendant du matériau, de l'atmosphère et de la température. Les valeurs de la constante  $K_p$  sont données dans le tableau D.1.

Acier	500°C	600°C	700°C	800°C
9Cr-1Mo (low Si)	$5,5 \cdot 10^{-11}$	$11,3 \cdot 10^{-11}$	$7 \cdot 10^{-10}$	$3,7 \cdot 10^{-10}$
9Cr-1Mo-Nb	$0,63 \cdot 10^{-12}$	$8,7 \cdot 10^{-11}$	$9,2 \cdot 10^{-10}$	$4,3 \cdot 10^{-10}$

TAB. D.1 : Valeur de la constante  $K_p$  en  $\text{g}^2\text{cm}^{-4}\text{s}^{-1}$  d'après [Khanna et al., 1986].

On peut notamment remarquer la très forte accélération entre le comportement à 500°C et celui à 600°C, puisque la constante  $K_p$  est multipliée par un facteur 140 entre ces deux températures.

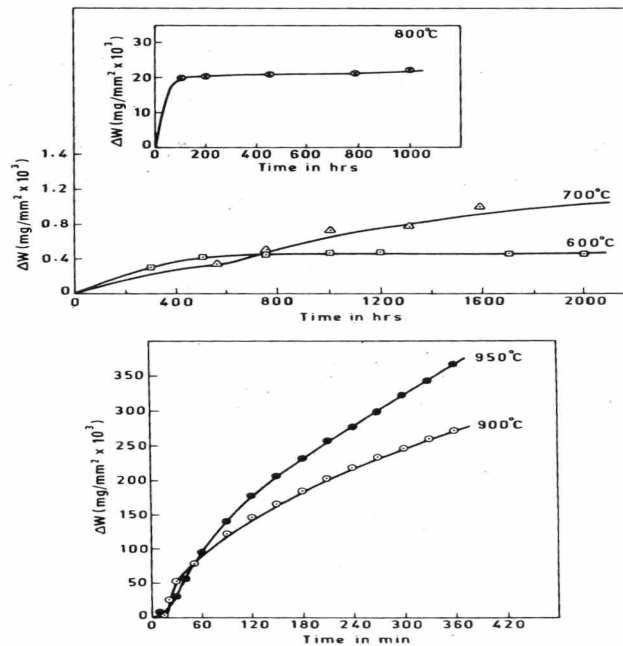


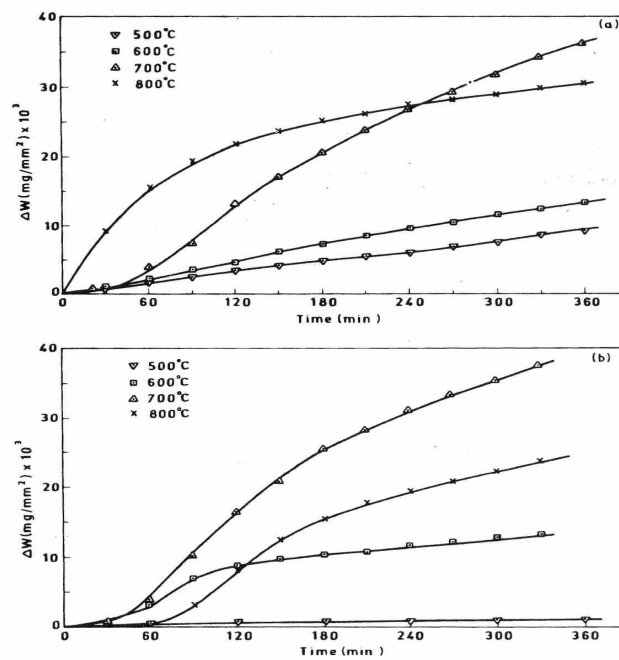
FIG. D.9 : Augmentation de masse au cours du temps pour un acier 9Cr-1Mo-Nb oxydé sous air à différentes températures [Khanna et al., 1986].

