



HAL
open science

Analyses multi-échelles du comportement et la durée de vie d'aciers inoxydables 304L sous sollicitations cycliques avec pré-écrouissage

Adel Belattar

► To cite this version:

Adel Belattar. Analyses multi-échelles du comportement et la durée de vie d'aciers inoxydables 304L sous sollicitations cycliques avec pré-écrouissage. Autre. INSA de Rouen, 2013. Français. NNT : 2013ISAM0004 . tel-00819298

HAL Id: tel-00819298

<https://theses.hal.science/tel-00819298>

Submitted on 30 Apr 2013

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.



**THESE DE DOCTORAT DE
L'INSTITUT NATIONAL DES SCIENCES APPLIQUEES (INSA) DE ROUEN**

Présentée par

Adel BELATTAR

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'INSA DE ROUEN

Domaine :

Mécanique des matériaux

Sujet de la thèse :

**Analyses multi-échelles du comportement et la durée de vie d'aciers
inoxydables 304L sous sollicitations cycliques avec pré-écrouissage**

Thèse présentée et soutenue à l'INSA de Rouen le 11/02/2013 devant le jury composé de :

Véronique AUBIN	Professeur, Ecole Centrale, Paris	Rapporteur
Ludovic VINCENT	Ingénieur recherche HDR, CEA Saclay	Rapporteur
Mohamed-Amine BELOUHRANI	Professeur, EMP, Alger	Examineur
Georges CAILLETAUD	Professeur, Ecole des Mines, Paris	Examineur
Clément KELLER	Maître de Conférences, INSA Rouen	Co-encadrant
Said TAHERI	Ingénieur recherche HDR, EDF Clamart	Examineur
Lakhdar TALEB	Professeur, INSA Rouen	Directeur de thèse

Groupe de Physique des Matériaux, INSA et Université de Rouen, CNRS UMR 6634
BP 8, Avenue de l'Université, 76801 Saint Etienne du Rouvray (France)

Ecole doctorale SPMII
Sciences Physiques, Mathématiques et de l'Information pour l'Ingénieur

Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au sein de l'équipe ERMECA du Groupe Physique des Matériaux (UMR 6634) à l'INSA de Rouen depuis octobre 2009. Plusieurs personnes ont contribué à faire de ces années une réussite dans une ambiance agréable.

Mes premiers remerciements sont pour mon directeur de thèse, le professeur Lakhdar TALEB, témoignant de ma profonde reconnaissance et toute ma gratitude de m'avoir encadré durant toute la durée de la thèse et de m'accorder sa confiance, pour sa grande disponibilité, ses encouragements et son soutien qui m'ont permis de mener à bien ce travail. Je voudrais également remercier mes co-encadrants Annie HAUET et Clément KELLER qui m'ont fait découvrir le monde de la microstructure. Sans eux, les études par MET n'auraient pas aboutis aux résultats présentés dans la thèse.

J'adresse mes sincères remerciements aux membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail. Je remercie le professeur Georges CAILLETAUD de m'avoir fait l'honneur de présider le jury de ma soutenance de thèse, Mme Véronique AUBIN et Mr Ludovic VINCENT d'avoir accepté la lourde tâche de rapporter ce mémoire. Je souhaite ensuite manifester ma reconnaissance à Mr Said TAHERI et Mr M. A. BELOUACHRANI qui a fait le déplacement depuis Alger.

J'adresse aussi mes remerciements à tous les membres de l'Equipe ERMECA et toutes les personnes que j'ai connues au GPM et à l'INSA, particulièrement Fabrice Barbe, Benoît Vieille, Alain Guillet, Danielle, Béatrice, Cécile et Francis qui m'ont apporté leur aide de diverses manières au cours de ma thèse. Un grand merci à mes camarades thésards Crescent, Abdeladhim (aujourd'hui docteur), Gregory, William, Maher ainsi qu'à tous les élèves de master qui ont défilé pendant ces années : Slim, Mohammed-Ali, Ramzi, Smail, Haroun, Kada et à tous les amis pour leur solidarité et pour tous les bons moments passés ensemble.

Enfin, j'adresse mes profondes reconnaissances à ma famille, en particulier ma mère qui s'est privée même de ses nécessités pour me voir aujourd'hui à ce niveau d'étude. Je tiens également à rendre un vif hommage à mon défunt père, décédé il y a maintenant dix ans. Mes profondes reconnaissances vont également à ma femme pour son encouragement, son soutien moral et sa patience, à mes chouchous Mouayed et Arwa qui ont rempli mon cœur d'amour, grâce à eux, j'ai pu surmonter les moments difficiles.

Table des matières

INTRODUCTION	5
CHAPITRE I Eléments de bibliographie, acier inoxydable austénitique 304L :	
Comportement cyclique, fatigue et évolution microstructurale	8
I.1 Acier inoxydable et acier inoxydable austénitique	9
I.1.1 Présentation	9
I.1.2 Structures cristallographiques et énergie de faute d'empilement.....	11
I.1.3 Transformation martensitique et instabilité de l'austénite	12
I.2 Comportement mécanique sous chargement cyclique.....	16
I.2.1 Comportement sous chargement uniaxial	17
I.2.2 Comportement sous chargement multiaxial	22
I.2.3 Effet de mémoire et courbe contrainte-déformation cyclique.....	26
I.2.4 Effets de temps sur le comportement cyclique.....	28
I.2.5 Modélisation phénoménologique du comportement cyclique	30
I.3 Durée de vie en fatigue	32
I.3.1 Généralités et définition des domaines de fatigue.....	32
I.3.2 Effet du pré-écrouissage sur la durée de vie des aciers austénitiques	35
I.3.3 Effet de la contrainte moyenne.....	37
I.3.4 Effet de l'environnement.....	39
I.3.5 Critère de prédiction des durées de vie en fatigue	40
I.3.6 Cumul de dommage	41
I.4 Evolution microstructurale sous chargement cyclique.....	46
I.4.1 Mécanismes élémentaires de la plasticité pour des sollicitations monotones	46
I.4.2 Mécanismes de déformation dans les aciers austénitiques sollicités de manière cyclique.....	49
I.4.3 Lien entre mécanismes de déformation et boucles de fatigue.....	53
I.4.4 Amorçage et propagation des fissures en fatigue.....	55
I.5 Synthèse de l'étude bibliographique.....	57
CHAPITRE II Méthodologie Expérimentales	59
II.1 Matériaux étudiés	60
II.2 Géométrie des éprouvettes.....	64

II.3	Dispositif expérimental et essais mécaniques	66
II.3.1	Machine d'essai et instruments de mesures	66
II.3.2	Procédures d'essais et dépouillement des données	68
II.4	Méthodes de préparation et observations en MET	76
CHAPITRE III	Résultats Expérimentaux	77
III.1	Comportement cyclique et effet du pré-écrouissage sur la nuance 304L-EDF	78
III.1.1	Essais séquentiels et dépendance de la courbe cyclique	78
III.1.2	Effet du pré-écrouissage sur la durée de vie en fatigue.....	97
III.1.3	Conclusion et nouveaux essais	106
III.2	Comportement cyclique et effet du pré-écrouissage sur la nuance 304L-Com ...	108
III.2.1	Dépendance de la courbe cyclique dans deux directions de chargement d'amplitude équivalente	108
III.2.2	Effet du pré-écrouissage sur la durée de vie en fatigue.....	112
III.3	Conclusion du chapitre	127
CHAPITRE IV	Discussions et analyses microstructurales	129
IV.1	Comportement cyclique et en fatigue de la nuance 304L-EDF	131
IV.1.1	Contribution et évolution de l'écrouissage isotrope et cinématique	131
IV.1.2	Analyse microstructurale et corrélation macroscopique	139
IV.2	Comportement cyclique et en fatigue de la nuance 304L-Com.....	143
IV.2.1	Evolution du module d'élasticité au cours des cycles de fatigue	144
IV.2.2	Contribution et évolution de l'écrouissage isotrope et cinématique	147
IV.2.3	Analyses microstructurales	154
IV.3	Discussion et synthèse	162
CONCLUSION GENERALE	167

INTRODUCTION

Les aciers inoxydables austénitiques sont très utilisés dans les domaines industriels tels que l'aéronautique [Salam et al., 1997; Tauqir et al., 2000], le domaine médical mais particulièrement dans la fabrication des composants sous pression et tuyauteries dans le domaine nucléaire [Chopra & Gavenda, 1998; Chopra et al., 1999; Mendez, 1999; De Baglion & Mendez, 2010; De Baglion, 2011], non seulement pour leurs qualités supérieures de résistance à la corrosion, de ténacité et de ductilité mais aussi pour leurs excellentes qualités de soudabilité et une bonne formabilité.

Le comportement des aciers inoxydables austénitiques est fortement influencé par de nombreux paramètres et différentes conditions de chargement. Un pré-écrouissage dû aux processus de fabrication, aux traitements thermiques effectués ou aux conditions de service peut avoir un effet considérable sur le comportement cyclique et la durée de vie. L'amplitude et la direction du pré-chargement déterminent dans quelle mesure le comportement du matériau sera affecté. Ces sollicitations mécaniques peuvent conduire à un processus d'endommagement et de rupture des pièces en service et être à l'origine d'accidents comme celui survenu dans la centrale nucléaire de Civaux.

En mai 1998, sur le circuit de refroidissement du réacteur à l'arrêt (RRA) de la centrale nucléaire de type REP (Réacteur à Eau sous Pression) à Civaux, une fuite de liquide primaire a été détectée au niveau d'une fissure traversante dans un coude en acier inoxydable type 304L. Le RRA est le circuit chargé d'évacuer la puissance résiduelle du cœur lorsque le réacteur est à l'arrêt. L'expertise effectuée a révélée que cette fissure s'est propagée dans la soudure longitudinale du coude de mélange eau chaude / eau froide du coude (**Fig A- 1** en annexe) avec des zones de faïençage thermique au voisinage du té de mélange. Cette fissuration est due à un endommagement par fatigue thermomécanique provoqué par les fluctuations thermiques mais aussi à l'histoire de chargement, contrainte résiduelle et pré-écrouissage lié à la fabrication des composants ou aux conditions de service.

Suite à cet incident, de nombreuses études ont été lancées par Electricité De France (EDF), AREVA et le Commissariat à l'Energie Atomique (CEA, Saclay) en collaboration avec plusieurs laboratoires universitaires tels qu'ENSMP, Ecole Centrale de Lille et INSA de

Rouen. Parallèlement, plusieurs projets ont été lancés s'intéressant à des études thermo-hydrauliques des zones de mélange et à des études de la fatigue à grand nombre de cycles et de la fatigue thermique des aciers inoxydables austénitiques. Ces études avaient pour objectif de comprendre les différents mécanismes physiques responsables de la fissuration dans les zones de mélange et d'assurer la prévention d'éventuels incidents du même type.

Par ailleurs, plusieurs mesures correctives ont été effectuées par EDF et par le constructeur Framatome : une modification de la géométrie du circuit RRA (**Fig A- 2** en annexe) ainsi qu'une amélioration des procédés de fabrication notamment l'amélioration de l'état de surface interne et l'arasage des soudures.

Parmi ces projets, on citera celui qui a fait l'objet de la thèse [**Kpodekon, 2010**] réalisée au sein de notre équipe à l'INSA de Rouen. Dans ce travail, l'effet du pré-écrouissage en présence de contrainte et/ou déformation moyenne a été étudié.

Le sujet de la présente thèse fait partie de quelques perspectives scientifiques du travail précédent. Notre intérêt porte toujours sur les effets du pré-écrouissage et de l'histoire de chargement sur le comportement cyclique et la durée de vie mais dans des conditions différentes de celles du travail précédent avec des moyens complémentaires en considérant deux nuances de l'acier inoxydable type 304L. L'objectif général est de comprendre le couplage entre les sollicitations mécaniques subies au cours de la mise en forme des pièces ainsi qu'en service et leur durée de vie. Les travaux menés durant cette thèse visent donc à mettre en place une base de données expérimentale dans laquelle le comportement et la durée de vie sont appréhendés sur des éprouvettes ayant subi des histoires élastoplastiques d'intensités et directions différentes. Ensuite, des investigations microstructurales sont menées pour tenter de comprendre les différents mécanismes physiques responsables du comportement macroscopique sous différentes conditions de chargement. Cette base de données expérimentale pourra être ainsi exploitée en vue d'améliorer la modélisation de ce type de comportement mécanique et la prédiction des durées de vie.

Ce manuscrit comporte quatre chapitres. Le premier chapitre concerne une étude bibliographique sur les aciers inoxydables austénitiques. Il présente l'état de l'art sur leurs caractéristiques physiques, leur comportement mécanique, leur durée de vie en fatigue et leurs évolutions microstructurales sous chargement cyclique uniaxial et multiaxial, notamment pour l'acier inoxydable 304L. L'influence de certains paramètres comme le mode de chargement,

le pré-écrouissage cyclique ou monotone et l'effet de mémoire, la contrainte moyenne ou les effets d'environnement sont discutés.

Le deuxième chapitre présente les principales caractéristiques physico-chimiques des nuances de l'acier inoxydable 304L étudiées, la géométrie des éprouvettes utilisées et la préparation des échantillons pour l'observation microstructurale. Ce chapitre est consacré à la présentation des essais mécaniques réalisés afin d'étudier les effets du pré-écrouissage cyclique sur le comportement cyclique et la durée de vie en fatigue de l'acier inoxydable austénitique 304L.

Dans le troisième chapitre, nous présenterons les résultats expérimentaux obtenus durant ce travail concernant la dépendance de la courbe cyclique vis-à-vis des histoires de chargement et aux effets de l'intensité et de la direction du pré-écrouissage sur la durée de vie en fatigue pour différentes amplitudes de déformation. La première partie de ce chapitre est consacrée aux résultats obtenus pour une nuance EDF du 304L tandis que la deuxième présente des résultats des essais effectués sur une nuance commerciale du 304L.

Dans le quatrième et dernier chapitre une analyse du comportement en termes d'évolutions des parties interne et effective de la contrainte ainsi que du module d'élasticité sera effectuée pour les différents cas de chargement avec et sans pré-écrouissage. Ces analyses macroscopiques seront ensuite confrontées, dans un second temps, à des analyses des structures de dislocations en microscopie électronique à transmission afin de préciser les mécanismes physiques responsables de l'effet du pré-écrouissage sur le comportement cyclique et en fatigue de l'acier inoxydable 304L. Cette analyse microstructurale sera effectuée sur les éprouvettes de référence, les éprouvettes ayant subi le pré-écrouissage seul et les éprouvettes ayant subi en plus du pré-écrouissage, les cycles de fatigue.

Une conclusion générale clôturera ce manuscrit en résumant les principaux résultats obtenus durant cette étude et en présentant quelques perspectives de travaux futurs.

CHAPITRE I ELEMENTS DE BIBLIOGRAPHIE, ACIER INOXYDABLE AUSTENITIQUE 304L : COMPORTEMENT CYCLIQUE, FATIGUE ET EVOLUTION MICROSTRUCTURALE

Sommaire

CHAPITRE I	<i>Eléments de bibliographie, acier inoxydable austénitique 304L :</i>	
	<i>Comportement cyclique, fatigue et évolution microstructurale</i>	8
I.1	<i>Acier inoxydable et acier inoxydable austénitique</i>	9
I.1.1	<i>Présentation</i>	9
I.1.2	<i>Structures cristallographiques et énergie de faute d'empilement</i>	11
I.1.3	<i>Transformation martensitique et instabilité de l'austénite</i>	12
I.2	<i>Comportement mécanique sous chargement cyclique</i>	16
I.2.1	<i>Comportement sous chargement uniaxial</i>	17
I.2.2	<i>Comportement sous chargement multiaxial</i>	22
I.2.3	<i>Effet de mémoire et courbe contrainte-déformation cyclique</i>	26
I.2.4	<i>Effets de temps sur le comportement cyclique</i>	28
I.2.5	<i>Modélisation phénoménologique du comportement cyclique</i>	30
I.3	<i>Durée de vie en fatigue</i>	32
I.3.1	<i>Généralités et définition des domaines de fatigue</i>	32
I.3.2	<i>Effet du pré-écrouissage sur la durée de vie des aciers austénitiques</i>	35
I.3.3	<i>Effet de la contrainte moyenne</i>	37
I.3.4	<i>Effet de l'environnement</i>	39
I.3.5	<i>Critère de prédiction des durées de vie en fatigue</i>	40
I.3.6	<i>Cumul de dommage</i>	41
I.4	<i>Evolution microstructurale sous chargement cyclique</i>	46
I.4.1	<i>Mécanismes élémentaires de la plasticité pour des sollicitations monotones</i> ...	46
I.4.2	<i>Mécanismes de déformation dans les aciers austénitiques sollicités de manière cyclique</i>	49
I.4.3	<i>Lien entre mécanismes de déformation et boucles de fatigue</i>	53
I.4.4	<i>Amorçage et propagation des fissures en fatigue</i>	55
I.5	<i>Synthèse de l'étude bibliographique</i>	57

L'objectif de ce chapitre est de synthétiser des travaux de recherche réalisés ou encore débattus sur le comportement cyclique et en fatigue de l'acier inoxydable austénitique 304L. Il est composé de quatre parties. La première est consacrée à la présentation du matériau étudié, nous rappellerons les principales propriétés et applications des aciers inoxydables en général et de l'acier inoxydable austénitique en particulier. Dans les deuxième et troisième parties, nous présenterons les différents résultats antérieurs relatifs aux effets du chargement cyclique sur le comportement mécanique et la durée de vie en fatigue du 304L. Enfin, la dernière partie abordera tout d'abord l'origine de la plasticité dans les polycristaux CFC et ensuite, les évolutions des microstructures de dislocations ainsi que la transformation martensitique sous chargement cyclique du 304L. Une synthèse de l'étude bibliographique conclura ce chapitre et donnera les lignes directrices à suivre pour cette étude.

I.1 ACIER INOXYDABLE ET ACIER INOXYDABLE AUSTENITIQUE

I.1.1 PRESENTATION

Les aciers inoxydables sont des alliages métalliques à base de fer, chrome et d'autres éléments d'additions comme le carbone, le nickel, le molybdène, etc. L'excellente résistance à la corrosion des aciers inoxydables est due à la formation d'une couche protectrice d'oxyde de chrome à la surface. La formation de cette couche de passivation nécessite une teneur en chrome d'au moins 12%. A cette propriété fondamentale, s'ajoutent des propriétés mécaniques très intéressantes comme la ténacité et la ductilité.

Les éléments d'addition contenus dans les aciers inoxydables ont une grande influence sur leur structure cristallographique, ils sont classés en deux grandes familles:

- **Les éléments alphagènes** : tels que le chrome, le molybdène, le titane, le silicium, et le niobium favorisent la formation et la stabilité d'une structure cristallographique cubique centrée comme la ferrite δ ,
- **Les éléments gammagènes** : tel que le nickel, le manganèse, le carbone et l'azote favorisent la formation d'une structure cristallographique cubique à faces centrées comme l'austénite γ au détriment de la ferrite.

L'évaluation du pouvoir alphagène ou gammagène en attribuant des équivalences au chrome [Creq] et au nickel [Nieq] en fonction des différents éléments d'addition permet de

déterminer à température ambiante la structure cristallographique d'un acier inoxydable à l'aide du diagramme de Schaeffler [Schaeffler, 1949] (Fig I-1) qui présente les domaines de l'austénite, de la ferrite ou de la martensite d'un alliage Fe-Cr-Ni. Ces équivalents sont donnés par les formules suivantes :

$$[Cr_{eq}] = [\%Cr] + 2[\%Si] + 1,5 [\%Mo] + 5,5 [\%Al] + 1,75 [\%Nb] + 1,5 [\%Ti] + 0,75 [\%W] \quad \text{EQ I-1}$$

$$[Ni_{eq}] = [\%Ni] + [\%Co] + 0,5 [\%Mn] + 30 [\%C] + 0,3 [\%Cu] + 25 [\%N] \quad \text{EQ I-2}$$

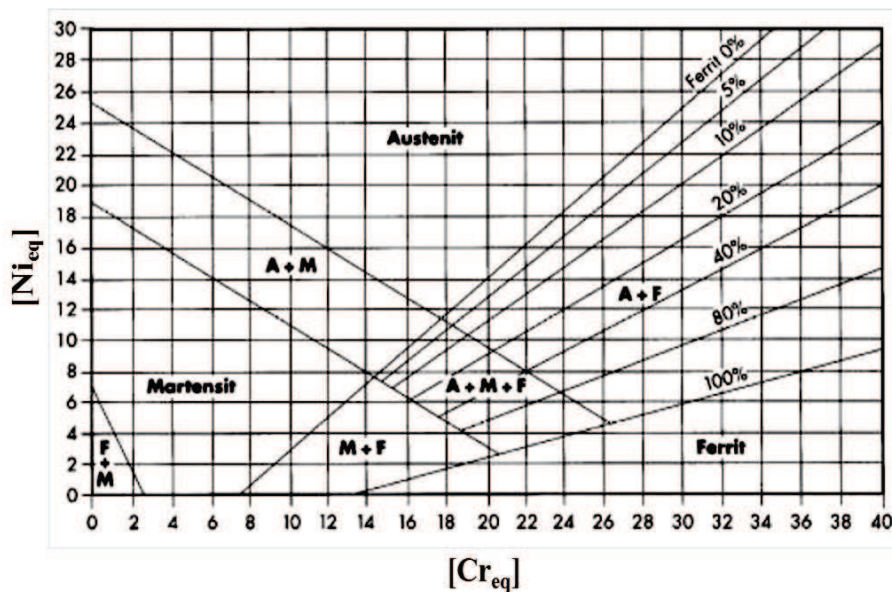


Fig I-1. Diagramme de Schaeffler pour la constitution des aciers inoxydables [Schaeffler, 1949].

Ainsi, suivant la structure cristallographique des aciers inoxydables, qui dépend principalement de la teneur en chrome (Cr) et en nickel (Ni) et des traitements métallurgiques qu'ils ont subis, quatre familles d'aciers inoxydables peuvent être distinguées :

- Aciers inoxydables martensitiques,
- Aciers inoxydables ferritiques et super-ferritiques,
- Aciers inoxydables austénitiques,
- Aciers inoxydables austéno-ferritiques appelés aussi aciers duplex.

Les aciers inoxydables austénitiques sont des alliages qui contiennent, en général, de 17 à 20% de chrome, 9 à 14% de nickel [Cunat, 2000] et d'autres éléments comme le cuivre, le silicium, le titane, le niobium, etc. Les caractéristiques mécaniques des aciers inoxydables

austénitiques sont relativement faibles, leurs module d'élasticité est de l'ordre de 200 GPa ; la limite élastique est de l'ordre de 200 MPa et leur résistance à la rupture est de l'ordre de 500 MPa [Bavay, 1990; Cunat, 2000].

La nuance de base AISI 304 (X5CrNi18-10 ou 1.4301) est la plus répandue des aciers inoxydables austénitiques. Possédant en plus des propriétés citées plus haut, une bonne soudabilité et une bonne formabilité, cette famille d'aciers inoxydables et ses nuances dérivées sont très utilisées dans les domaines industriels tels que l'aéronautique, le domaine médical mais particulièrement les composants sous pression et tuyauteries dans le nucléaire.

La nuance 304L de l'acier inoxydable austénitique présente une phase ferritique δ résiduelle dans l'austénite métastable lors d'une solidification hors équilibre. Un traitement antiferrite peut être effectué afin de limiter la teneur en ferrite due aux surconcentrations locales en éléments alphas. Cette phase est préjudiciable à la tenue en fatigue du matériau [Rho et al., 1998; Rho et al., 2000]. Un traitement d'homogénéisation permettant de réduire la teneur en ferrite résiduelle consiste à maintenir le matériau à une température allant de 1150°C à 1200°C pendant 24 à 36 h suivi d'un refroidissement lent au four jusqu'à la température d'hypertrempe (1000 ou 1050 °C) puis un refroidissement rapide jusqu'à la température ambiante [Sassoulas, 1997].

I.1.2 STRUCTURES CRISTALLOGRAPHIQUES ET ENERGIE DE FAUTE D'EMPILEMENT

La structure cristallographique des aciers inoxydables austénitiques étant de type cubique à faces centrées (CFC), leurs mécanismes de plasticité sont fortement dépendants de leur énergie de faute d'empilement (EFE) [Lacombe, 1990]. Le glissement dévié des dislocations, la transformation martensitique et l'aptitude au maillage dépend de l'EFE du matériau. La description de ces mécanismes sera abordée au cours des paragraphes suivants. Il est donc important de pouvoir estimer cette énergie. A température ambiante, l'EFE des aciers inoxydables austénitiques est de l'ordre de 20 mJ/m². Elle peut être calculée par la formule de Pickering [Pickering, 1984] (EQ I-3). Elle varie en fonction de la teneur en éléments d'alliage.

$$\text{EFE}(\text{mJ}/\text{m}^2) = 25,7 + 2(\%Ni) + 410(\%C) - 0,9(\%Cr) - 77(\%N) - 13(\%Si) - 1,2(\%Mn) \quad \text{EQ I-3}$$

I.1.3 TRANSFORMATION MARTENSITIQUE ET INSTABILITE DE L'AUSTENITE

A température ambiante, les aciers inoxydables austénitiques ont une structure d'austénite γ métastable. Elle peut se transformer partiellement en une structure cubique centrée (cc) ou légèrement quadratique ferromagnétique appelée martensite α' ou bien en une structure hexagonale compacte (HC) paramagnétique appelée martensite ε .

La martensite α' peut se produire directement de la phase mère ($\gamma \rightarrow \alpha'$) par un mécanisme de cisaillement local [Lecroisey, 1972; Durand-Charre, 2003]. Les atomes de fer se déplacent sur quelques distances interatomiques parallèlement à un plan cristallographique appelé plan d'accolement vers des positions voisines plus stables à basse température (Fig I-2).

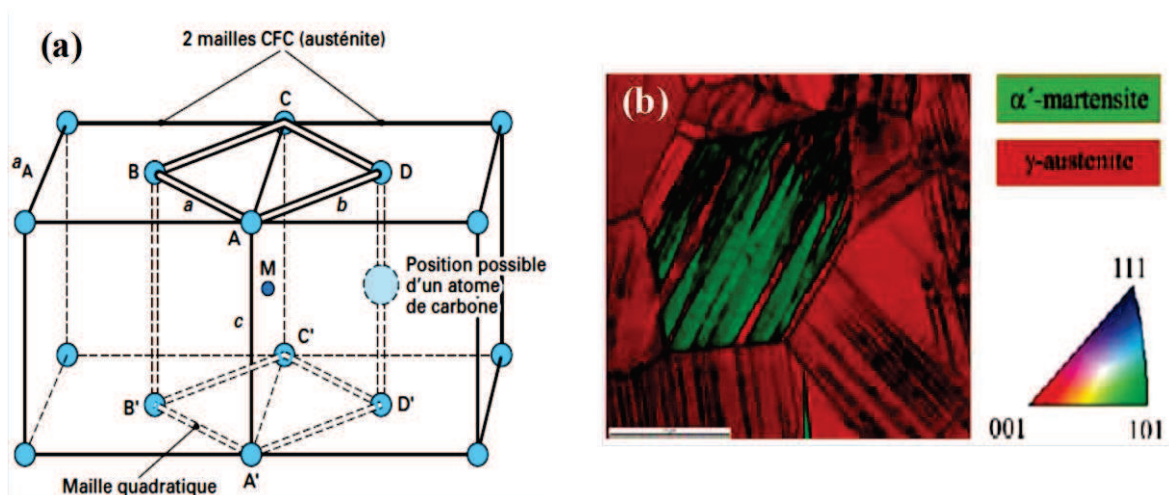


Fig I-2. Formation de la martensite α' à partir de structure cubique face centrée (a) présentation schématique du mécanisme [Durand-Charre, 2003] et (b) carte EBSD représentant la nucléation de la martensite α' dans la phase mère γ [Roth et al., 2010].

Cette transformation peut être aussi indirecte en passant par une structure intermédiaire, la martensite ε ($\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$). Le mécanisme de la formation de la martensite ε est différent de celui de la martensite α' . La formation de la martensite ε est liée directement à l'apparition des fautes d'empilements et des maclages répétés dès l'entrée en déformation [Olson, 1972; Diani & Parks, 1998; Bracke et al., 2007]. Elle adopte la forme de bandes parallèles (Fig I-3). Ensuite, en augmentant la déformation, la transformation $\varepsilon \rightarrow \alpha'$ s'effectue et des îlots de phase α' apparaissent le plus souvent à l'intersection des plaquettes de la phase ε [Lecroisey,

1972; Bayerlein et al., 1989]. Dans les aciers inoxydables à faible EFE, la séquence de transformation principale est $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ [Humbert et al., 2007; Petit et al., 2007]

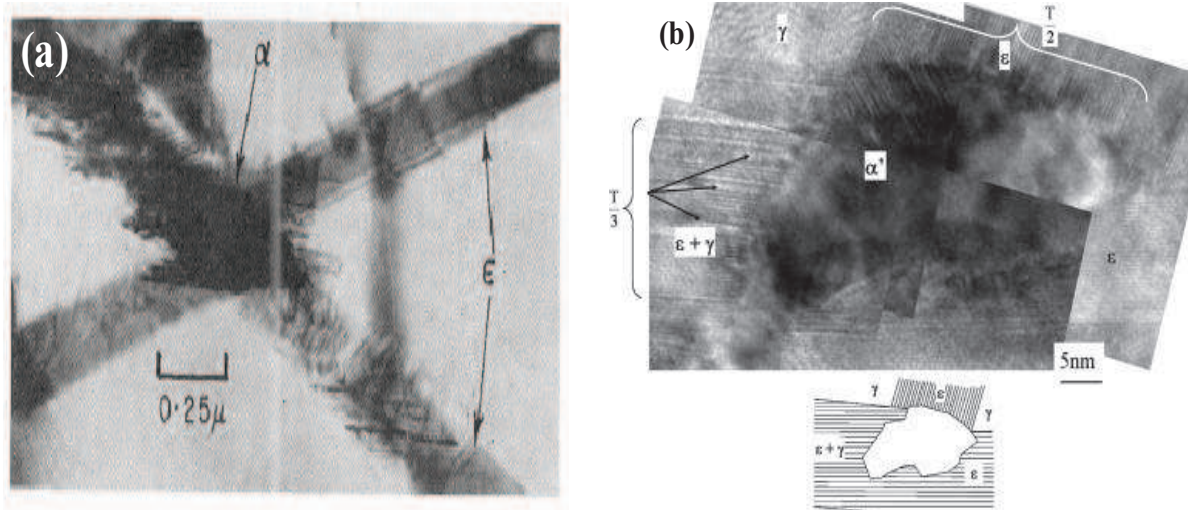


Fig I-3. (a) Formation de martensite α' à l'intersection des plaques ε [Olson, 1972] et (b) intersection de deux lattes de martensite ε formant une île de martensite α' [Bracke et al., 2007]. Une des lattes de martensite ε contient de l'austénite.

La morphologie de la martensite α' est différente si elle se forme selon la première séquence ou si elle se forme selon la deuxième. Dans le premier cas, elle apparaît sous forme de blocs aplatis aux interfaces irrégulières appelée martensite lenticulaire (Fig I-2.b). Elle se développe suivant des directions parallèles au plan d'accolement [Murry, 1998] [Lecroisey, 1972]. La transformation martensitique est accompagnée dans ce cas d'une augmentation de volume générant des contraintes de compression locales très élevées. Dans le deuxième cas, elle apparaît sous forme de lattes ou d'aiguilles situées à l'intersection de plaquettes de martensite ε . La transformation est, dans ce cas, accompagnée d'une réduction de volume.

La transformation martensitique de l'austénite implique un changement de forme irréversible de la zone transformée et l'accumulation de fortes contraintes. Elle peut se faire par refroidissement à basse température mais principalement par déformation plastique.

I.1.3.1 Transformation martensitique par refroidissement

La structure austénitique dans les aciers inoxydables est parfaitement stable à haute température. Lors d'un refroidissement, on définit une température M_s (Martensite start) en

dessous de laquelle l'austénite peut se transformer en martensite ϵ ou α' qui peuvent aussi se former simultanément [Breedis & Robertson, 1962; Reed, 1962].

La température M_s d'un acier peut être calculée par la formule de Pickering [Cunat, 2000] qui dépend de la composition chimique de l'acier. M_s est évaluée en $^{\circ}\text{C}$:

$$M_s = 502 - 810(\%C) - 1230(\%N) - 13(\%Mn) - 30(\%Ni) - 12(\%Cr) - 54(\%Cu) - 46(\%Mo) \quad \text{EQ I-4}$$

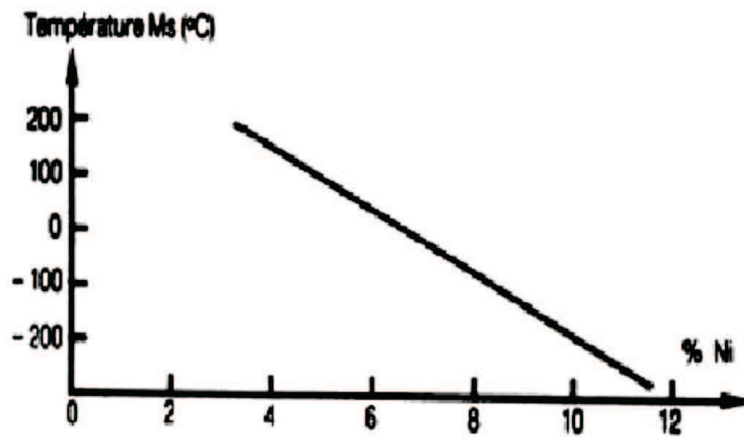


Fig I-4. Evolution de la température de transformation M_s en fonction de la teneur en nickel [BAVAY, 1990].

La figure Fig I-4 donne l'évolution de la température M_s en fonction de la teneur en nickel pour un acier inoxydable austénitique contenant 18% de chrome. Les nuances étudiées durant ce travail contiennent 10% de nickel, leur température M_s est donc de l'ordre de -200°C .

I.1.3.2 Transformation martensitique par déformation plastique

Sous l'effet de la déformation plastique, l'austénite peut se transformer par les mécanismes décrits plus haut en une structure martensitique. Ce type de transformation martensitique de l'austénite est souvent caractérisé par un critère de température Md_{30} . Cette température est définie comme la température à laquelle une déformation plastique en traction de 30% provoque la formation de 50% de martensite en volume. Au dessus de cette température on ne peut plus induire de transformation. Pour calculer la température Md_{30} , la formule proposée par Angel est souvent utilisée [Cunat, 2000], elle est alors exprimée en $^{\circ}\text{C}$:

$$Md_{30} = 413 - 462(\% C + \% N) - 9,2(\% Si) - 8,1(\% Mn) - 13,7(\% Cr) - 9,5(\% Ni) - 18,5(\% Mo) \quad \text{EQ I-5}$$

Pour un acier inoxydable contenant 18% de chrome et 10% de nickel, la température Md_{30} est de l'ordre de 50°C. Les nuances étudiées sont donc sensibles à la transformation martensitique par déformation plastique sous chargement à température ambiante.

Le volume de martensite formée dépend de l'amplitude de la déformation plastique appliquée lors du chargement mais aussi de la composition chimique du matériau, de la température et de la taille des grains.

Sous chargement cyclique, il a été démontré que la formation de la martensite α' dans l'acier inoxydable 301 augmente considérablement avec le nombre de cycles si une valeur seuil de 0,33% de la déformation totale est dépassée [Krupp et al., 2001]. Pour l'acier inoxydable 304L, une amplitude de déformation plastique seuil de 0,3% est nécessaire pour l'apparition de la phase martensitique d'après [Bayerlein et al., 1989].

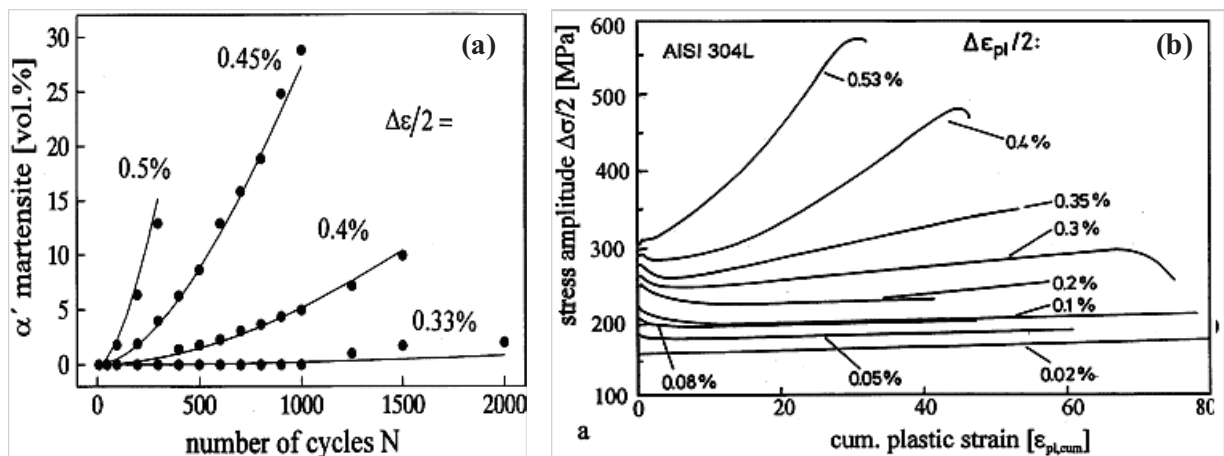


Fig I-5. Evolution de la formation de la martensite sous chargement cyclique en fonction de l'amplitude de déformation et le nombre de cycle appliqué: (a) pour l'acier 301 [Krupp et al., 2001] et (b) pour l'acier 304L [Bayerlein et al., 1989].

En ce qui concerne l'effet de la composition chimique du matériau, nous pouvons citer l'effet de la teneur en carbone dans l'acier 304L. Dans le cas d'une nuance décarburée du 304L (une teneur de carbone de 0,01%), un volume de martensite α' plus élevé (environ 14% en volume) a été formé par rapport à l'acier 304L initial (environ 2% en volume) sous chargement cyclique d'amplitude de déformation de 0,4% (FIG I-6) [Krupp et al., 2001]. L'addition d'éléments alphasènes ou gammagènes semble aussi avoir un effet sur le taux de martensite formé pour le 304L. Une nuance du 304L avec un pourcentage massique de nickel plus faible, a donné lieu à un taux de martensite supérieur par rapport à une nuance avec un

pourcentage de nickel ordinaire sous une déformation plastique constante [Parr, 1986]. En effet, d'après cet auteur, le nickel favorise la stabilisation de l'austénite, contrairement à l'addition du chrome ou du silicium qui déstabilise l'austénite et favorise la transformation martensitique [Hennessy, 1976].

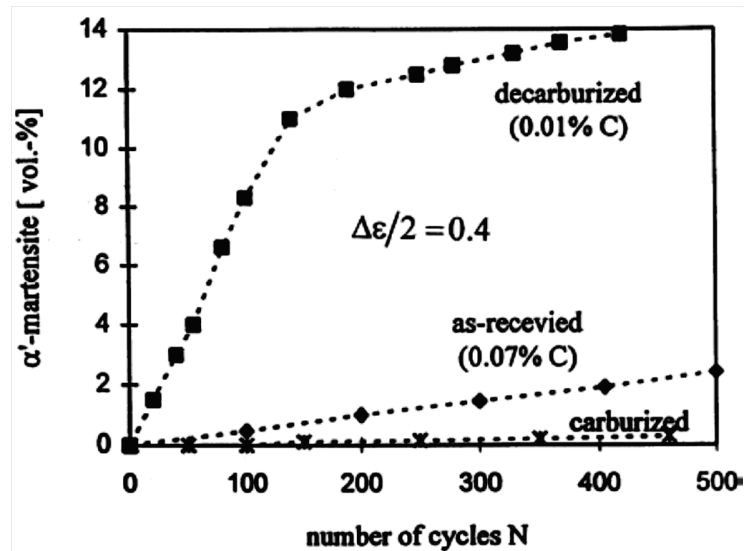


Fig I-6. Effet de la teneur en carbone sur le taux de formation de la martensite α' dans un acier 304L [Krupp et al., 2001].

I.2 COMPORTEMENT MECANIQUE SOUS CHARGEMENT CYCLIQUE

Dans ce paragraphe, nous rappellerons les résultats publiés dans la littérature concernant le comportement cyclique des aciers inoxydables austénitiques sous différents modes et paramètres de chargement. La sollicitation cyclique peut être uniaxiale ou multiaxiale. Dans certains cas, des cycles en traction-compression ou en torsion seuls sont appliqués ou bien une combinaison proportionnelle ou non-proportionnelle des cycles entre différentes directions de chargement. Les cycles appliqués peuvent être en contrainte imposée ou en déformation imposée. Les essais à déformation imposée fournissent des informations sur le durcissement ou l'adoucissement cyclique du matériau alors que le phénomène de rochet est analysé sous des cycles à contrainte imposée.

Concernant cette étude, une synthèse des travaux s'intéressant principalement aux comportements cycliques des aciers inoxydables austénitiques a été effectuée compte tenu du matériau d'étude.

I.2.1 COMPORTEMENT SOUS CHARGEMENT UNIAXIAL

Dans cette partie, le comportement mécanique sous chargement cyclique uniaxial des aciers inoxydables austénitiques et l'influence des paramètres de chargement sont présentés. Les essais en traction-compression sont les plus répandus: ils consistent à appliquer des cycles entre deux valeurs maximale et minimale de contrainte ou de déformation.

Suivant les conditions de chargement, les aciers inoxydables austénitiques manifestent un comportement différent. Les paragraphes suivants ont donc pour objectif de présenter les principaux phénomènes observés.

I.2.1.1 Durcissement et adoucissement cyclique

Sous chargement cyclique, les aciers inoxydables présentent généralement un adoucissement ou un durcissement cyclique. On parle de durcissement cyclique du matériau lors d'essai à déformation imposée lorsque l'amplitude de contrainte croît avec le nombre de cycles et d'adoucissement cyclique lorsque cette l'amplitude de contrainte décroît au cours des cycles.