Stobbs et al. [Stobbs et al., 1986] dans leur revue sur l'oxydation des alliages Fe-Ni-Cr présentent la figure D.11 donnant, à partir de 4 points de mesure, la cinétique de croissance des couches d'oxyde à 600°C sous air pour plusieurs aciers dont un 9Cr-1Mo. La loi obtenue est de la forme :

$$\Delta W^n = K_n t \quad (D.4)$$

Dans le cas du 9Cr-1Mo sous air à 600°C, les valeurs obtenues sont  $n = 3.25$  et  $K_n = 1,02 \cdot 10^{-16}$ . On est donc assez loin de la loi parabolique proposée par Khanna et al. [Khanna et al., 1986]. Néanmoins il faut noter que l'identification des paramètres de la loi s'effectue ici sous air alors que dans la référence précédente il s'agissait d'atmosphère humide. En outre, ici le premier point de mesure se trouve après 60 heures d'oxydation, alors que les mesures de l'article de Khanna et al. ne dépassent pas 6 heures. Stobbs et al. identifient donc une loi concernant uniquement la phase "stable" de l'oxydation globalement plus lente, alors que Khanna et al. identifient une loi s'appliquant essentiellement pendant les premières heures d'oxydation (donc plus rapide). Stobbs et al. relient cette cinétique quasi cubique à l'appauvrissement marqué en Cr qu'ils ont observé.

La figure D.12 tirée de [Lloyd et al., 1977] présente une cinétique d'oxydation en trois stades pour un acier Fe-10%Cr sous air à 600°C. Le premier stade correspond aux 5 à 10 premières minutes d'oxydation pendant lesquelles l'amorçage et la croissance d'un premier film d'oxyde se fait rapidement (jusqu'à un gain de  $5 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ ). Les 4 heures suivantes



**FIG. D.10 :** Gain de masse au cours du temps pour (a) un acier 9Cr-1Mo(low Si) et (b) un acier 9Cr-1Mo-Nb oxydés sous vapeur à différentes températures pendant 6 heures [Khanna et al., 1986].



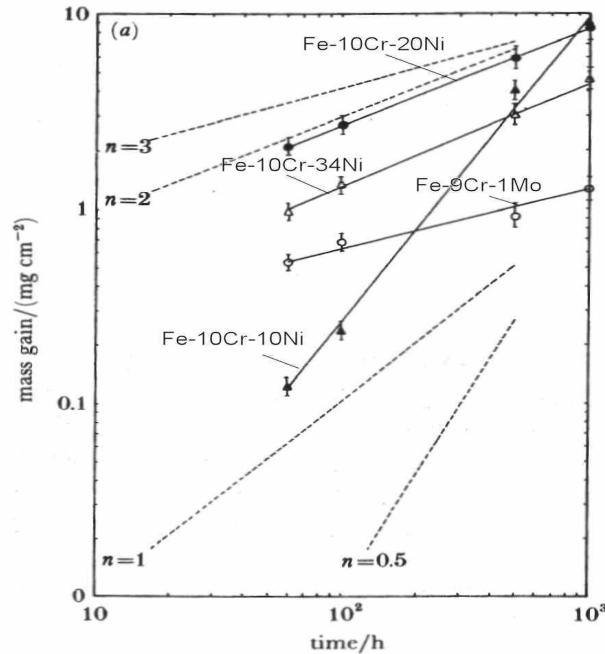


FIG. D.11 : Gain de masse en fonction du temps pour différents aciers au chrome oxydés sous air à  $600^\circ\text{C}$ .

correspondent à une cinétique beaucoup plus lente. Finalement le troisième stade se rattache au phénomène de "breakaway oxidation". La vitesse d'oxydation pendant ce stade est d'environ  $500 \mu\text{g.cm}^{-2}.\text{jour}^{-1}$ . Des mesures de masse en continu ont montré l'existence d'accélération sporadiques et temporaires durant cette phase. Le gain de masse suit en moyenne, durant cette phase, une cinétique parabolique, néanmoins il ne s'accompagne pas forcément d'une augmentation de l'épaisseur de la couche d'oxyde... Les auteurs notent, en outre, qu'il existe certainement une influence des ions  $\text{N}^{3+}$  sur la cinétique d'oxydation, puisqu'en comparant les résultats obtenus sous air et sous  $\text{O}_2$ , la vitesse de croissance "post-breakaway" est plus lente sous  $\text{O}_2$  que sous air.