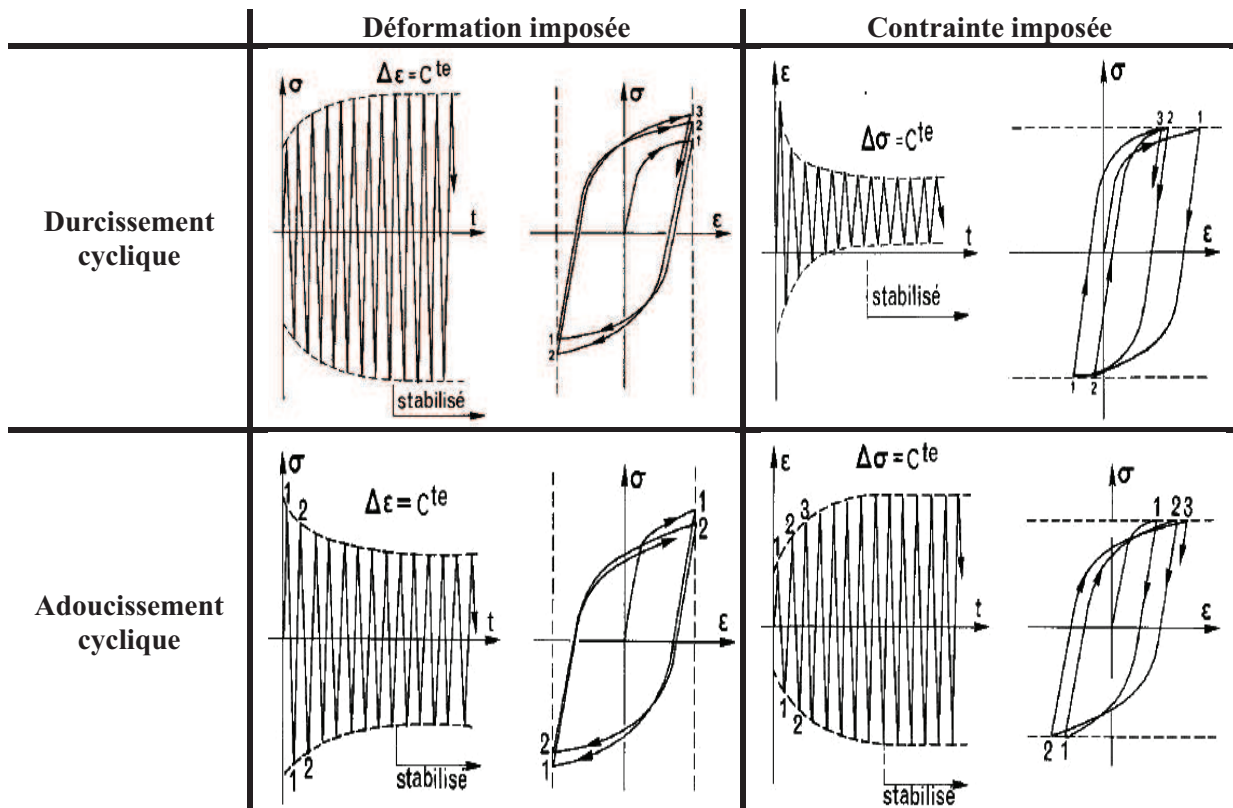


Fig I-7. Manifestation du comportement cyclique des matériaux métalliques suivant le mode de chargement imposé [Lemaitre et al., 2009].

Contrairement aux essais à déformation imposée, lors d'un essai à contrainte imposée, les matériaux manifestent un durcissement cyclique lorsque l'amplitude de déformation décroît en fonction des cycles appliqués et un adoucissement cyclique lorsque l'amplitude de déformation croît avec le nombre des cycles. La figure **Fig I-7** représente les différents comportements du matériau suivant le mode de sollicitation.

Sous une amplitude de déformation constante et à température ambiante, le comportement cyclique de l'acier inoxydable 304L se décompose généralement en trois phases en fonction du nombre de cycles. Les résultats observés par Le Roux sur la nuance Thyssen (THY) [**Le Roux et al., 2008**], par Le Pécheur sur une nuance CLI (Creusot Loire Industries) [**Le Pécheur, 2008**] et plus récemment les travaux de Kpodekon [**Kpodekon, 2010**] ont montré que le matériau manifeste tout d'abord une phase de consolidation avec un durcissement primaire pendant les premiers cycles. Ensuite, la vitesse de durcissement diminue progressivement et atteint une amplitude de contrainte maximale, puis, un adoucissement cyclique se produit. Les phases de durcissement et d'adoucissement sont d'autant plus longues que le niveau de déformation est élevé (**Fig I-8** et **Fig I-9**).

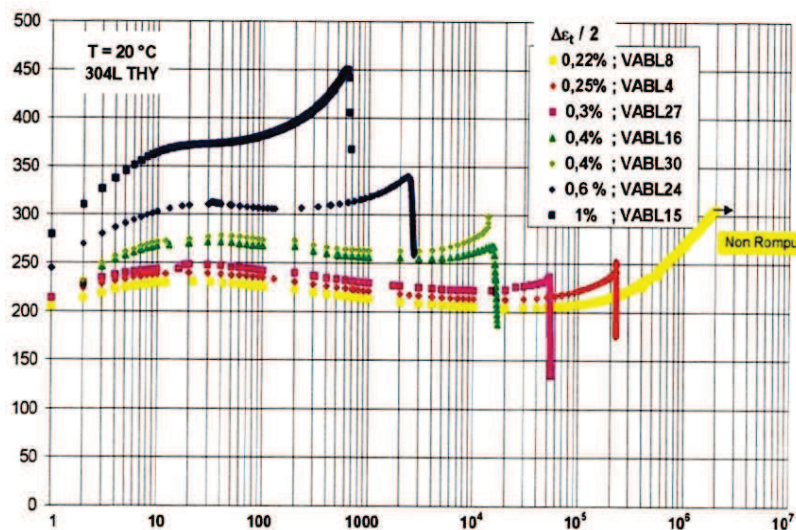


Fig I-8. Evolution des amplitudes de contrainte en fonction du nombre de cycles durant des essais de fatigue sous déformation imposée sur une nuance Thyssen du 304L à température ambiante [**Le Roux et al., 2008**].

Avec un chargement cyclique constant, un état de saturation cyclique sera atteint, l'évolution de l'amplitude de contrainte est quasi-stationnaire. Dans la plupart des cas de chargement en fatigue, la mi-durée de vie doit être atteinte au cours de la saturation cyclique.

Toutefois, la stabilisation n'est pas observée pour tous les essais, cela dépend de l'amplitude de la déformation imposée. Durant certains essais, notamment ceux réalisés dans le domaine des amplitudes de déformation élevées, le 304L manifeste un durcissement cyclique secondaire (DCS) jusqu'à la rupture (**Fig I-8**). L'amplitude de contrainte augmente pendant la majeure partie de la durée de vie en fatigue. Le durcissement cyclique secondaire apparaît dans le 304L aux forts niveaux de déformation ($\Delta\varepsilon_p/2 \geq 0,3\%$) mais aussi en fatigue à grand nombre de cycles sous une faible amplitude de déformation.

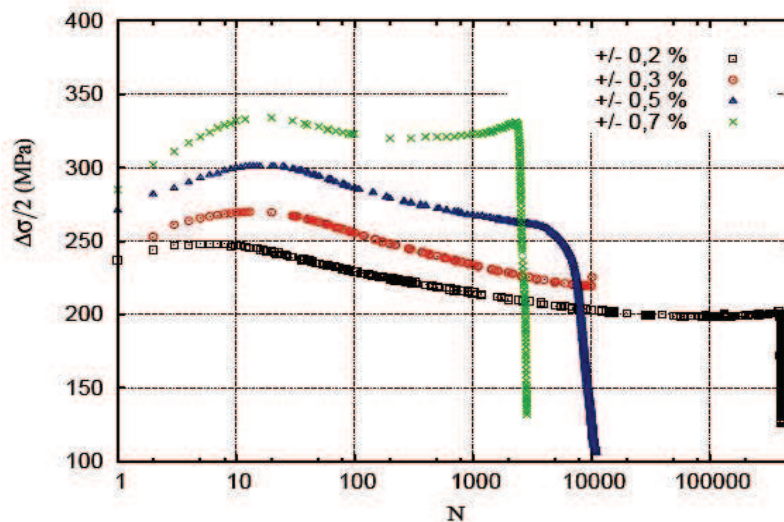


Fig I-9. Evolution des amplitudes de contrainte en fonction du nombre de cycles durant des essais de fatigue sous déformation imposée sur une nuance Thyssen du 304L à température ambiante [Le Pécheur, 2008].

I.2.1.2 Phénomène de rochet et de fluage

Sous chargement cyclique en contrainte imposée, le matériau peut présenter une accommodation, une accumulation de la déformation progressive ou une adaptation selon le type de matériau et les conditions de chargement (**Fig I-10**).

Des cycles en contraintes imposées symétriques (contrainte moyenne nulle) favorisent l'apparition de l'accommodation plastique et l'adaptation élastique. Cependant, un chargement non-symétrique (contrainte moyenne non nulle) favorise l'apparition d'une accumulation cyclique de la déformation plastique au cours des cycles, ce phénomène est appelé phénomène de rochet. Ce dernier provoque la ruine rapide de la structure en un nombre de cycles relativement faible.

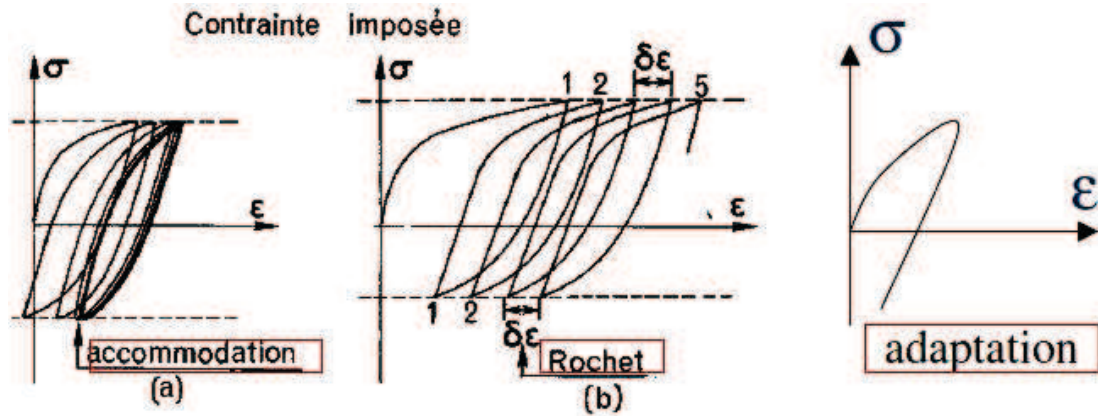


Fig I-10. Phénomène d'accommodation plastique, phénomène de rochet et d'adaptation élastique sous contrainte imposée [Lemaitre et al., 2009].

Le phénomène du rochet pour l'acier 304L a été étudié à de nombreuses reprises, ce dernier dépend de la contrainte moyenne, de l'amplitude de contrainte [Kang et al., 2004], de la vitesse et de l'histoire du chargement et de la température [Yoshida, 1990; Kang et al., 2006; Hassan et al., 2008; Taleb & Hauet, 2009; Taleb & Cailletaud, 2011].

Concernant ce phénomène, des travaux récents ont permis de mettre en évidence un couplage important entre le rochet et le fluage. Dans le cas du 304L, d'après les travaux réalisés par Hassan et al. [Hassan et al., 2008] et Taleb & Hauet [Taleb & Hauet, 2009], il a été mis en évidence la prépondérance de la déformation au cours du premier cycle (plus de la moitié de la valeur maximale de la déformation est obtenue après le premier cycle). De plus, la forme arrondie de boucles de contrainte-déformation semble traduire, dans le cas de ce matériau, l'apparition de phénomènes visqueux.

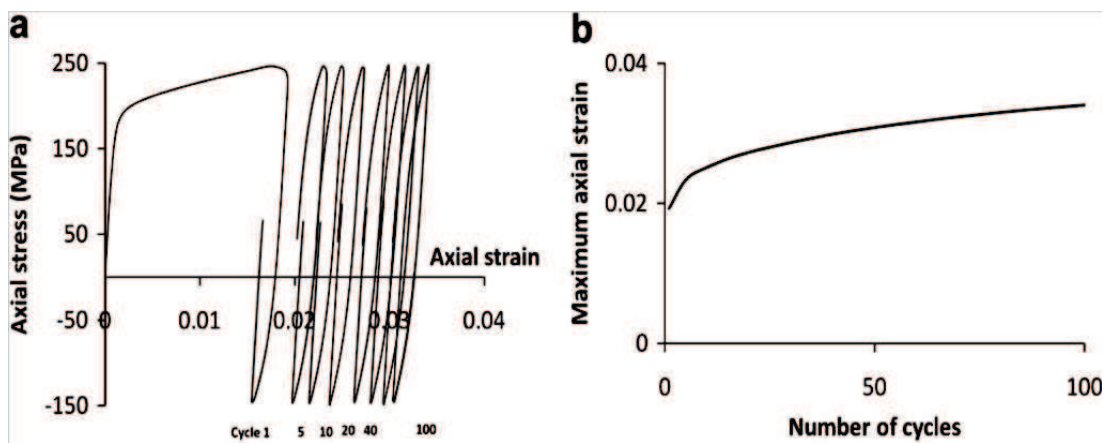


Fig I-11. (a) Evolution des boucles d'hystérésis lors d'un essai du rochet classique, (b) évolution de la déformation axiale maximale en fonction du nombre de cycles dans le même essai [Taleb & Hauet, 2009].

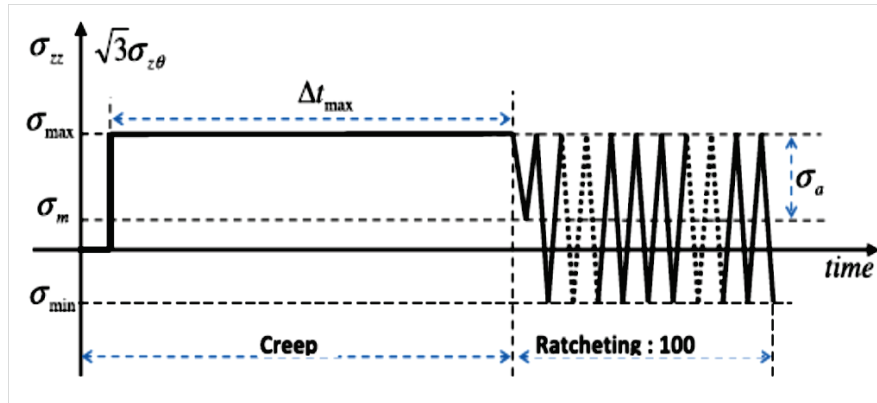


Fig I-12. Représentation schématique de l'histoire du chargement appliqué dans les essais de fluage-rochet effectués dans le but de séparer les contributions du fluage et du rochet [Taleb & Cailletaud, 2011].

La contribution de ces phénomènes visqueux a ensuite été étudiée séparément à l'aide d'essais de rochet pour lesquels le matériau a été soumis à un essai de fluage préalable afin de dissiper les effets visqueux [Taleb & Cailletaud, 2011]. L'illustration de l'histoire du chargement pour ces essais de fluage-rochet est représentée figure Fig I-12.

Les résultats expérimentaux montrent que, après la phase de fluage, aucune accumulation cyclique de la déformation plastique significative n'est observée (Fig I-13). Cela signifie que la plupart de l'accumulation cyclique de la déformation plastique observée pour des essais de rochet classiques semble principalement due à des mécanismes de fluage. Contrairement à ce qui est généralement admis dans la littérature, le rochet semble très faible pour ce matériau à la température ambiante.

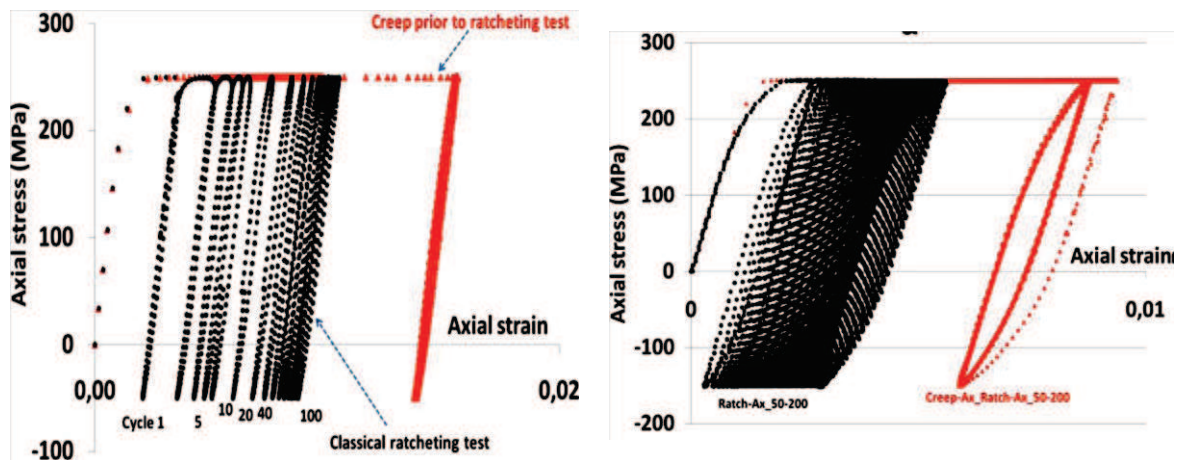


Fig I-13. Evolution contrainte-déformation axiales dans les essais de rochet classique et les essais de fluage-rochet correspondants avec différentes amplitudes de contrainte [Taleb & Cailletaud, 2011].

I.2.2 COMPORTEMENT SOUS CHARGEMENT MULTIAXIAL

Les sollicitations réelles auxquelles sont soumises les structures et les pièces lors de leurs fonctionnements sont loin d'être représentées par les conditions uniaxiales souvent considérés durant les essais de fatigue. Afin de mieux prendre en compte la complexité des chargements, il est nécessaire de caractériser le comportement de l'acier inoxydable 304L à l'aide de sollicitations multiaxiales. Deux types de chargements multiaxiaux peuvent être définis : proportionnels et non-proportionnels. Un trajet de chargement proportionnel est un trajet pour lequel toutes les composantes de la variable de contrôle (contrainte ou déformation) restent proportionnelles, ce qui n'est pas le cas pour les trajets non-proportionnels.

Plusieurs types de chargements multiaxiaux ont été proposés dans la littérature. Parmi toutes les sollicitations, nous retrouvons des sollicitations de traction-compression/torsion [Tanaka et al., 1985; Delobelle, 1993; Hassan & Kyriakides, 1994; Portier et al., 2000; Aubin et al., 2003; Aubin et al., 2003; Jiang & Zhang, 2008; Taleb & Hauet, 2009], ou de traction-compression/pression interne [Bocher & Delobelle, 1997] ou de traction-compression/torsion/pression interne et externe [Bocher et al., 2001].

Afin de pouvoir comparer différents trajets de chargements multiaxiaux, des équivalents en contrainte et en déformation plastique de type von Mises ou Tresca sont utilisés. Les contraintes et les déformations équivalentes (le critère de von Mises est le plus utilisé) permettent de décrire par une même expression les courbes d'écrouissage cyclique pour chaque direction de chargement.

I.2.2.1 Sous trajet de chargement proportionnel

Les travaux de [Tanaka et al., 1985; Doquet, 1989; Calloch, 1997] sur les aciers inoxydables austénitiques ont montré qu'un chargement proportionnel n'affecte pas le comportement cyclique du matériau. Indépendamment du type de chargement, les courbes d'écrouissage cycliques sont presque identiques en termes de contraintes équivalentes. Cela traduit le caractère isotrope du comportement mécanique de ce type de matériau.

I.2.2.2 Sous trajet de chargement non-proportionnel

Un trajet non-proportionnel provoque un durcissement additionnel appelé sur-écrouissage pour les aciers inoxydables austénitiques par rapport à l'écrouissage obtenu sous sollicitations proportionnelles à même niveau de déformation imposée [Tanaka et al., 1985; Benallal et

al., 1989; Doquet, 1989; Bocher & Delobelle, 1997; Aubin et al., 2003]. Il se produit au cours des premiers cycles pour se stabiliser en quelques dizaines de cycles (Fig I-14.a).