Enfin, la figure D.13 tirée de [Tokei et al., 2000] présente l'évolution de l'épaisseur d'oxyde pour un acier P91 oxydé à  $600^\circ\text{C}$ , sous  $\text{O}_2$ , et ce, pour les premières secondes d'oxydation. Cette mesure en monocouches atomiques de l'épaisseur d'oxyde lors des premiers instants d'exposition se fait en supposant une densité de  $1,15 \cdot 10^{15}$  atomes/ $\text{cm}^2$ . Les auteurs distinguent alors deux stades durant cette phase initiale : le premier où la cinétique est plus lente, puis un second plus rapide. Aucune explication phénoménologique n'est avancée, seule la complexité des différents mécanismes mis en jeu est évoquée pour expliquer cette courbe.

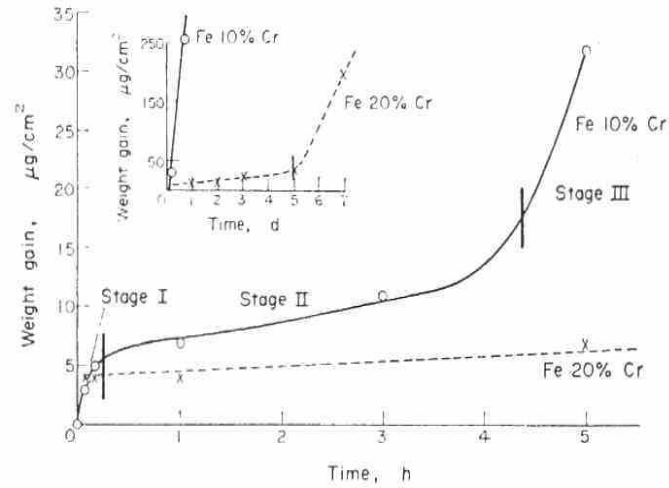


FIG. D.12 : Cinétique d'oxydation en 3 stades d'un acier Fe-10%Cr sous air à 600°C [Lloyd et al., 1977].

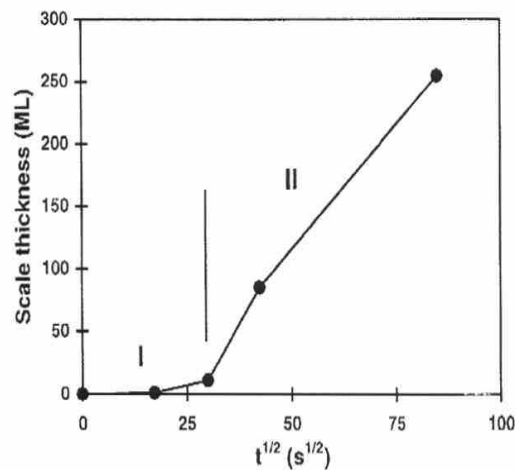


FIG. D.13 : Evolution de l'épaisseur de la couche d'oxyde (en monocouches atomiques) durant les premières secondes d'oxydation d'un acier P91 à 600°C sous O<sub>2</sub>.

## Bibliographie

- [Crouch and Scully, 1981] Crouch, I. and Scully, J. (1981). Selective oxidation of Fe-Cr alloys. *Oxidation of metals*, 15.
- [Gibbs and Hales, 1977] Gibbs, G. and Hales, R. (1977). The influence of metal lattice vacancies on the oxidation of high temperature materials. *Corrosion Science*, 17 :487.
- [Greeff et al., 2000] Greeff, A., Louw, C., and Swart, H. (2000). The oxidation of industrial FeCrMo steel. *Corrosion Science*, 42 :1725–1740.
- [Khanna et al., 1986] Khanna, A., Rodriguez, P., and Gnanamoorthy, J. (1986). Oxidation kinetics, breakaway oxidation, and inversion phenomenon in 9Cr-1Mo steels. *Oxidation of Metals*, 26.
- [Lloyd et al., 1977] Lloyd, G., Saunders, S., Kent, B., and Fursey, A. (1977). Breakaway oxidation of Fe-10%Cr and Fe-20%Cr at temperatures up to 600°C. *Applied Surface Science*, 17 :269–299.
- [Ostwald and Grabke, 2004] Ostwald, C. and Grabke, H. (2004). Initial oxidation and chromium diffusion. I. Effects of surface working on 9-20% Cr steels. *Corrosion Science*, 46 :1113–1127.
- [Stobbs et al., 1986] Stobbs, W., Newcomb, S., and Metcalfe, E. (1986). A microstructural study of the oxidation of Fe-Ni-Cr alloys. II 'Non-protective' oxide growth. *Philosophical Transactions of the Royal London Society*, A319 :219–247.
- [Tokei et al., 2000] Tokei, Z., Viehhaus, H., and Grabke, H. (2000). Initial stages of oxidation of a 9CrMoV-steel : role of segregation and martensite laths. *Applied Surface Science*, 165 :23–33.