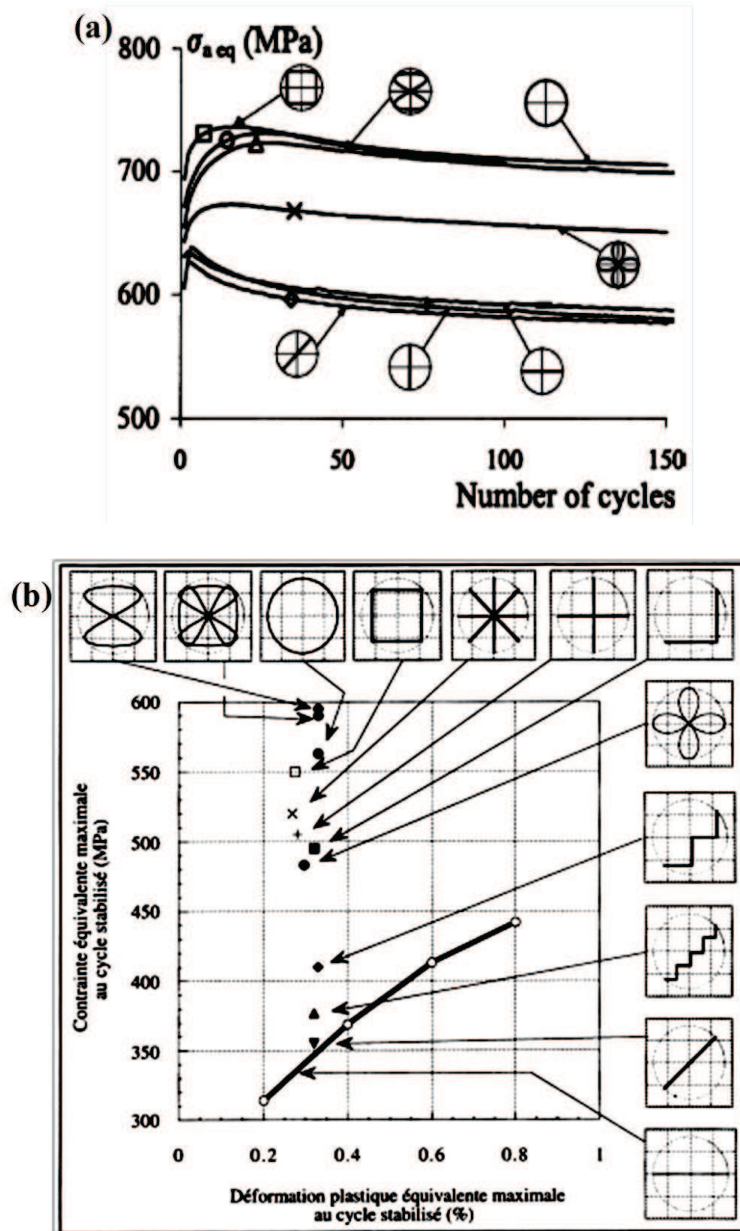


Fig I-14. Niveau de durcissement développé selon les trajets non proportionnels appliqués (a) pour un acier inoxydable duplex [Aubin et al., 2003], (b) pour le 316L d'après [Calloch, 1997]

Plusieurs formes de trajet de chargement ont été proposées dans la littérature. Nous retrouvons des trajets en forme d'escalier, d'étoile, de carré, de sablier, etc. On constate que les différents trajets de chargement induisent des durcissements différents. Il est donc possible de les classer en fonction de leur caractère durcissant. Les trajets sablier et papillon semble

apporter un écrouissage maximal pour l'acier inoxydable 316L (Fig I-14.b et Fig I-15). Pour le l'acier duplex, le trajet circulaire est le plus durcissant (Fig I-14.a). Pour une amplitude de déformation de 0,5%, la contrainte équivalente au sens de von Mises à stabilisation était 20% supérieure à celle observée sous trajet proportionnel. En comparaison, pour un acier inoxydable de type 316L sollicité à la même amplitude de déformation, le trajet circulaire induit un sur-écrouissage de 70% par rapport au trajet proportionnel (Fig I-14.b).

Le sur-écrouissage ne se manifeste pas de la même manière pour tous les matériaux. De manière générale, pour les métaux à structure cristallographique CFC, le sur-écrouissage est plus important lorsque l'énergie de faute d'empilement (EFE) est plus faible. L'aluminium et ses alliages, de haute énergie de faute d'empilement γ sont très peu sensibles [Benallal et al., 1989]. La figure Fig I-15 représente les niveaux de contrainte observés pour une nuance d'aluminium (2024) et un acier inoxydable 316L sollicités à 0,5% et à 0,75% d'amplitude de déformation. On remarque que l'effet du trajet non-proportionnel à 0,5% est beaucoup plus faible dans le cas de l'alliage d'aluminium par rapport au 316L. Cependant, l'augmentation de l'amplitude de déformation augmente la sensibilité du comportement des alliages d'aluminium.

		CYCLIC STRAIN PATHS $\epsilon, \gamma/\sqrt{3}$ plane									
		PROPORTIONAL	PROPORTIONAL	128 STEPS	32 STEPS	2 STEPS	1 STEP	2 BRANCHES	4 BRANCHES	SQUARE	CIRCLE
material and maximal equivalent strain over a cycle	2024 AL alloy 0,75 %	330	330	330	340	380	420				
	2024 AL alloy 0,50 %	270	270	270	290	320	330			350	370
	A 316 S.S. 0,50 %	350	350	360	370	430	500	510	530	570	590
HARDENING AT THE STEADY STATE (MPa)											

Fig I-15. Classification des trajets de chargement non-proportionnels selon leur durcissement [Benallal et al., 1989].

D'un point de vue microscopique, le phénomène de sur-écrouissage lié à un chargement non proportionnel trouve son origine au niveau de la rotation du repère principal des contraintes. Cette rotation entraîne une augmentation du nombre de systèmes de glissement actifs conduisant ainsi à une augmentation de la contrainte liée au sur-écrouissage [Doquet, 1989; Pilvin, 1990; S.-H. Doong, 1990; T. Itoh, 1992; Xiao & Kuang, 1996]. Néanmoins, d'autres mécanismes peuvent aussi expliquer ce phénomène. La faible EFE des aciers inoxydables austénitiques favorise la dissociation des dislocations en dislocations partielles qui vont devoir se recombinaison pour changer de plan de glissement entraînant ainsi de fortes interactions entre les différents systèmes de glissement. Le sur-écrouissage observé sous un chargement non proportionnel peut donc aussi être lié à la formation d'une structure de dislocations hétérogènes (cellules de dislocations, murs...) avec l'apparition des micromâcles provoquant ainsi le sur-écrouissage observé [Bocher et al., 2001]. En revanche, pour les matériaux à forte EFE comme dans l'aluminium, le glissement dévié est favorisé et les dislocations vis peuvent changer de plan de glissement facilement, favorisant des structures de dislocations tridimensionnelles de type cellulaire. Ces dernières évoluent peu au cours du chargement et l'effet du chargement non proportionnel est donc très faible.

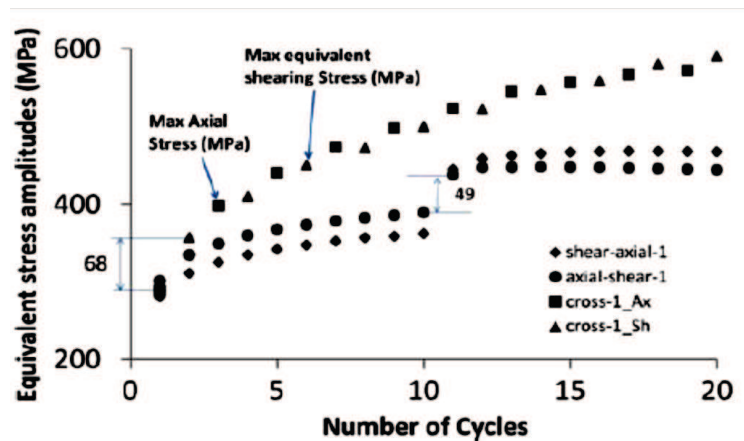


Fig I-16. Evolution des contraintes équivalentes pour les essais cross (noté cross multiple) et les essais sous chargement proportionnel [Taleb & Hauet, 2009].

Par ailleurs, un phénomène appelé effet du durcissement croisé (Cross-hardening) a été observé sur le 304L. Cet effet est mis en évidence lors de chargements cycliques proportionnels dans une direction donnée suivi par un autre chargement cyclique proportionnel dans une autre direction. Un sur-écrouissage cyclique significatif est alors observé juste après le changement de direction du chargement, suivi généralement par un

adoucissement cyclique et une stabilisation. L'effet de ce phénomène sur le rochet a été, par exemple, étudié sur les aciers inoxydables 316L et 304L, ce dernier génère un sur-écrouissage qui semble ralentir le taux du rochet. [Aubin et al., 2003; Taleb & Hauet, 2009].

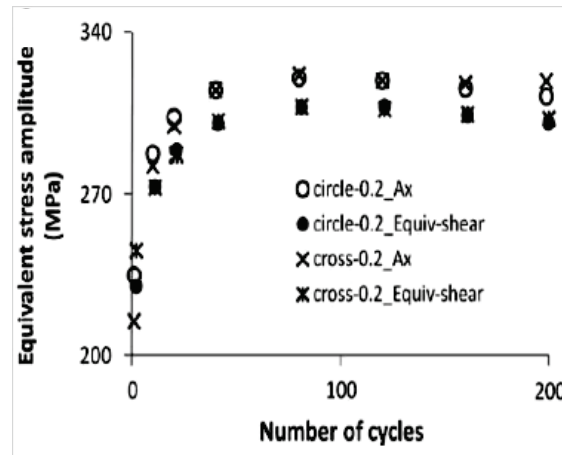


Fig I-17. Evolution des contraintes équivalentes pour le trajet cross multiple et le trajet circulaire [Taleb & Hauet, 2009].

Par ailleurs, cet effet croisé est plus remarquable dans le cas d'un chargement en alternance avec des séquences d'un cycle dans chaque direction, conduisant à une amplitude de contrainte équivalente maximale nettement plus élevée que celle obtenue après l'essai proportionnel (Fig I-16). Ce type d'essai, appelé Cross multiple, augmente de manière significative la période de l'écrouissage en terme de nombre de cycles (période courte dans le cas d'un trajet de chargement proportionnel). Le Cross multiple conduit à un comportement similaire à celui observé sous un trajet de chargement circulaire (Fig I-17) [Aubin et al., 2003; Taleb & Hauet, 2009].

I.2.3 EFFET DE MEMOIRE ET COURBE CONTRAINTE-DEFORMATION CYCLIQUE

Comme expliqué lors de l'introduction, la connaissance de l'effet de mémoire du chargement antérieur sur le comportement mécanique des aciers est primordiale. L'effet de mémoire du chargement sur le comportement des matériaux a été ainsi étudié dans la littérature, notamment à travers la dépendance de leurs courbes cycliques.

En fonction de leur réponse au pré-écrouissage, différents types de matériaux peuvent être définis : matériaux ne montrant pas d'effets significatifs à l'histoire de chargement tels que les alliages d'aluminium, les matériaux montrant des effets relativement faibles tels que les aciers

ferritiques et des matériaux avec des forts effets de l'histoire de chargement, tels que les aciers inoxydables [Chaboche J. L., 1979; Doquet & Taheri, 2000; Taheri et al., 2011].

La courbe cyclique contrainte-déformation (CSSC) est déterminée par l'évolution des amplitudes de contrainte obtenues à saturation (à mi-durée de vie) par rapport aux amplitudes de la déformation totale imposées. Trois principales méthodes peuvent être utilisées pour déterminer la courbe cyclique [Ganesh Sundara Raman, 1992]. La première consiste à utiliser une éprouvette pour chaque niveau de déformation (Companion Specimen Test). La seconde méthode utilise une seule éprouvette avec une augmentation de la déformation après saturation de chaque niveau (Multiple Step Test). La dernière méthode consiste, quant à elle, à imposer plusieurs blocs avec amplitude de déformation progressive (croissante ou décroissante) en appliquant un cycle pour chaque niveau de déformation sur la même éprouvette (Fig I-18). Ainsi, chaque point de la courbe cyclique pour une amplitude de déformation donnée est obtenu après la réalisation de plusieurs blocs tels que celui représenté figure Fig I-19 dont l'amplitude maximale est celle du point voulu sur la CSSC. Le niveau de contrainte relevé pour la courbe cyclique est alors le niveau de contrainte obtenu après l'obtention d'un état stabilisé lors de la réalisation des blocs. D'après certains auteurs, la différence entre la CSSC obtenue sur une seule éprouvette (la méthode MST) est négligeable par rapport à celle obtenue sur plusieurs éprouvettes (par la méthode CST) [M. Klesnil, 1980].

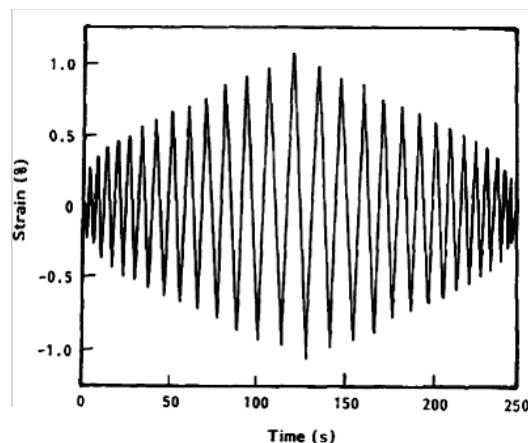


Fig I-18. Evolution de la déformation appliquée durant la méthode IST [Ganesh Sundara Raman, 1992].

Pour un acier inoxydable 316L, les CSSCs avec un pré-écrouissage ont été obtenues pour des amplitudes de déformation totale maximales égales à 1%, 2%, 2,5%, 3% [Chaboche J. L., 1979; Taheri et al., 2011]. Les résultats montrent ainsi que la courbe cyclique n'est pas unique et dépend clairement de l'histoire de chargement précédent (Fig I-19). D'autres résultats font état de l'existence d'un seuil en dessous duquel cet effet du pré-écrouissage n'est pas observable sur la CSSC. En effet, pour de faibles amplitudes de déformation plastique inférieures à 0,4% [Murakami et al., 1989], l'acier 316L n'a pas montré un effet de mémoire sur la CSSC.

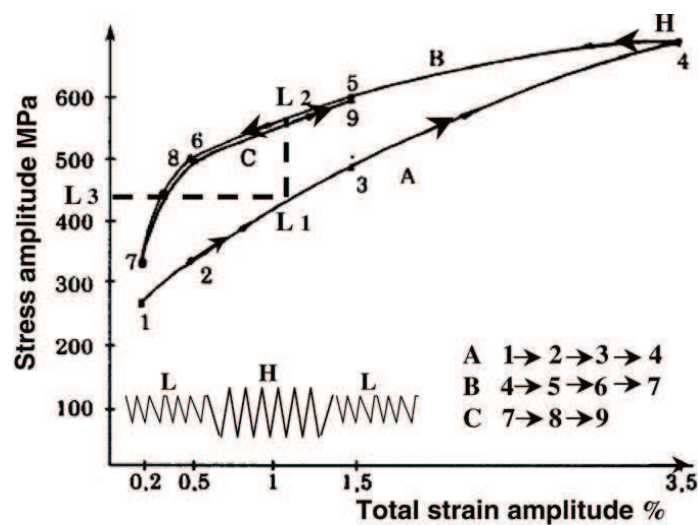


Fig I-19. Effet de la mémoire d'amplitude de déformation sur la courbe cyclique du 316L [Taheri et al., 2011].

Concernant le 304L de nuance Thyssen, l'effet du pré-écrouissage sur la CSSC a été étudié à température ambiante après un pré-écrouissage à 2% [Le Roux et al., 2008; Colin & Fatemi, 2010; Colin et al., 2010]. Les résultats ont montré que, contrairement au comportement de l'aluminium 7075-T6, le 304L a manifesté un durcissement continu sous chargement cyclique avec une CSSC sensible aux amplitudes de déformation appliquées antérieurement. Dans le cas de l'alliage d'aluminium, la CSSC est, quant à elle, unique. La différence entre les réponses des différents matériaux est sans doute à relier à leur différence d'énergie de faute d'empilement (EFE).

I.2.4 EFFETS DE TEMPS SUR LE COMPORTEMENT CYCLIQUE

A température ambiante, différents travaux dans la littérature font état de phénomènes visqueux au cours du chargement mécanique pour l'acier inoxydable 304L. La vitesse de

sollicitation et le temps de maintien des maximales de déformation ou de contrainte ont un effet sur la réponse du 304L en traction [Yoshida, 1990] ainsi que sur le rochet [Kang et al., 2006].

Outre les effets visqueux évoqués dans la section I.2.1 où les boucles contrainte-déformation du 304L ont montré des sommets ronds au début de décharge au cours des premiers cycles durant un essai du rochet classique (Fig I-20), l'influence de la vitesse de sollicitation a été étudiée plus en détails au cours du rochet.

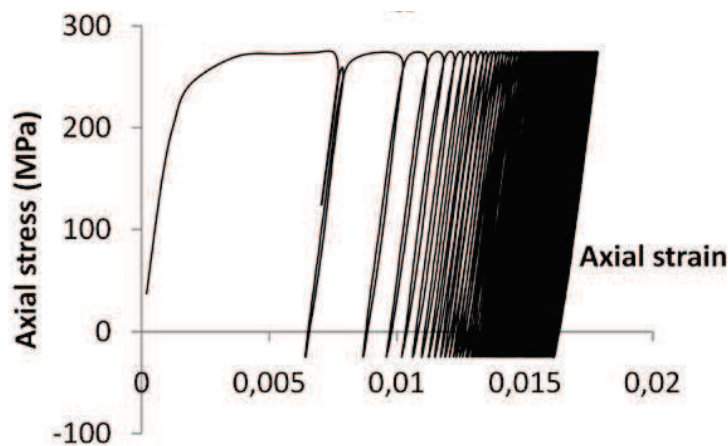


Fig I-20. Les boucles contrainte-déformation axiales des essais du rochet classiques [Taleb & Cailletaud, 2011].

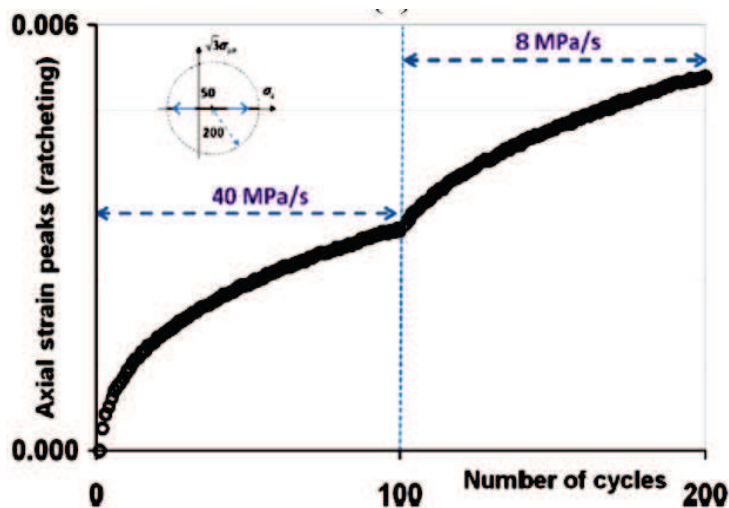


Fig I-21. Essai de rochet avec deux vitesses de sollicitation appliquées à une même éprouvette : évolution de la déformation axiale maximale en fonction des cycles [Taleb & Cailletaud, 2011].

En réalisant un essai de rochet à l'aide de deux vitesses de chargement différentes (40 MPa/s et 8 MPa/s) sous la même amplitude et contrainte moyenne appliquées à une même

éprouvette, Taleb et Cailletaud [**Taleb & Cailletaud**, 2011] ont montré une forte augmentation du taux d'accumulation de la déformation cyclique lors d'une réduction de la vitesse de chargement comme illustré la figure **Fig I-21**, confirmant ainsi l'importance des effets visqueux sur le comportement mécanique du 304L.

I.2.5 MODELISATION PHENOMENOLOGIQUE DU COMPORTEMENT CYCLIQUE

Afin de prendre en compte les différents aspects du comportement cyclique des aciers austénitiques lors de la conception des pièces à vocation industrielle, de nombreux travaux ont été publiés sur la modélisation des phénomènes décrits au sein des sections précédentes. Ces modèles, généralement phénoménologiques, ont été développés à partir des concepts de la thermodynamique des milieux continus. Cette approche consiste à décrire l'état de contrainte du matériau en utilisant des variables observables telles que la déformation, la température et des variables internes scalaires ou tensorielles qui représentent l'état actuel du matériau résultant de l'histoire de chargement [**Lemaitre et al.**, 2009]. Les lois de comportement qui en résultent sont alors basées sur la superposition de plusieurs modèles d'écrouissage.

Parmi les modèles disponibles au sein de la littérature, nous avons choisi de détailler pour cette étude le modèle multimécanismes dont la version initiale est appelée 2M1C (deux mécanismes et un critère). Cette première version a été proposée par Cailletaud & Saï [**Cailletaud & Saï**, 1995] puis a été modifiée à plusieurs reprises [**Taleb et al.**, 2006; **Hassan et al.**, 2008; **Taleb & Cailletaud**, 2010; **Taleb & Cailletaud**, 2011; **Saï et al.**, 2012] afin de permettre une meilleure prise en compte des phénomènes caractéristiques du comportement de l'acier 304L (phénomène de rochet et effet des trajets de chargement non-proportionnels, effet de mémoire d'un pré-écrouissage, effet et dépendance du temps). L'ensemble des équations constitutives du modèle 2M1C est donné dans la section suivante pour la version de Taleb et Cailletaud [**Taleb & Cailletaud**, 2010]. Pour plus de détails, le lecteur est orienté vers les références citées plus haut.

Le modèle, contenant 17 paramètres, est défini par un état de contrainte local, une variable cinématique et un taux de déformation. Deux mécanismes sont combinés en une seule fonction de charge f afin de définir un seul critère.

La déformation inélastique est composée de deux composantes exprimant deux mécanismes différents:

$$\underline{\varepsilon}^{in} = \underline{\varepsilon}_1^{in} + \underline{\varepsilon}_2^{in} \quad \text{EQ I-6}$$

Deux contraintes locales (égales à la contrainte macroscopique) jouent le rôle de force thermodynamique associée à la déformation inélastique :

$$\underline{\sigma}_j = \underline{\sigma} \quad \text{EQ I-7}$$

L'écroûissage cinématique est décrit par deux variables d'état $\underline{\alpha}_1$ et $\underline{\alpha}_2$ qui évoluent selon le modèle d'écroûissage cinématique de Frederick et Armstrong (1966) combiné avec la caractéristique de mémoire évanescence radiale proposée par Burlet et Cailletaud [**Burlet & Cailletaud**, 1987]. Les forces thermodynamiques associées \underline{X}_1 et \underline{X}_2 correspondant à $\underline{\alpha}_1$ et $\underline{\alpha}_2$ sont détaillées en prenant en considération des paramètres matériau C_{11} , C_{22} et C_{12} qui jouent un rôle important :

$$\underline{X}_1 = \frac{2}{3} C_{11} \underline{\alpha}_1 + \frac{2}{3} C_{12} \underline{\alpha}_2 \quad \text{EQ I-8}$$

$$\underline{X}_2 = \frac{2}{3} C_{12} \underline{\alpha}_1 + \frac{2}{3} C_{22} \underline{\alpha}_2 \quad \text{EQ I-9}$$

$$\dot{\underline{\alpha}}_1 = \underline{n}_1 \dot{\nu} - D_1 \{(1 - \eta)\underline{\alpha}_1 + \eta(\underline{\alpha}_1 : \underline{m}_1)\underline{m}_1\} \dot{\nu} \quad \text{EQ I-10}$$

$$\dot{\underline{\alpha}}_2 = \underline{n}_2 \dot{\nu} - D_2 \{(1 - \eta)\underline{\alpha}_2 + \eta(\underline{\alpha}_2 : \underline{m}_2)\underline{m}_2\} \dot{\nu} \quad \text{EQ I-11}$$

Où le tenseur \underline{m}_j est définie par :

$$\underline{m}_j = \frac{\underline{n}_j}{\|\underline{n}_j\|} = \frac{\underline{\sigma}'_j - \underline{X}'_j}{\|\underline{\sigma}'_j - \underline{X}'_j\|} \quad \text{EQ I-12}$$

C_{11} , C_{22} , C_{12} , D_1 , D_2 et η sont des paramètres du matériau tandis que $\dot{\nu}$ est un scalaire positif (multiplicateur plastique). Le paramètre η est activé uniquement sous chargement multiaxial. \underline{n}_i est le gradient de la fonction de charge f dans l'espace des contraintes,

$$n_i = \frac{\partial f}{\partial \sigma_i} = \frac{3}{2} \frac{\underline{\sigma}'_i - \underline{X}'_i}{J} \quad \text{EQ I-13}$$

La fonction de charge f est défini par :

$$f = J - R$$

R exprime la taille du domaine élastique :

$$R = R_0 + Q_1 (1 - e^{-b_1 v}) + Q_2 (1 - e^{-b_2 v}) \quad \text{EQ I-14}$$

Où R_0 est la valeur initiale de R et b_i des paramètres du matériau. La variable Q_1 tient compte de l'effet de la mémoire de déformation [Chaboche J. L., 1979], et Q_2 est la variable qui permet de représenter le sur-écrouissage dû aux trajets de chargement non proportionnels [Benallal & Marquis, 1987]. Plus de détails sont disponibles sur la référence [Taleb & Cailletaud, 2010].

L'expression de J est donnée par :

$$J = (J_1^2 + J_2^2)^{\frac{1}{2}} \quad \text{EQ I-15}$$

$$J_i = \sqrt{\frac{3}{2} (\underline{\sigma}'_i - \underline{X}'_i) : (\underline{\sigma}'_i - \underline{X}'_i)} \quad \text{EQ I-16}$$

Notons que v ne représente pas la déformation plastique cumulée.

$$\underline{\dot{\varepsilon}}^{in} : \underline{\dot{\varepsilon}}^{in} = (\dot{v})^2 (\underline{n}_1 + \underline{n}_2) (\underline{n}_1 + \underline{n}_2) \quad \text{EQ I-17}$$

Toutefois l'identification des paramètres mérite une attention particulière. Une identification directe de ces paramètres est souvent difficile voire impossible compte tenu des différentes interactions. On utilise souvent une identification « manuelle » couplée à une procédure d'optimisation qui n'est pas sans risque si on ne respecte pas certaines conditions assurant la cohérence thermodynamique des résultats du modèle, à savoir la non négativité de l'énergie libre et de la dissipation intrinsèque [Wolff & Taleb, 2008].

I.3 DUREE DE VIE EN FATIGUE

I.3.1 GENERALITES ET DEFINITION DES DOMAINES DE FATIGUE

La fatigue des matériaux est considérée comme l'ensemble des modifications des propriétés des matériaux sollicités de façon répétée. Ces sollicitations mécaniques, même inférieures à la limite d'élasticité macroscopique du matériau, peuvent conduire à un processus d'endommagement et de rupture des pièces en service et être à l'origine d'accidents comme ceux survenus dans l'industrie ferroviaire, aéronautique et nucléaire [Salam et al., 1997; Chopra et al., 1999; Tauqir et al., 2000]. Généralement, l'endommagement par fatigue se fait sans modification apparente de l'aspect ou de la forme des pièces. La

détérioration du matériau est progressive et conduit à une rupture brutale [Bathias & Bailon, 1997] rendant la prise en compte du phénomène de fatigue particulièrement importante dans l'estimation de la durabilité des structures. De ce fait, la prévision des durées de vie en fatigue et l'amélioration du comportement des matériaux passe par la compréhension des phénomènes physiques et leurs mécanismes d'endommagements qui opèrent tout au long de la durée de vie.

Plusieurs types de fatigue peuvent être distingués suivant la nature de la sollicitation cyclique et des conditions dans laquelle elle se répète:

- **La fatigue mécanique** : lorsque l'endommagement provient des efforts mécaniques extérieurs,
- **La fatigue thermique** : c'est la détérioration graduelle et la fissuration d'un matériau par chauffage et refroidissement alternés,
- **La fatigue thermomécanique** : lorsque la fatigue thermique est associée à un chargement mécanique,
- **La fatigue-fluage** : lorsque les sollicitations mécaniques se produisent dans des conditions favorables au fluage,
- **La fatigue-corrosion** : lorsque les sollicitations mécaniques ont lieu en milieu corrosif,
- **Le fretting-fatigue** : lorsque la sollicitation est engendrée par le mouvement relatif de deux solides en contact.

Compte tenu des objectifs de cette étude, nous nous intéresserons particulièrement à la fatigue mécanique.

Le comportement d'un matériau en fatigue est représenté par une courbe $\sigma_a = f(N_R)$, appelée courbe de Wöhler, donnant le nombre de cycles à rupture (N_R) en fonction de l'amplitude de sollicitation (σ_a) appliquée, ou une courbe de Manson-Coffin dans le cas des cycles à déformation imposée. Cette courbe est en général construite à partir d'essais sur éprouvettes normalisées soumises à des chargements périodiques simples (traction-compression ou torsion). Elle met en évidence la notion de limite de fatigue qui correspond à la contrainte σ_D en dessous de laquelle l'éprouvette a peu de chances de se rompre par fatigue. Cette courbe présente deux domaines distincts selon le niveau de sollicitation (**Fig I-22**):

- 1) **La fatigue oligocyclique** : c'est la zone dans laquelle les contraintes imposées sont élevées et accompagnées d'une déformation plastique à l'échelle macroscopique. La rupture survient après un faible nombre de cycles inférieur à 10^5 .
- 2) **La fatigue polycyclique** : c'est la zone de la fatigue à grand nombre de cycles. En général, la réponse de l'éprouvette atteint un régime adapté élastique. Cette zone est divisée en deux domaines :
 - a) **Le domaine de l'endurance limitée** : dans lequel les niveaux de contrainte et de déformation sont plus faibles par rapport à la fatigue oligocyclique. La rupture se produit entre 10^5 et 10^7 cycles,
 - b) **Le domaine de l'endurance illimitée** : observé sous faibles niveaux de contrainte et pour lequel la rupture ne se produit pas avant environ 10^7 cycles. La courbe tend vers une limite asymptotique, parallèle à l'axe des nombres de cycles pour en définir la limite de fatigue ou limite d'endurance (σ_D). Bathias et Bailon [Bathias & Bailon, 1997] précisent qu'il n'existe pas réellement d'asymptote horizontale sur la courbe S-N et que la notion de seuil de fatigue serait préférable.

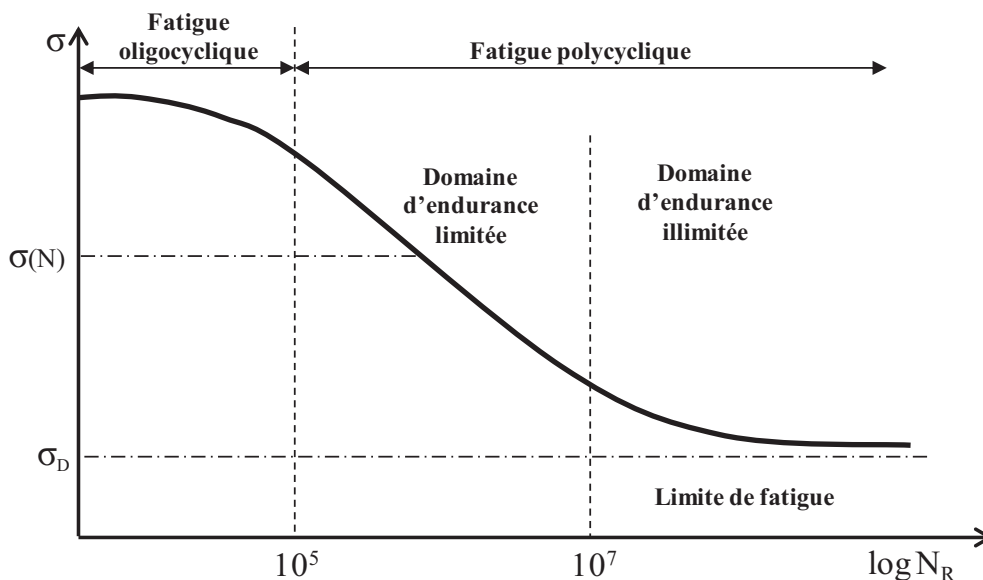


Fig I-22. Représentation schématique de la courbe de Wöhler et domaines de la fatigue.

I.3.2 EFFET DU PRE-ECROUISSAGE SUR LA DUREE DE VIE DES ACIERS AUSTENITIQUES

Concernant cet effet, des travaux précédents réalisés au sein du Groupe de Physique des matériaux ont permis de mettre en évidence certains phénomènes. Au cours de sa thèse, Kpodekon [Kpodekon, 2010] s'est intéressé aux effets du pré-écrouissage sur la durée de vie de deux nuances du 304L, le Thyssen et le CLI (Creusot Loire Industrie). Pour cela, des essais de fatigue ont été réalisés sous le contrôle de la contrainte ou de la déformation totale sur des éprouvettes vierges et d'autres pré-écrouies en chargement monotone ou cyclique.

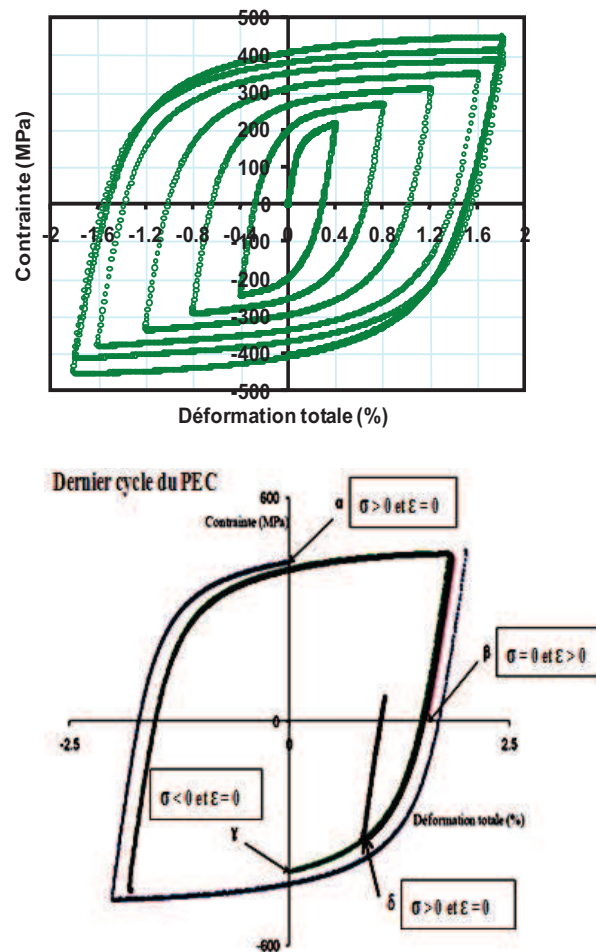


Fig I-23. Points d'arrêt des derniers cycles de pré-écrouissage [Kpodekon, 2010].

Le pré-écrouissage cyclique a été réalisé en sollicitant les éprouvettes par des cycles en traction-compression avec montée en amplitude progressive, un cycle pour chaque niveau de déformation (0,4%, 0,8%, 1,2% et 1,6%) puis dix cycles à 1,8%. Quatre configurations de

point d'arrêt de la phase de pré-écrouissage ont été considérées sur la boucle d'hystérésis du dernier cycle de pré-écrouissage comme illustré **Fig I-23**.

La contrainte moyenne après cette première phase peut être positive, négative en fonction de l'emplacement de ces points d'arrêt. Les résultats obtenus montrent que durant les essais de fatigue à déformation imposée sur éprouvettes pré-écrouies, et malgré la présence d'une contrainte moyenne de compression (point γ correspond à un arrêt à $\sigma < 0$ et $\varepsilon = 0$), la réduction de la durée de vie est de l'ordre de 86% par rapport aux essais de références (**Fig I-24**). Au contraire, aucune réduction des durées de vie n'a été constatée pour les essais en contrainte imposée, le pré-écrouissage ayant augmenté la durée de vie du matériau (6 millions de cycles atteints sans rupture). Les résultats ont par ailleurs montré que les contraintes moyennes initiales ne se relaxent que partiellement tout au long de l'essai de fatigue. Les mêmes constatations ont été faites pour le pré-écrouissage monotone, l'effet de ce mode étant aussi nocif sur la tenue en fatigue qu'un pré-écrouissage cyclique (**Fig I-24**).

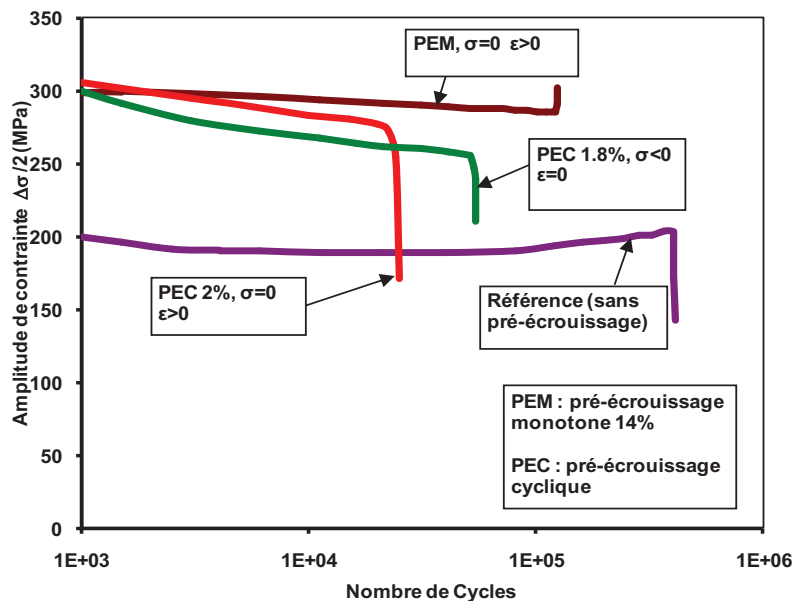


Fig I-24. Effet du pré-écrouissage sur la durée de vie en fatigue à 0,226% [Kpodekon, 2010].

Ces travaux ont ainsi permis de préciser l'effet d'un pré-écrouissage sur le comportement cyclique et la durée de vie en fatigue de l'acier inoxydable 304L déjà mis en évidence par d'autres auteurs tels que Doquet et Taheri [Doquet & Taheri, 2000], ou Colin et al [Colin et al., 2010]. Doquet et Taheri ont par ailleurs étudié l'effet du pré-écrouissage sur le comportement de l'acier doux type A42. Contrairement au 304L, ce matériau manifeste très

peu de sensibilité au pré-écrouissage. Cette faible sensibilité a aussi été mise en évidence par Colin et al. [Colin et al., 2010; Colin et al., 2011] pour un alliage d'aluminium 7075-T6. D'après ces auteurs la sensibilité des matériaux aux effets du pré-écrouissage cyclique sur la durée de vie serait liée à l'effet mémoire lié à son tour à l'énergie de faute d'empilement des matériaux.

I.3.3 EFFET DE LA CONTRAINTE MOYENNE

Les travaux décrits dans le paragraphe précédent montrent l'effet important d'une contrainte moyenne au cours des cycles de fatigue suite à un pré-écrouissage. Parallèlement à ces travaux, plusieurs auteurs se sont intéressés à l'effet d'une contrainte ou d'une déformation moyenne sur le comportement en fatigue en dehors de tout pré-écrouissage en réalisant des cycles de fatigue non symétriques. Parmi eux, nous pouvons citer les travaux de Colin et ses collègues [Colin et al., 2010] qui ont effectué des essais à contrainte et à déformation moyenne sur l'acier 304L avec des rapports de déformation $R\varepsilon$ égaux à 2, ∞ et 0,75, et des rapports de charge $R\sigma$ égaux à -0,67 et -0,55, correspondant respectivement à une contrainte moyenne de traction de 40 MPa et 60 MPa.

Les résultats, comparés à ceux obtenus après des essais de fatigue classique avec R égal à -1, montrent que, pour les essais réalisés avec une déformation moyenne (chargement sous déformation imposée), la contrainte moyenne du 304L s'est relaxée d'environ 20MPa au cours des premiers cycles de la durée de vie en fatigue (équivalent à 5% de la durée de vie en fatigue) comme illustré **Fig I-25.a**. La relaxation semble, par ailleurs, proportionnelle à la déformation plastique : pour les faibles niveaux d'amplitude de déformation, un plus grand nombre de cycles a été nécessaire pour que la contrainte moyenne soit relaxée. En ce qui concerne les essais avec contrainte moyenne (chargement sous contrainte imposée), un rochet considérable a été observé conduisant à un durcissement du matériau avec une augmentation de la déformation moyenne tout au long des cycles (**Fig I-25.b**). Une réduction de l'amplitude de déformation d'environ 30% par rapport à l'essai avec R égal à -1 a été observée. Il a été aussi constaté que la quantité de rochet à une amplitude de contrainte donnée augmente avec l'augmentation de la valeur de la contrainte moyenne.

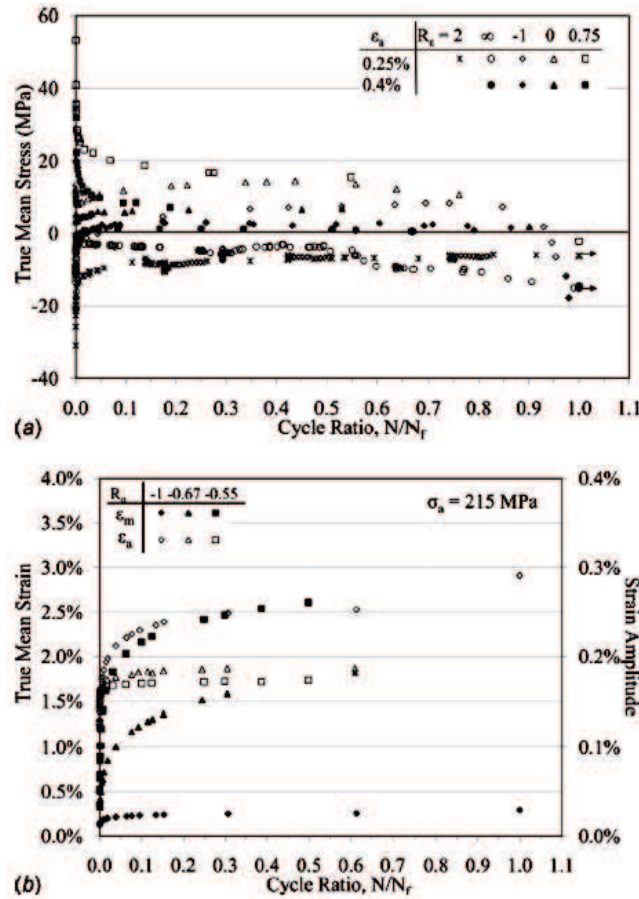


Fig I-25. (a) Evolution de la contrainte moyenne durant les essais à déformation imposée et (b) évolution de la déformation moyenne durant les essais à contrainte imposée à amplitude de contrainte de 215 MPa, en fonction du nombre de cycles et à des valeurs différentes de R pour le 304L [Colin et al., 2010].

Dans la plupart des cas, la réduction de la durée de vie dans les deux types d'essais à déformation imposée ou à contrainte imposée sur le 304L est faible (de l'ordre de 20 à 30%). Cela est dû à la relaxation des contraintes dans le cas de la déformation imposée et à l'effet du durcissement dû au rochet qui a réduit l'effet néfaste de la contrainte moyenne en traction pour l'essai à contrainte imposée.