# Annexe E

## Moyens expérimentaux

Dans la mesure où de nombreuses et diverses expériences ont rythmé et composé la majeure partie de mes travaux de thèse, il me semble essentiel de fournir quelques détails supplémentaires sur les différentes procédures mises en oeuvre, afin, notamment, de rendre plus reproductibles nos résultats.

### E.1 Préparation des échantillons

#### E.1.1 Désoxydation

En règle générale les faciès de rupture et les fûts d'éprouvette ne demandent que peu de préparation avant de pouvoir les observer. Dans notre cas la présence d'une couche d'oxyde adhérente à la surface de ces derniers nous a obligé à recourir à une attaque acide afin de pouvoir les désoxyder. La composition de cette dernière est la suivante :

- 20  $cm^3$  de HCl
- 80  $cm^3$  de H<sub>2</sub>O
- 0.2g d'Héxaméthylène

Pour retirer la couche d'oxyde de la surface de nos échantillons, il suffit de les plonger dans cette solution tout en les agitant pendant environ 1 minute. Il faut prendre garde à ne pas laisser le métal trop longtemps en contact avec la solution, sous peine de voir sa surface endommagée par l'attaque acide prolongée.

#### E.1.2 Coupes polies

En fonction de ce que l'on désire observer sur les coupes polies, plusieurs préparations peuvent être envisagées. Pour une observation métallurgique classique en microscopie optique, un polissage mécanique jusqu'à un drap de 3  $\mu m$  permet d'obtenir un état de surface satisfaisant. On pourra révéler la microstructure martensitique à l'aide d'une

attaque Villela :

- 5 cm<sup>3</sup> de HCl
- 100 cm<sup>3</sup> d'éthanol
- 1g d'acide picrique

Afin de quantifier l'endommagement (de fatigue ou de fluage) d'un échantillon, il convient, après le polissage mécanique, de recourir à un polissage mécano-chimique. Plus précisément, l'utilisation d'une solution d'OPS (suspension de silice colloïdale) permet de déboucher les cavités éventuellement présentes et qu'un simple polissage mécanique aurait pu reboucher.

### E.1.3 Lames minces

Les lames minces que nous avons observées au MET ont été préparées à l'aide d'un dispositif TENUPO3 (Struers). Ce dernier permet de polir et de percer un disque d'échantillon préalablement aminci (jusqu'à une épaisseur d'environ 200µm). La solution d'attaque utilisée est composée de :

- 90 ml d'éthanol
- 10 ml d'acide perchlorique

Dans la mesure où il s'agit d'une attaque électrochimique, les conditions expérimentales qui se sont révélées les plus adéquates pour le P91 sont :

- Température de la solution : 1°C
- Tension : 25V
- Intensité : 175mA
- Durée : 35s

### E.1.4 Echantillons pour mesures EBSD

Afin de mener des mesures en EBSD, un excellent état de surface, couplé à un faible écrouissage de cette dernière, sont absolument nécessaires. De ce fait, un simple polissage mécanique n'est pas suffisant car il entraîne un écrouissage en surface trop prononcé. Si le polissage électrolytique est fréquemment conseillé, sa mise en oeuvre est délicate (la température, l'intensité et le voltage nécessitent un réglage fin) et j'ai opté pour un polissage à l'OPS. Afin de limiter l'écrouissage, l'échantillon est maintenu sur un drap imprégné d'une solution d'OPS en appliquant le moins de pression possible. Environ 30 minutes de polissage sont nécessaires afin d'obtenir un état de surface suffisant aux mesures EBSD.

## E.2 Moyens d'observation

### E.2.1 MEB

Plusieurs MEB ont été utilisés afin d'observer nos échantillons. Celui qui fut utilisé de la manière la plus intensive est situé au SRMA. Il s'agit d'un Stéréoscan 260 développé par Cambridge Instrument.