Cette tendance a aussi été observée au cours d'essais uniaxiaux à contrainte imposée avec contrainte moyenne réalisés par Mughrabi et Christ [Mughrabi & Christ, 1997] sur du 304L à température ambiante. Leurs résultats montrent qu'une contrainte moyenne positive ou négative permet de réduire l'amplitude de déformation plastique par l'effet de rochet comparée à un essai avec contrainte moyenne nulle. Cette réduction est plus marquée pour de faibles amplitudes de contrainte.

I.3.4 EFFET DE L'ENVIRONNEMENT

L'influence des environnements air, vide ou eau primaire REP (Réacteur à Eau Pressurisée) et de la température sur l'endommagement et la durée de vie des aciers inoxydables austénitiques 304L et 316L constituant certains composants des réacteurs nucléaires a été largement discutée au sein de la littérature [Chopra & Gavenda, 1998; Mendez, 1999]. Dans les travaux de De Baglion & Mendez [De Baglion & Mendez, 2010; De Baglion, 2011] un fort effet de l'environnement air/vide a été constaté sur le 304L sous déformation imposée. A la température de 300°C, la durée de vie en fatigue sous vide était considérable, 12 fois plus longue que celle observée sous air pour l'amplitude 0,3%.

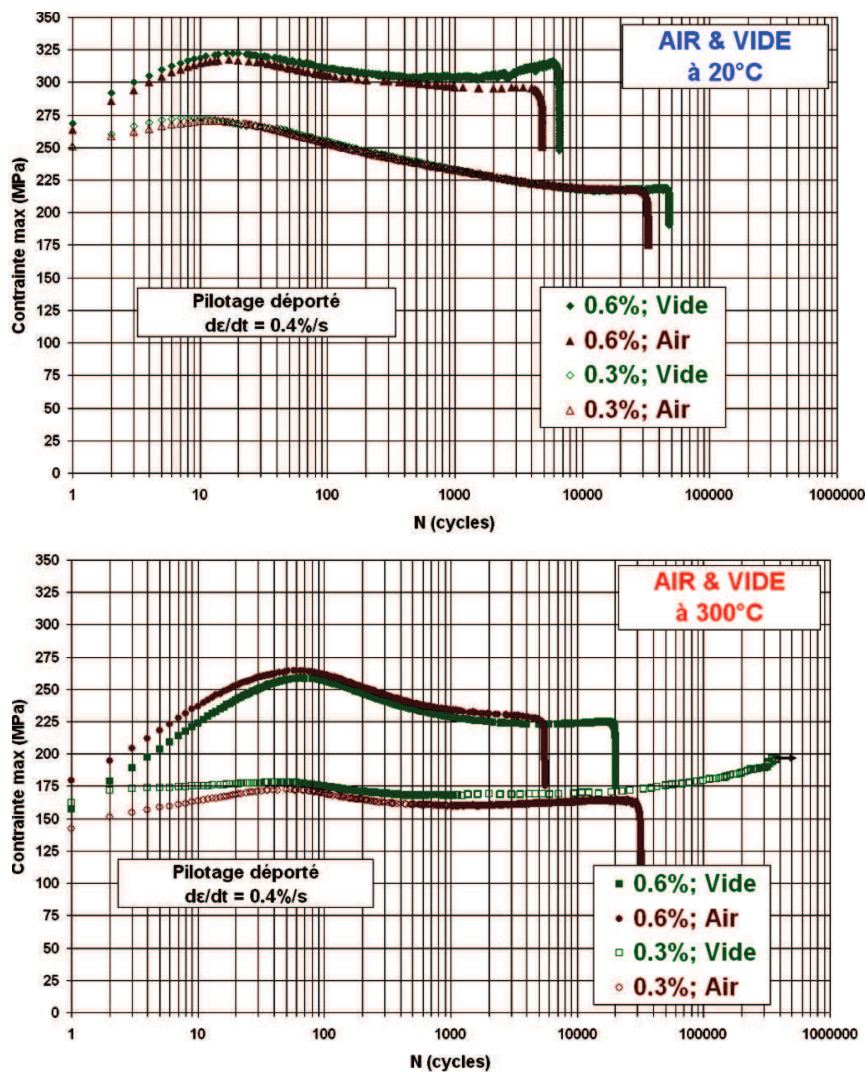


Fig I-26. Evolution de la contrainte maximum selon l'amplitude de déformation et l'environnement [De Baglion & Mendez, 2010].

Cependant, cet effet tend à décroître avec l'augmentation de l'amplitude de déformation. Ces auteurs ont donc constaté un effet bénéfique intrinsèque sur la durée de vie en fatigue de la température sous vide. Contrairement aux essais réalisés sous vide, la température ne semble pas avoir d'effets pour les essais réalisés sous air, la différence entre les durées de vie obtenues à 20°C et celles à 300°C n'étant pas importante. L'action de l'air, attribuée aux effets de la vapeur d'eau et de l'hydrogène, vient masquer l'effet bénéfique de la température (**Fig I-26**).

L'étude de la tenue en fatigue de l'acier 304L en environnement eau primaire REP a révélé une réduction par rapport à l'air. Le facteur de réduction de la durée de vie est dépendant de la vitesse de déformation, mais il semble être indépendant de l'amplitude de sollicitation pour les amplitudes de déformation entre 0,3% et 0,6% [**De Baglion, 2011**].

I.3.5 CRITERE DE PREDICTION DES DUREES DE VIE EN FATIGUE

Selon le domaine de fatigue, oligocyclique ou polycyclique dans lequel se situe le chargement appliqué, deux familles de critères de prédiction des durées de vie en fatigue peuvent être différenciées. La première famille de critères de fatigue permet de séparer l'état non fissuré d'une structure de l'état où elle est fissurée à N cycles sous chargement en fatigue, en définissant un seuil par un formalisme mathématique. Ce type de critère de fatigue compare une grandeur physique fonction des différents paramètres caractéristiques du chargement à la limite de fatigue (limite d'endurance). Pour un chargement donné, si cette fonction est inférieure ou égale à limite d'endurance, le critère prévoit l'amorçage d'une fissure au delà du nombre de cycles N définissant l'endurance du matériau sollicité. Si elle est supérieure à limite d'endurance, le critère prévoit au contraire l'apparition d'une fissure avant l'application des N cycles correspondant au seuil défini par la limite d'endurance. Ces critères sont appliqués dans le domaine de la fatigue polycyclique. Dans le domaine de la fatigue oligocyclique, le matériau présente une déformation plastique cyclique importante. La deuxième famille de critères de fatigue permet une estimation de la durée de vie d'une structure sous chargement en fatigue en termes de nombre de cycles.

Plusieurs études bibliographiques ont essayé de classer les différents critères selon leur formalisme [**Weber, 1999; Banvillet, 2001; Le Pécheur, 2008**]. La synthèse bibliographique

effectuée par Weber [Weber, 1999] durant ses travaux de thèse a permis de recenser 37 critères de fatigue. Ces critères ont été classés selon trois approches :

- **Approches Empirique :** concerne l'ensemble des critères qui s'appuient sur un formalisme issu des résultats expérimentaux obtenus pour un type de sollicitation et un matériau donné.
- **Approche globale (selon une grandeur équivalente) :** concerne l'ensemble des critères s'appuyant sur un formalisme qui réduit l'état tridimensionnel des contraintes et des déformations lors de sollicitations multiaxiales à un paramètre scalaire de contrainte ou de déformation équivalente.
- **Approche de type plan critique :** concerne l'ensemble des critères s'appuyant sur un formalisme basé sur la recherche d'un plan physique critique. En fatigue uniaxiale, la fissure s'amorce puis se propage dans un plan de cisaillement incliné de 45° par rapport à l'axe de sollicitation. Ensuite, elle se propage en déviant dans un plan perpendiculaire à la direction de la contrainte principale maximale. Ces critères sont alors une combinaison dans le plan critique de la contrainte (ou la déformation) de cisaillement et la contrainte normale dans ce plan.

Trois types de formulation des critères de fatigue sont distingués: les formulations en contrainte, les formulations en déformation et les formulations énergétiques. Une présentation assez détaillée des critères de fatigue les plus pertinents est donnée dans [Weber, 1999].

I.3.6 CUMUL DE DOMMAGE

Le terme de cumul de dommage fait référence aux effets de l'histoire de chargement autre que les cycles de la fatigue à amplitude constante. Des dommages importants sur la résistance à la fatigue des structures peuvent être causés par des événements qui peuvent survenir avant ou au cours du service. Par exemple, un pré-écrouissage ou une surcharge peuvent provoquer un durcissement et épuiser la ductilité du matériau. Bien qu'ils ne représentent pas des dommages importants par eux-mêmes, leur présence affecte fortement le comportement ultérieur cyclique et en fatigue du matériau. Par conséquent, leurs effets doivent être pris en compte afin de réaliser des prédictions fiables de la durée de vie en fatigue.

a. Règle linéaire de Miner

Une des premières règles de cumul de dommage et encore largement utilisée dans les codes de dimensionnement est la règle linéaire de dommage de Miner [**Miner**, 1945]. Cette loi est présentée par l'équation suivante:

$$D = \sum_i \frac{n_i}{N_{r_i}} \quad \text{EQ I-18}$$

Avec D le dommage, n_i le nombre des cycles appliqués avec un niveau de chargement donné pour lequel le nombre de cycles à rupture est N_{r_i} . La rupture intervient lorsque la somme des fractions de vie est égale à 1 ($D=1$).

Cette règle est simple à appliquer, elle ne nécessite que la connaissance de la courbe de Wöhler (ou la courbe S-N) du matériau sollicité. Cependant, cette règle linéaire de dommage ne tient pas compte des effets des séquences ou d'histoire de chargement, elle considère l'accumulation des dommages comme fonction linéaire. En outre, cette règle ne fait pas de différence entre la phase d'amorçage des fissures et la phase de propagation. Cela peut être un problème lorsque des séquences de chargement avec des amplitudes croissantes ou décroissantes sont appliquées. Différents résultats expérimentaux montrent que la règle linéaire de Miner n'est pas vérifiée dans ces conditions. Cela a, par exemple, été confirmé sur l'acier inoxydable 304L [**Lehéricy & Mendez**, 2006; **Fissolo & Stelmaszyk**, 2009], pour un chargement à plusieurs niveaux de déformation imposée avec des amplitudes décroissantes, le cumul de dommage selon la loi de Miner était inférieur à 1. En revanche le cumul de dommage était supérieur à 1 dans le cas de chargement avec des amplitudes de déformation croissantes, et cela quel que soit le nombre de niveaux de déformation appliqués.

Bien que la règle linéaire de Miner présente quelques lacunes, elle est encore largement utilisée en raison de sa simplicité et de la facilité de sa mise en œuvre. Par ailleurs, d'après [**Fatemi & Yang**, 1998], aucune règle non linéaire de cumul de dommage proposée au cours de ces dernières années ne s'est révélée être robuste, applicable et qui intègre à la fois l'influence des différents comportements des matériaux et les conditions de chargement.

Différentes règles de cumul de dommage ont été proposées récemment dans la littérature pour pallier aux défauts de la règle de Miner. Certaines règles ont montré une meilleure estimation du dommage par rapport à cette dernière. Le modèle proposé par [**Mesmacque et al.**, 2005] reposant sur la courbe de Wöhler pour les chargements en contrainte imposée testé

pour différents matériaux : 35CD4, 300CVM, la fonte GS61 et récemment un alliage d'aluminium type 6082-T6 [Aid et al., 2011] semble être prometteur. Pour l'acier inoxydable 304L le modèle appelé **Hybrid-Theory** proposé par Bui Quoc [Bui-Quoc et al., 1971] et le modèle proposé par Taheri [Taheri, 1996] ont été testés et semblent donner des résultats satisfaisants. Compte tenu de l'étude, au cours de cette thèse, d'un matériau fourni par EDF et de l'implantation du modèle de Taheri dans Code-Aster utilisé par EDF, ce dernier modèle a été choisi pour nos travaux (Chapitre III, section III.1.2.3). Il est donc détaillé dans la section suivante.

b. Modèle de Taheri [Taheri, 1996]:

Selon leurs réponses aux effets de l'histoire de chargement, Taheri [Taheri, 1996] propose de considérer deux catégories de matériaux. La première catégorie concerne les matériaux ne manifestant pas d'effet de mémoire de l'érouissage maximal et ayant une courbe cyclique unique tels que l'acier ferritique A42 et les alliages d'aluminium, pour lesquels le cumul de dommage selon la règle de Miner reste valable. La seconde catégorie est liée aux matériaux sensibles à l'effet de mémoire possédant une courbe cyclique dépendante de l'histoire de chargement tels que les aciers inoxydables 304L et 316L. Pour cette deuxième catégorie, une combinaison de la règle de cumul linéaire du dommage avec l'effet du pré-érouissage sur la courbe cyclique est donc proposée. Ce modèle repose sur l'hypothèse qu'au stade de l'amorçage, l'effet de séquence en terme d'endommagement provient en grande partie de l'influence du pré-érouissage sur le comportement cyclique du matériau, et non de la non linéarité du cumul de dommage [Taheri, 1996].

Pour expliquer la méthode proposée, les courbes cycliques avec un pré-érouissage à 1,5% et à 1% et la courbe cyclique sans pré-érouissage de l'acier 316L à la température ambiante sont représentées dans la figure (Fig I-27.a). La figure (Fig I-27.b) représente la séquence de chargement appliquée.

Après un pré-érouissage à amplitude de déformation $\frac{\Delta\varepsilon_H}{2}$ (amplitude 1% ou 1,5% sur la courbe présentée dans la figure Fig I-27.a) réalisé par la séquence High-Low, le matériau montre une nouvelle courbe cyclique durant la séquence Low-High. L'amplitude de déformation $\frac{\Delta\varepsilon_L}{2}$ (par exemple l'amplitude 0,3%) sur la courbe cyclique avec pré-érouissage est remplacée par une amplitude de déformation $\frac{\Delta\varepsilon'_L}{2}$ sur la courbe sans pré-érouissage

(l'amplitude de déformation 0,6% en cas du pré-écrouissage à 1% et l'amplitude 0,75% en cas de pré-écrouissage à 1,5%). La méthode (conservative) simplifiée de Taheri propose de calculer le cumul de dommage par la formule suivante:

$$D = \frac{n_{\frac{\Delta\varepsilon_L}{2}}}{N_{r\frac{\Delta\varepsilon'_L}{2}}} + \frac{n_{\frac{\Delta\varepsilon_H}{2}}}{N_{r\frac{\Delta\varepsilon_H}{2}}} \quad \text{EQ I-19}$$

Où $n_{\frac{\Delta\varepsilon_L}{2}}$ et $n_{\frac{\Delta\varepsilon_H}{2}}$ représentent respectivement le nombre de cycles appliqué à l'amplitude de déformation faible ($\frac{\Delta\varepsilon_L}{2}$) et l'amplitude de déformation élevée ($\frac{\Delta\varepsilon_H}{2}$) et $N_{r\frac{\Delta\varepsilon'_L}{2}}$ et $N_{r\frac{\Delta\varepsilon_H}{2}}$ sont respectivement le nombre de cycles à la rupture correspondant à l'amplitude de déformation $\frac{\Delta\varepsilon'_L}{2}$ et $\frac{\Delta\varepsilon_H}{2}$.

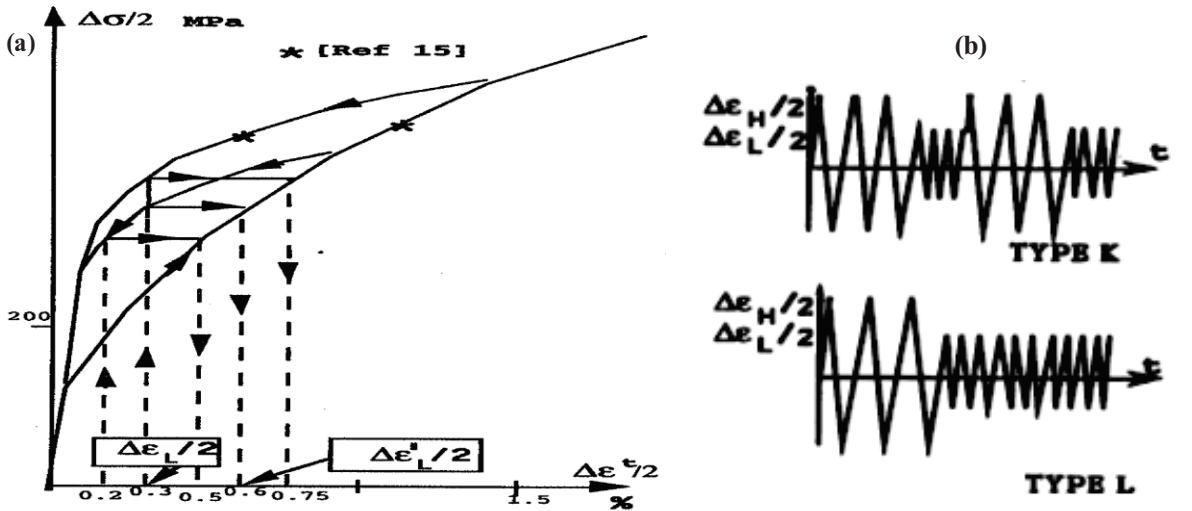


Fig I-27. (a) Courbes cycliques avec et sans pré-écrouissage pour l'acier 316L et (b) type de chargement selon la séquence High-Low (type L) ou High-Low répété (type K) [Taheri, 1996].

A titre d'exemple, nous considérons les amplitudes de déformation représentées sur la courbe, l'amplitude 0,3% comme l'amplitude faible ($\frac{\Delta\varepsilon_L}{2}$), l'amplitude 0,75% comme l'amplitude correspondante ($\frac{\Delta\varepsilon'_L}{2}$) avec un pré-écrouissage appliqué à l'amplitude élevée ($\frac{\Delta\varepsilon_H}{2}$) de 1,5%. Le cumul de dommage est donné dans ce cas par :

$$D = \frac{n_{0,3\%}}{N_{r0,75\%}} + \frac{n_{1,5\%}}{N_{r1,5\%}} \quad \text{EQ I-20}$$

Le cumul de dommage calculé est reporté ensuite sur le diagramme de Miner (**Fig I-28**), où la fonction linéaire est définie par :

$$Y = \frac{N_r \frac{\Delta \varepsilon'_L}{2}}{N_r \frac{\Delta \varepsilon_L}{2}} (1 - X) \quad \text{EQ I-21}$$

Avec

$$X = \frac{\frac{n_{\Delta \varepsilon_H}}{2}}{N_r \frac{\Delta \varepsilon_H}{2}} \quad \text{EQ I-22}$$

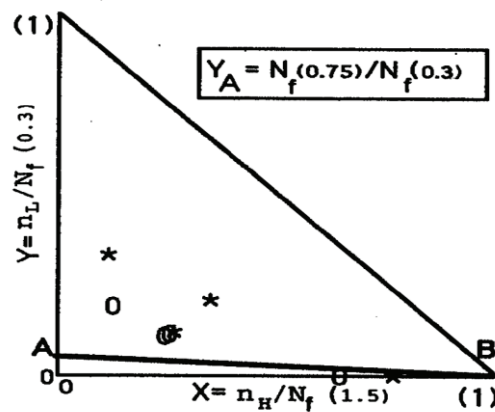


Fig I-28. Diagramme de Miner pour les résultats de calcul par la méthode de Taheri avec pré-écrouissage 1,5% sur le 316L [Taheri, 1996].

Si nous considérons l'exemple précédent, les fonctions sont données par :

$$Y = \frac{N_{r_{0,75\%}}}{N_{r_{0,3\%}}} (1 - X) \quad \text{EQ I-23}$$

et

$$X = \frac{n_{1,5\%}}{N_{r_{1,5\%}}} \quad \text{EQ I-24}$$

Le modèle de Taheri a été testé sur la base des résultats expérimentaux obtenus pour l'acier inoxydable 316L [Taheri, 1996], la méthode se montre conservatrice lorsque la relaxation de contrainte n'est pas importante. Cependant, une représentation des courbes cycliques à mi-durée de vie devrait donner des résultats moins conservatifs.

I.4 EVOLUTION MICROSTRUCTURALE SOUS CHARGEMENT CYCLIQUE

I.4.1 MECANISMES ELEMENTAIRES DE LA PLASTICITE POUR DES SOLLICITATIONS MONOTONES

Les dislocations sont les défauts linéaires dans la structure cristalline principalement responsable de la plasticité des métaux. En fonction de l'orientation du vecteur de Burgers par rapport à la direction de déplacement, deux types de dislocations élémentaires sont distinguées: dislocation coin et dislocation vis. La déformation plastique des matériaux cristallins est régie par le glissement de certains plans cristallographiques dû à la mobilité des dislocations présentes au sein du matériau. Le glissement des dislocations se produit dans les plans et les directions cristallographiques les plus denses en termes de densité atomique.

Un cristal CFC contient quatre plans denses de la famille (111) avec chacun trois directions de glissement de la famille [110], il existe donc 12 systèmes de glissement possible. La notation de Schmid et Boas permet de différencier les plans de glissement possibles, une lettre est attribuée au plan de glissement et un chiffre à la direction de glissement. La figure Fig I-29 présente les différents systèmes de glissement possible dans un cristal CFC.

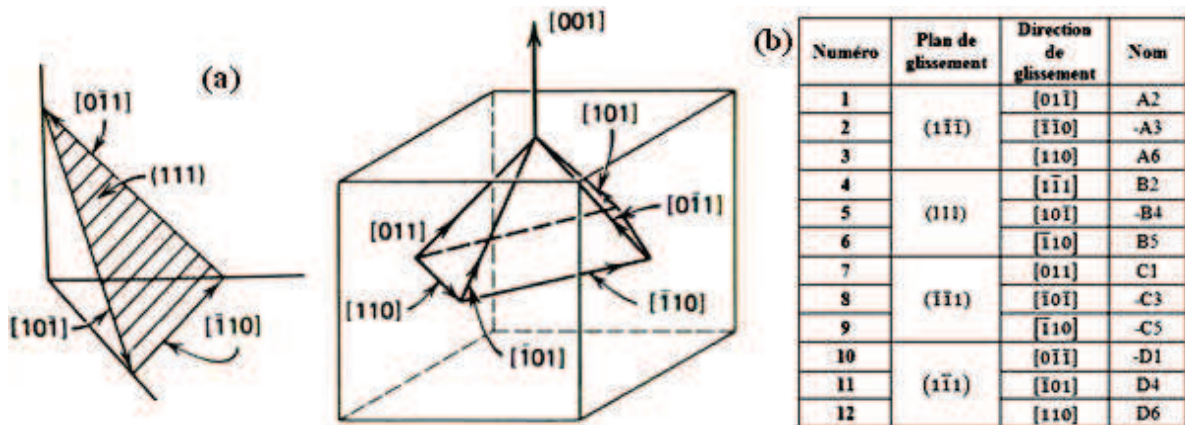


Fig I-29. (a) Illustration des différents plans et directions de glissement possibles dans un monocristal CFC [Verhoeven, 1975] et (b) systèmes de glissement possible selon la notation de Schmid et Boas.

Considérons un monocristal CFC sous sollicitation de traction monotone (Fig I-30.a), la condition critique pour l'activation d'un système de glissement est donnée par la loi de Schmid et Boas. Le glissement se produira si la contrainte appliquée est égale à une valeur critique, fonction de la cission critique résolue τ_c suivant l'équation suivante:

$$\sigma = \frac{\tau_c}{\cos \varnothing \cos \lambda} \quad \text{EQ I-25}$$

Où \varnothing l'angle formé par la normale au plan de glissement et la direction de sollicitation et λ l'angle entre la direction de sollicitation et la direction de glissement.

Le terme $\cos \varnothing \cos \lambda$ définit le facteur de Schmid F_S et la valeur de la cission critique résolue τ_c dépend du matériau.

La courbe de traction du monocristal CFC initialement orienté pour un glissement simple est représentée dans la figure (Fig I-30.b). Une fois la limite élastique atteinte, la courbe est divisée en 3 stades de déformation :

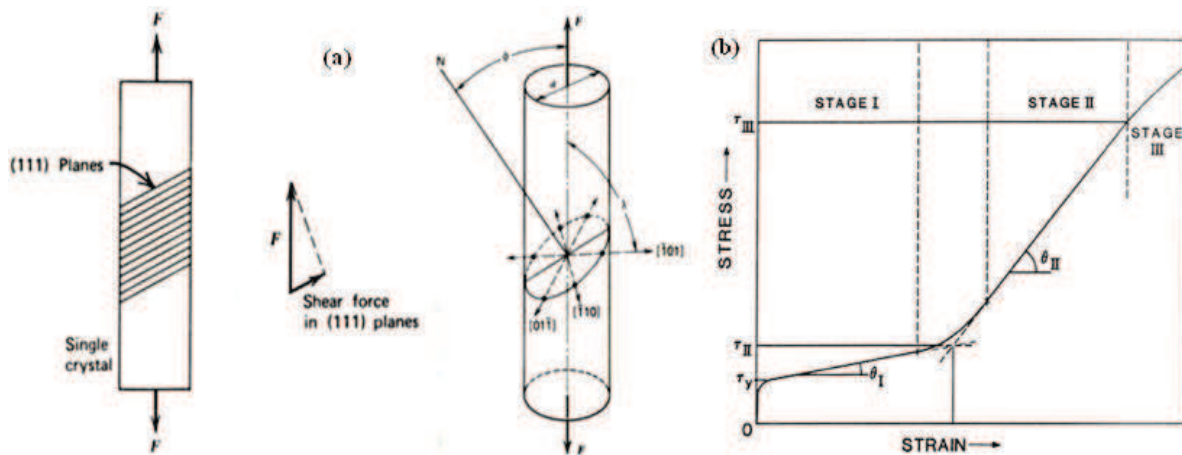


Fig I-30. (a) Illustration des plans et directions de glissement dans un monocristal sollicité en traction monotone [Verhoeven, 1975]. (b) courbe de traction pour un monocristal orienté en glissement simple [Gil Sevillano, 1993].

Durant le stade I un seul système de glissement est activé. Les dislocations du système de glissement le plus sollicité glissent dans leur plan sans rencontrer d'obstacles. La production de dislocations mobiles se fait selon le mécanisme de Franck-Read. Le coefficient d'écrouissage ($\theta_I = \frac{d\tau}{d\gamma}$) correspondant à cette phase est faible. Au début du stade II et avec l'augmentation de la contrainte, des nouveaux systèmes de glissement s'activent à cause du changement d'orientation cristalline lié à la rotation provoquée par l'activation du premier système (Fig I-30.a). Le coefficient d'écrouissage enregistré (θ_{II}) durant cette phase est beaucoup plus important. Ce fort durcissement est dû à la formation des structures de dislocation denses (amas, murs) induites par les interactions entre le système primaire et les systèmes secondaires. Durant le stade III, le glissement dévié est activé permettant le

phénomène de restauration dynamique et par conséquent le durcissement diminue progressivement par mécanismes d'annihilation des dislocations. La densité de dislocations se stabilise, des structures de dislocations de types murs et cellules se forment [Gil Sevillano, 1993; Ellyin, 1997].

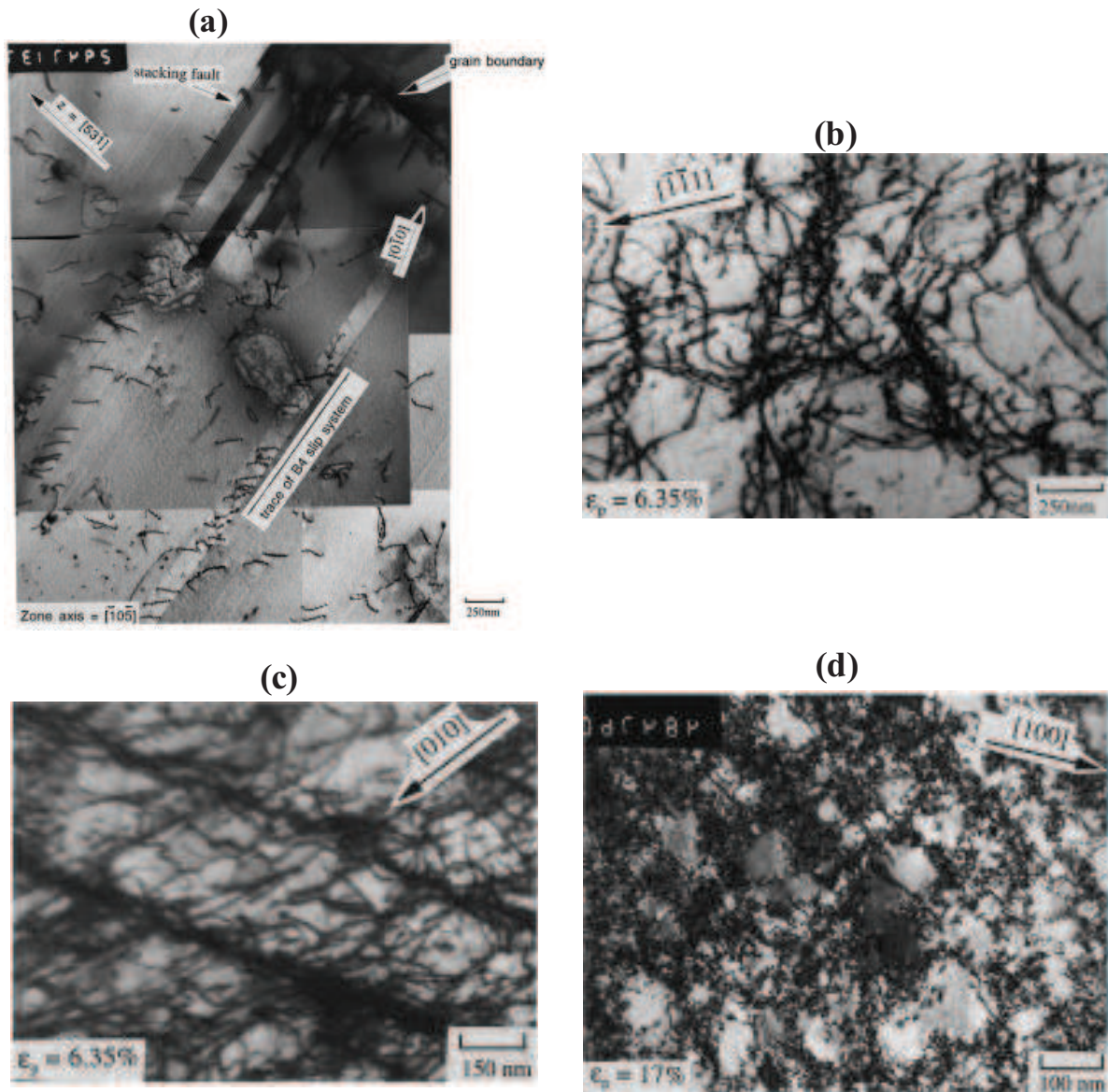


Fig I-31. Structures de dislocations dans l'acier inoxydable 316L sous traction monotone (a) structures planaires de dipôles et de multipôles, (b) amas, (c) murs et (d) cellules [Feaugas, 1999].

Cependant, les matériaux sont généralement utilisés dans la forme polycristalline dans la majorité des applications et structures. La présence des joints de grains avec des grains d'orientations cristallographiques différentes, de précipités, des inclusions et impuretés dans

le matériau commercial altère considérablement le comportement et les mécanismes de déformation différent par rapport à ceux des monocristaux. Toutefois, le glissement des dislocations reste la base des mécanismes de plasticité. L'évolution de l'écroutissage des polycristaux sollicités en traction monotone peut être divisée également en trois stades mais pas nécessairement équivalents à ceux observés dans le cas des monocristaux.

La plasticité commence dans les grains les plus favorablement orientés par l'activation de sources du système primaire tel que dans les monocristaux. Des structures de dislocations peu durcissantes de type dipôles et multipôles sont formées (**Fig I-31.a**). Ensuite, avec l'augmentation de la contrainte, la plasticité se propage de grains en grains par l'activation simultanée de plusieurs systèmes de glissements secondaires et quelques glissements déviés engendrant la formation des structures denses de dislocations telles que des amas, des murs et quelques cellules (**Fig I-31 b, c et d**). Durant le dernier stade, le glissement dévié apparaît dans tous les grains et les structures de dislocations sont majoritairement arrangées en cellules.

Les travaux de [**Feugas, 1999; Feugas & Haddou, 2003**], entre autres, fournissent de plus amples détails concernant les mécanismes de déformation, les stades de plasticité et les différentes structures de dislocations formées dans les aciers 316L sollicités en traction monotone.

I.4.2 MECANISMES DE DEFORMATION DANS LES ACIERS AUSTENITIQUES SOLLICITES DE MANIERE CYCLIQUE

Comme il a été montré dans les sections précédentes, le comportement en fatigue sous déformation imposée des aciers austénitiques 304L est composé généralement de trois phases en fonction du nombre de cycles appliqués. Pour le 304L une phase de durcissement initial (DI) est généralement observée au cours des premiers cycles, suivie d'une phase d'adoucissement cyclique puis d'une phase de saturation. L'apparition de la phase de saturation est cependant liée à l'amplitude du chargement imposée. Dans certaines conditions le matériau manifeste un durcissement cyclique secondaire (DCS) avant la rupture.

Tout comme dans le cas des sollicitations monotones, il est possible de relier la réponse macroscopique du matériau en fatigue avec l'évolution de la microstructure de dislocations. Cette dernière dépend de l'amplitude du chargement et du nombre de cycles appliqués et les mécanismes de plasticité sous déformation cyclique restent fondamentalement les mêmes que ceux observés en traction monotone.

Le durcissement initial est associé à la multiplication des dislocations et à leurs arrangements en structures planaires. La phase d'adoucissement peut résulter d'une diminution de la densité de dislocations à travers le processus d'annihilation de dislocations et de changements dans la structure de dislocations. La phase de saturation est donc la conséquence de l'arrangement des dislocations en structures complexes comme des amas et des murs ou à la localisation de la déformation au niveau des bandes de glissement persistantes (BGP). Dans le cas des amplitudes de déformation élevées, l'apparition du DCS est liée à la formation de la martensite induite par déformation dans la phase mère [Bayerlein et al., 1989]. Cependant, sous faibles amplitudes de déformation et à haute température, le durcissement secondaire est lié à la formation des microstructures type "Corduroy" composée d'alignements de très petits défauts [Alain et al., 1997].

Le comportement cyclique stabilisé du matériau CFC en fonction de l'amplitude de la déformation plastique imposée a été largement discuté par le passé [Mughrabi, 1978; Ackermann et al., 1984; Lukáš & Kunz, 2001]. Sur une courbe présentant l'évolution de la contrainte stabilisée en fonction de la déformation plastique appliquée [Suresh, 2004], on distingue alors trois régions (Fig I-32.a). Les résultats des essais de fatigue effectués sur l'acier inoxydable 304L [Bayerlein et al., 1989] et l'acier 316L [Obtlik et al., 1994], montrent l'existence de trois régions correspondantes aux évolutions de la microstructure (Fig I-32 b et c).

Dans la première région aux faibles amplitudes de déformation plastique, des arrangements de dislocations planaires stables (Fig I-33.a) ainsi que des fautes d'empilement (Fig I-33.b) se produisent généralement avec éventuellement quelques veines. Ce type de structures de dislocations contribue au durcissement cyclique initial observé pendant les premiers cycles de fatigue en empêchant partiellement le mouvement des dislocations sur le système de glissement primaire [Suresh, 2004].

Lorsque le matériau est sollicité avec un niveau de déformation plastique plus élevé, correspondant au début de la région II, le glissement multiple est activé permettant aux dislocations des différents plans de glissement d'interagir entre elles. Les structures en veines ne peuvent plus accommoder la déformation plastique à ce niveau de chargement. La déformation plastique se localise alors le long des bandes permettant l'apparition d'une nouvelle structure de dislocations appelée bandes de glissement persistantes (BGP ou PSB) (Fig I-33.c). On observe aussi la formation de micromâcles et des structures de dislocations en

labyrinthes. La localisation du glissement le long des BGP et l'équilibre entre le processus de multiplication et d'annihilation des dislocations explique la saturation cyclique et l'apparition du plateau (ou quasi plateau selon les matériaux) dans cette région [Mughrabi, 1978].

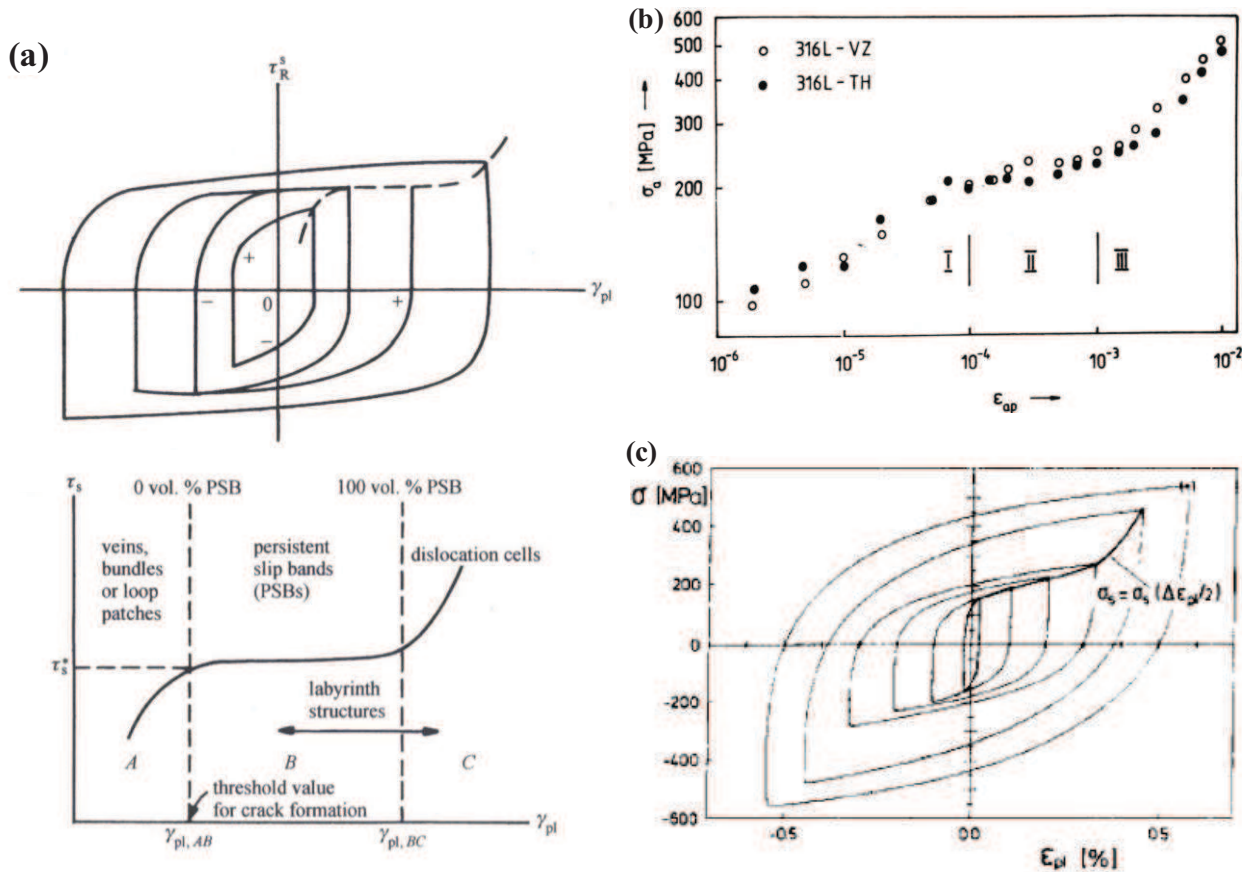


Fig I-32. Courbe cyclique contrainte-déformation plastique stabilisée (a) illustration des trois régions des microstructures correspondantes à la déformation appliquée [Suresh, 2004] (b) courbes stabilisées pour le 316L [Obtlik et al., 1994] et (c) courbe stabilisée du 304L [Bayerlein et al., 1989].

Dans la troisième région, pour les plus fortes amplitudes de déformation plastique, le glissement dévié se produit contribuant à la formation des cellules à partir des BGP (Fig I-33.d), des labyrinthes sont également observés dans cette région. La taille des cellules formées dépend de l'amplitude de la déformation plastique appliquée, plus la déformation est élevée et plus ces cellules sont de petites tailles. La fraction volumique des mâcles augmente dans cette région de forte sollicitation.

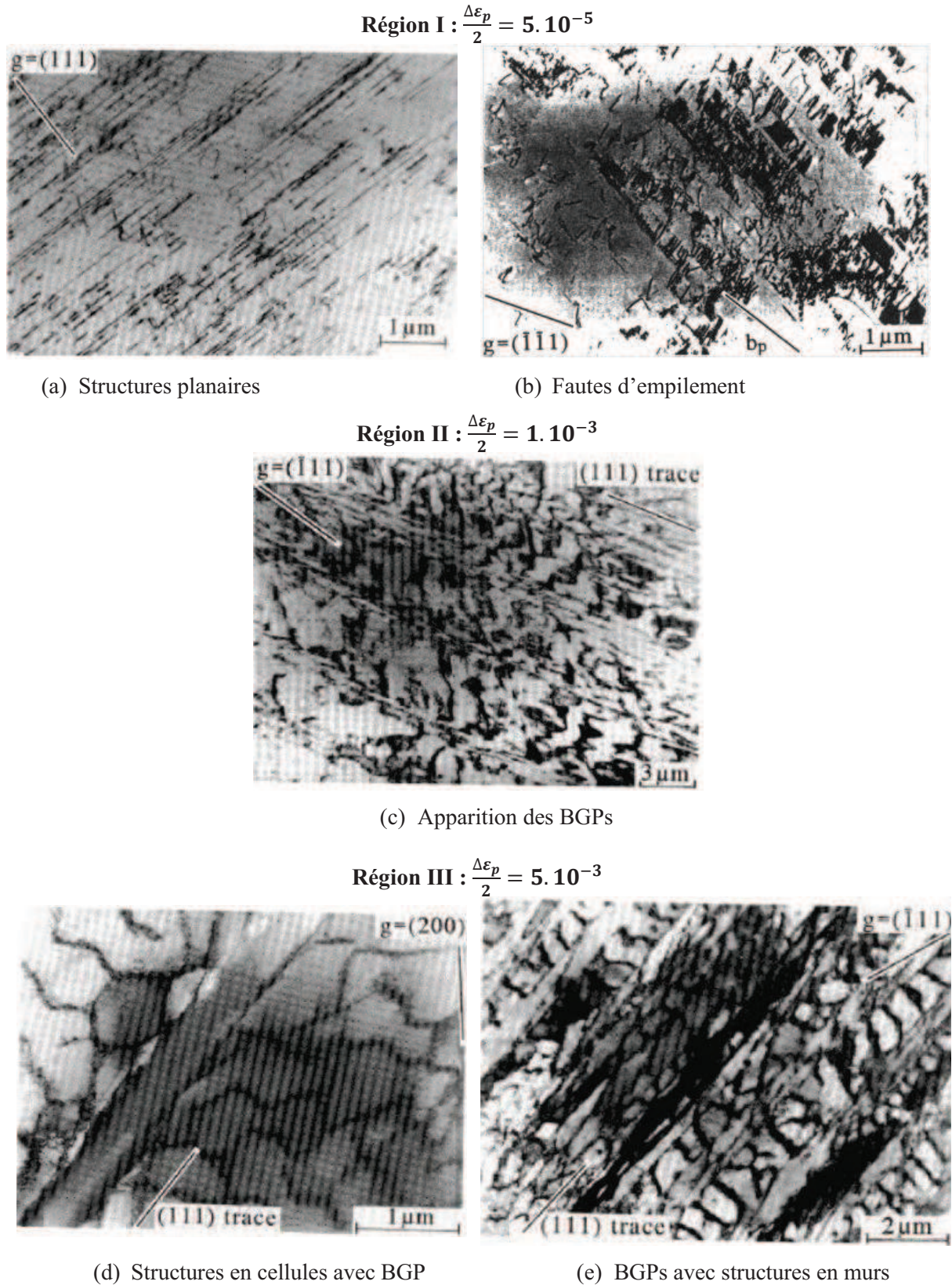


Fig I-33. Microstructures de dislocations dans les trois régions de la courbe cyclique stabilisée contrainte-déformation plastique d'un acier 316L [Obtlik et al., 1994].