### E.2.2 MET

Afin d'obtenir les mesures quantitatives des tailles de sous-grains, un grand nombre de photos MET ont été prises sur un microscope Philips EM430 (300kV). Cette haute tension permet de s'affranchir au maximum de l'effet du champ magnétique émis par l'échantillon sur la trajectoire du faisceau incident. Des mesures d'orientation cristallographique par indexation "manuelle" des lignes de Kikuchi ont été conduites sur un microscope JEOL 2010FEG (200kV).

### E.2.3 EBSD

Le dispositif d'EBSD du SRMA est installé sur un MEB classique : JEOL JSM6400 (LaB<sub>6</sub>). Le matériel d'acquisition est fourni par HKL et le logiciel de dépouillement utilisé est CHANNEL5.

## E.3 Machines d'essais

### E.3.1 Fatigue : SRMA

Les moyens d'essais de fatigue et fatigue-fluage disponibles au sein du SRMA sont décrits au paragraphe 2.2.1. Deux types d'extensomètres sont montés sur les machines de ce laboratoire. Il s'agit, d'une part d'extensomètres MAYES, et d'autre part d'extensomètres Epsilon. Dans les deux cas ce sont des extensomètres capacitifs de base de mesure 10mm.

### E.3.2 Fatigue sous vide : CEA Grenoble

Les essais de fatigue et de fatigue-relaxation menés sous vide au CEA Grenoble nécessitent évidemment un dispositif expérimental bien plus complexe. Je reporte ici les données fournies par P. Lemoine :

- Bâti MTS de 100kN modèle 312.21 série 832 année 1979.
- Cellule de force 100kN modèle 661.20F-03 série n°V165079 changée en novembre 2004.

- Système d’alignement pour la cellule de force MTS modèle 609.10A-01 n°49-083-502 série n°1374919 novembre 2004.
- Mors hydraulique MTS réf.680.02 modifié par la société C.M.B. qui a intégré l’ensemble dans le four V.A.S.
- Support d’extensomètre de fabrication C.M.B.
- Extensomètre MTS modèle 632 42C-12, base de mesure 12mm.
- Four ouvrant pour essai mécanique sous vide température maxi 950°C, fournisseur V.A.S. type FOFV 9.12.22 février 1990.
- Groupe hydraulique modèle 505-07 changé en juillet 2004, pression de service 207 bars pour un débit de 23L/min capacité 175L d’huile.
- Servo-valve 40L/min, modèle 252.24A-01.
- Vérin hydraulique 204-63 de 100kN modèle 312.21 série 832 Assy/N : 09479-07 S/N : 681

La machine est pilotée via un P.C. par un TestStar IIs MTS de novembre 2001. Logiciels MTS Applications fatigue et fracture réf. suivant normes E1820, E813-89, E813-81. version 4.7

### E.3.3 Fatigue sous hélium : CEA Pierrelate

Sous hélium la procédure est encore plus complexe, puisqu’en plus de faire le vide, il faut effectuer un balayage d’hélium. Les principales caractéristiques fournies par P. Lamagnère sont les suivantes :

- Machine de fatigue INSTRON 8862 à vérin électromécanique d’une capacité de 100kN.
- Four AET Technologies pouvant fonctionner sous vide ou sous atmosphère contrôlée jusqu’à 1100°C.
- Pompe primaire et pompe turbo-moléculaire permettant d’atteindre un vide d’environ  $10^{-5}$  mbar.
- Extensomètre haute température Epsilon 3648 de base de mesure 10mm.
- Un chauffage par induction couplé à un résistor d’appoint (situé autour de la partie utile) est utilisé afin de minimiser le gradient de température.

### E.3.4 Fluage : SRMA

Des essais de fluage et de fluage cyclique ont aussi été conduits au cours de ces trois dernières années. Les principales caractéristiques des dispositifs expérimentaux sont :

- Machines TAC et TACS produites par Adamel.
- Amplification du bras de levier : 13.
- Charge maximale 120kg.
- Extensomètres MF11 (Adamel) munis de capteurs optiques à contact (HEIDENHAIN) type 375-134-05, déplacement 30mm.
- Four résistif tubulaire Adamel (Tmax : 950°C).
- Thermocouple S pour la régulation.



- Thermocouples K pour le contrôle.
- Contrôle de mise en charge par capteurs de charge SEDEME (50daN).