Comme nous avons pu le constater, le caractère de glissement est la mesure principale du degré de la mobilité des dislocations lors de la déformation plastique. La saturation est liée à une structure de dislocation équilibrée qui peut accommoder la déformation plastique imposée. Les structures de dislocations évoluent de la configuration planaire (structures dipôles et multipôles) à faible amplitude de déformation aux structures de dislocations en cellules pour les plus grandes amplitudes. Les structures en cellules se développent lorsque plusieurs systèmes de glissement sont activés [Verhoeven, 1975; Suresh, 2004].

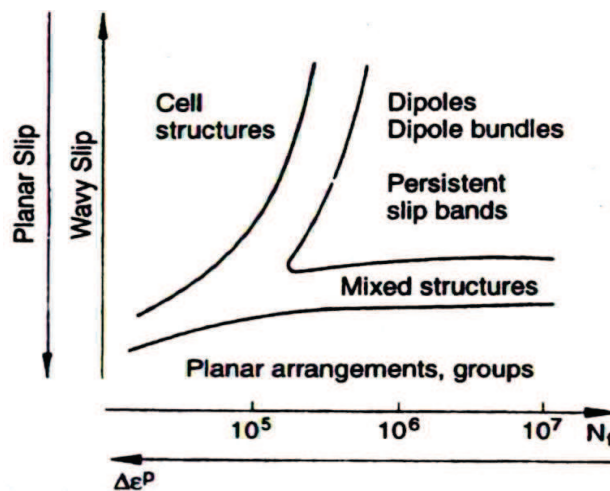


Fig I-34. Distribution des structures de dislocations pour un matériau CFC en fonction du nombre de cycles à la rupture et l'amplitude de déformation plastique appliquée [Christ & Mughrabi, 1992].

Christ et Mughrabi [Christ & Mughrabi, 1992] ont proposé une carte généralisée de distribution des différentes structures de dislocations pour un matériau CFC sollicité de manière cyclique (Fig I-34) en fonction du nombre de cycles à la rupture, de l'amplitude de déformation plastique appliquée et du caractère planaire du glissement du matériau. Ainsi, pour un matériau avec glissement dévié, la structure de dislocations peut se situer entre celles caractéristiques du glissement primaire, à savoir les dipôles, les multipôles ou même les BGPB à celles caractéristiques de glissement multiple, à savoir, les structure en cellules, en fonction de la déformation plastique appliquée. Cette carte permet ainsi de mieux préciser le type de structures de dislocations par rapport au schéma classique de la figure Fig I-32.a.

I.4.3 LIEN ENTRE MECANISMES DE DEFORMATION ET BOUCLES DE FATIGUE

La surface de charge ou surface de plasticité définit la frontière du domaine d'élasticité du matériau. D'un point de vue macroscopique, l'évolution de ce domaine élastique est décrite

par les variables d'écroutissage: une variable isotrope R et une variable cinématique X , qui permettent de décrire respectivement les évolutions de la taille et de la position du centre du domaine élastique (Fig I-35) [Lemaitre et al., 2009].

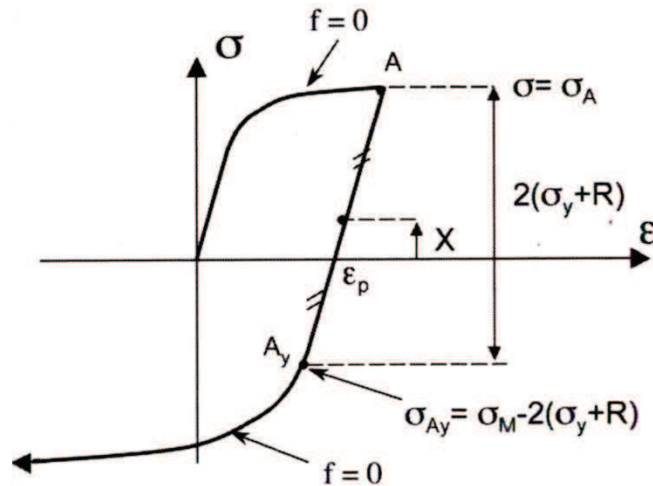


Fig I-35. Boucle d'hystérésis [Lemaitre et al., 2009].

D'un point de vue microscopique, ces deux variables sont utilisées pour caractériser les phénomènes physiques liés à la plasticité. La taille du domaine élastique appelée contrainte effective σ_{eff} ($\sigma_y + R$) est reliée à la densité des dislocations tandis que la position de son centre appelée contrainte interne (X) est reliée aux interactions entre les dislocations mobiles et aux incompatibilités de déformations plastiques au sein du matériau [Feugas, 1999; Feugas & Gaudin, 2001; Feugas & Gaudin, 2004].

La contrainte effective σ_{eff} est reliée aux interactions de courte distance d'origine intrinsèque ou extrinsèque. Elle est considérée comme la contrainte locale nécessaire pour qu'une dislocation puisse franchir un obstacle et se déplacer. Son évolution est liée à l'évolution de la densité des dislocations dans les zones molles (zones avec faible densité de dislocations comme les zones inter-murs) interprétée comme une compétition entre le processus d'augmentation de la densité des dislocations mobiles et leurs interactions et le processus de leurs annihilations.

La contrainte interne X traduit la contrainte associée à un processus de déformation locale liée aux interactions à longue distance entre les dislocations mobiles et la microstructure. Elle est divisée en deux composantes. Une composante intragranulaire associée à la distribution

des structures hétérogènes des dislocations à l'intérieur du grain et une composante intergranulaire associée aux incompatibilités de la déformation plastique entre les grains. L'étude de cette partition de la contrainte permet donc d'obtenir des informations sur les mécanismes de déformation locaux au sein du matériau.

I.4.4 AMORÇAGE ET PROPAGATION DES FISSURES EN FATIGUE

Concernant la durée de vie en fatigue d'un matériau, celle-ci se décompose généralement en trois phases : une première phase d'amorçage de fissures, suivi d'une phase de propagation en stade I et puis, finalement, d'une phase de propagation en stade II [Ellyin, 1997; Suresh, 2004].

Phase d'amorçage :

Dans un polycristal, les interfaces entre les BGPs et la matrice sont généralement des sites majeurs d'amorçage de fissure. En effet, sous chargement cyclique, les BGPs qui se trouvent dans les grains de la surface ayant une orientation favorable au glissement tendent à émerger à la surface libre. Ainsi, des extrusions et des intrusions sont créées à la surface du matériau (Fig I-36.a) formant une nouvelle surface rugueuse exposée à l'environnement. Les micro-encoches près des bords extérieurs, ou les sites d'intrusion sont des sites de concentration de contrainte ou de déformation constituent une zone privilégiée pour l'amorçage transcristallin de fissures en fatigue [Polák et al., 1988; Ma & Laird, 1989; Man et al., 2003]. L'amorçage de fissure en fatigue se produit aussi selon un mode intercristallin dans les BGPs. Les dislocations dans ce cas s'accumulent contre les joints de grains provoquant une zone de forte concentration de contrainte ou de déformation. La cause fréquente d'amorçage de fissures le long des joints de grains est généralement l'attaque par un environnement agressif ou fragilisation ou encore l'effet d'une température élevée. On note aussi l'effet des inclusions surfaciques et internes, les cavités et les vides inter-joints de grains qui provoquent d'autres mécanismes d'amorçage de fissures [Ellyin, 1997; Suresh, 2004].

Phase de propagation :

Une fois les fissures amorcées, elles peuvent se propager sous l'effet de la déformation cyclique. Les joints de grains agissent souvent comme un obstacle pour la propagation des micro-fissures. D'autre part, à haute température ou dans les environnements corrosifs, les

joint de grains sont des sources d'amorçage de fissure qui peuvent se propager le long de ces joints de grains [Ellyin, 1997].

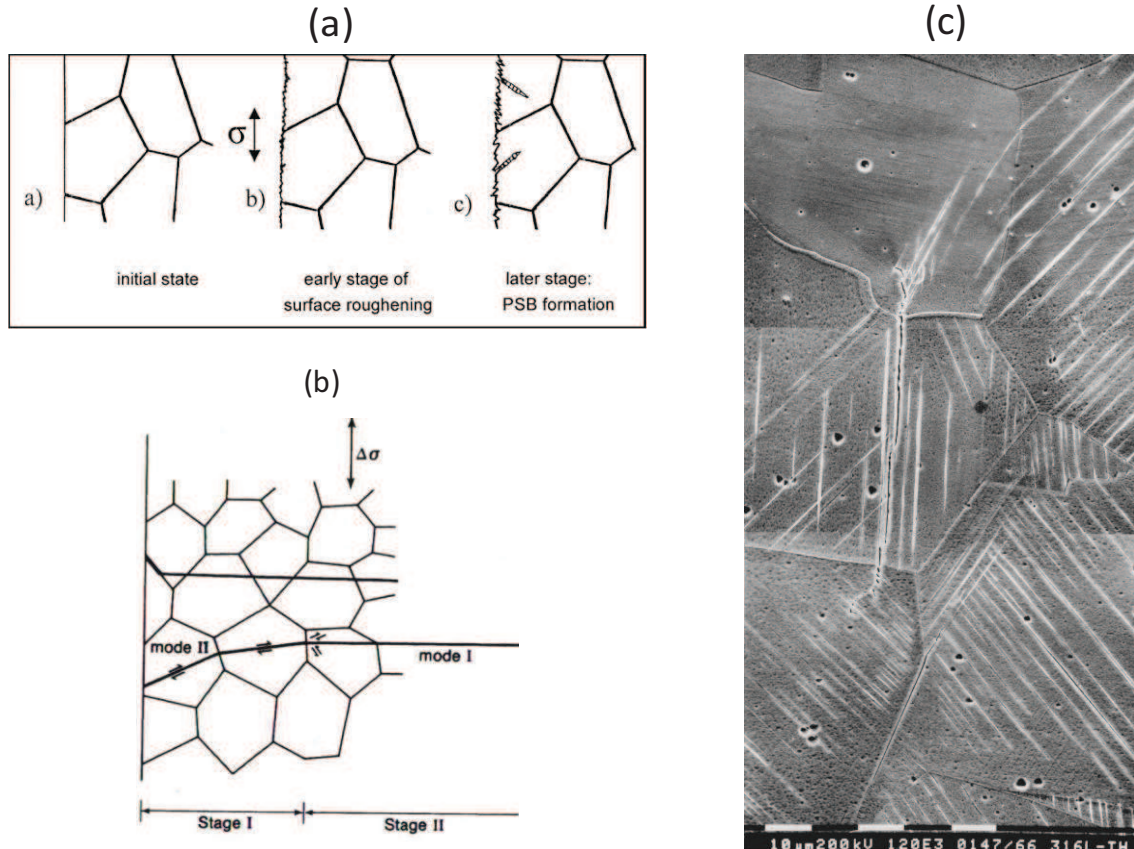


Fig I-36. (a) Représentation schématique des différentes étapes du développement de dommages de fatigue à la suite de la rugosité de surface et la formation de BGP [Mughrabi, 2004], (b) initiation et propagation de la fissure suivant le stade I et II [Ellyin, 1997], (c) relief de surface avec des fissures initiées sur les BGP dans un échantillon de 316L cyclé à amplitude de déformation plastique 5.10^{-4} pour 25% de N_f . Chargement axe horizontal [Obertlík et al., 1997]

Sous un chargement uniaxial, les glissements se produisent dans le plan d'amplitude de cisaillement maximal dont la normale fait un angle de 45° par rapport à la direction de sollicitation. Ainsi, la fissure peut se propager le long des bandes de cisaillement de la contrainte de cisaillement maximale dans les grains favorablement orientés. Sous la déformation cyclique, la fissure amorcée croit le long des bandes de glissement (stade I). Ensuite celle-ci émerge progressivement et change de direction pour devenir perpendiculaire à l'axe de chargement (stade II). Cette transition de la direction de glissement se produit sur

quelques grains. En général, la longueur de la fissure durant le stade I de la propagation est de l'ordre de 2 ou 3 tailles de grains (**Fig I-36.c**) [Ellyin, 1997; Suresh, 2004].

La rupture brutale se produit lorsque la section effective devient trop faible pour supporter les sollicitations appliquées, la rupture peut se faire suivant trois modes: ouverture de la fissure, cisaillement dans le plan de propagation de fissure ou cisaillement hors plan.

I.5 SYNTHÈSE DE L'ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Les aciers inoxydables austénitiques sont utilisés dans de nombreux secteurs industriels, particulièrement le nucléaire, non seulement pour leurs qualités supérieures de résistance à la corrosion mais aussi pour leurs excellentes qualités de ténacité et de ductilité. Compte tenu de l'enjeu lié à leur utilisation dans des secteurs très sensibles en termes de sécurité, leur comportement a fait l'objet de nombreuses études par le passé.

Concernant le 304L, objet de cette étude, le comportement mécanique est en grande partie relié à sa faible énergie de faute d'empilement. Ce matériau est donc, premièrement, sujet à des transformations martensitiques. La phase austénitique γ , métastable, peut subir une transformation martensitique induite par déformation plastique ou par refroidissement. Concernant la déformation plastique, il semble qu'une valeur supérieure à 0,3% sous chargement cyclique soit nécessaire pour le 304L.

Deuxièmement, les aciers inoxydables 304L présentent une plasticité cyclique importante même à faible amplitude de déformation. Sous chargement cyclique le 304L manifeste un durcissement durant les premiers cycles associé à la multiplication des dislocations et à leurs arrangements en structures planaires. Ce durcissement est suivi d'une phase d'adoucissement résultant d'une diminution de la densité de dislocations à travers le processus d'annihilation de dislocations et de changements dans la structure de dislocations. Enfin, après un nombre suffisant de cycles, une phase de stabilisation apparaît, liée à l'arrangement des dislocations en structures denses complexes telle que des amas, des murs et cellules ou à la localisation de la déformation au niveau des bandes de glissement persistantes (BGP). L'apparition du durcissement cyclique secondaire est liée à la formation de la martensite dans le cas des amplitudes de déformation élevées et à la formation des microstructures type "Corduroy" sous faibles amplitudes de déformation à haute température.

Ce matériau est, par ailleurs, sensible au phénomène de rochet sous chargement en contrainte imposée non symétrique. Le rochet semble, néanmoins, très faible pour le 304L à la température ambiante, le matériau manifestant des effets visqueux importants.

La faible énergie de faute d'empilement du 304L est aussi responsable de l'importante sensibilité à l'histoire du chargement. En effet, le 304L manifeste un effet de mémoire de l'amplitude de déformation engendrant une courbe cyclique non unique. La durée de vie de ces aciers est ainsi fortement influencée : un pré-écrouissage cyclique ou monotone semble être bénéfique en contrainte imposée et néfaste en déformation imposée. Cependant, les travaux antérieurs ont été réalisés dans le cas de pré-chargement induisant des contraintes moyennes ou déformation moyennes importantes. Il est donc difficile, au sein de ces précédents travaux, de décorrélérer l'effet du pré-écrouissage de l'effet de la contrainte ou déformation moyenne. De plus, les mécanismes de modification du comportement sous l'effet du pré-écrouissage, que ce soit sur le comportement cyclique ou la durée de vie, restent à éclaircir. En effet, nombres d'études se sont intéressées à l'effet du pré-écrouissage d'un point de vue macroscopique. Or, compte tenu du lien entre le comportement mécanique macroscopique et les microstructures de dislocations, une analyse multi-échelles permettrait d'étudier plus précisément les modifications du comportement liées à l'effet du pré-écrouissage.

L'objectif de ce travail sera donc, dans un premier temps, d'étudier l'effet de mémoire d'amplitude maximale sur le comportement cyclique et sur la stabilité de la courbe cyclique contrainte-déformation du 304L. Ensuite, le but sera d'étudier l'effet d'un pré-écrouissage isolé (à contrainte moyenne nulle) sur le comportement en fatigue de l'acier 304 L par le biais de nouveaux essais en déformation croissante et décroissante. Pour cela une analyse approfondie du comportement mécanique cyclique, notamment des contraintes interne et effective sera effectuée, à température ambiante et sous air. Cette étude macroscopique sera couplée à une étude microscopique des structures de dislocations afin d'analyser les mécanismes locaux de déformation. L'objectif principal de ce travail est ainsi de contribuer à l'enrichissement d'une base de données expérimentale à travers une meilleure compréhension des phénomènes physiques afin d'assurer, au final, une bonne modélisation des effets du pré-écrouissage sur le comportement cyclique et en fatigue des aciers inoxydables austénitiques 304L nécessaire à leur utilisation industrielle.

CHAPITRE II METHODOLOGIE EXPERIMENTALE

Sommaire

CHAPITRE II Méthodologie Expérimentale	59
<i>II.1 Matériaux étudiés</i>	60
<i>II.2 Géométrie des éprouvettes</i>	64
<i>II.3 Dispositif expérimental et essais mécaniques</i>	66
<i>II.3.1 Machine d'essai et instruments de mesures</i>	66
<i>II.3.2 Procédures d'essais et dépouillement des données</i>	68
<i>II.4 Méthodes de préparation et observations en MET</i>	76

Suite à la revue bibliographique et à la définition de la problématique, ce chapitre est premièrement consacré à la présentation des propriétés des deux nuances du matériau étudié en ce qui concerne leurs compositions chimiques, leurs caractéristiques métallurgiques ainsi que la géométrie des éprouvettes utilisées. Ensuite, nous présenterons les équipements et les différents instruments de mesures employés, puis nous montrerons les types d'essais mécaniques que nous avons menés sur le matériau. La dernière partie présentera la méthode de préparation des échantillons pour l'observation en microscopie électronique à transmission (MET).

II.1 MATERIAUX ETUDIÉS

Le matériau étudié est un acier inoxydable austénitique 304L THYSSEN. Deux nuances ont été utilisées, la première a été fournie par EDF, nous la noterons 304L-EDF, la deuxième nuance sera notée 304L-Com et a été obtenue dans le commerce sous forme de barres. Le **Tableau II-1** présente les compositions chimiques moyennes des deux nuances de matériaux en pourcentage massique transmises par les fournisseurs.

Nuance	C	Cr	Ni	Si	Mn	S	P	N	Mo	Cu	Fe
304L-EDF	0,023	18,5	10,1	0,49	1,13	0,004	0,024	0,028	0,09	0,1	reste
304L-Com	0,028	18,5	10	0,68	1,54	0,026	0,035	0,085	/	/	

Tableau II-1 : Compositions chimiques en pourcentage massique obtenues auprès des fournisseurs des nuances 304L étudiées.

La nuance EDF n'a pas subi de traitement thermique afin de préserver la microstructure comparativement aux pièces usinées dans ce matériau utilisées par EDF. La nuance 304L-Com a, quant à elle, subi un traitement thermique à 1050°C effectué pendant une heure suivi d'un refroidissement lent jusqu'à température ambiante afin d'éliminer la ferrite résiduelle et d'obtenir ainsi un état mécanique et métallurgique homogène au sein des échantillons. Ce traitement thermique a été effectué sur les éprouvettes mécaniques usinées afin de relaxer par ailleurs les contraintes internes introduites au cours de l'usinage.

Des mesures de tailles de grains ont été effectuées sur les deux nuances étudiées. Des analyses par cartographie d'orientation cristallographique par EBSD (Electron Back Scattered Diffraction) couplée à la microscopie électronique à balayage ont été accomplies sur un échantillon de la nuance 304L-EDF (**Fig II-1.a**) ainsi que sur la nuance 304L-Com (**Fig II-1.b**). Les histogrammes présentés sur ces figures montrent que la répartition de la taille de grains suit une loi log-normale unimodale. La taille moyenne des grains a été estimée à environ 25 μm pour la nuance EDF et environ 50 μm pour la nuance commerciale.

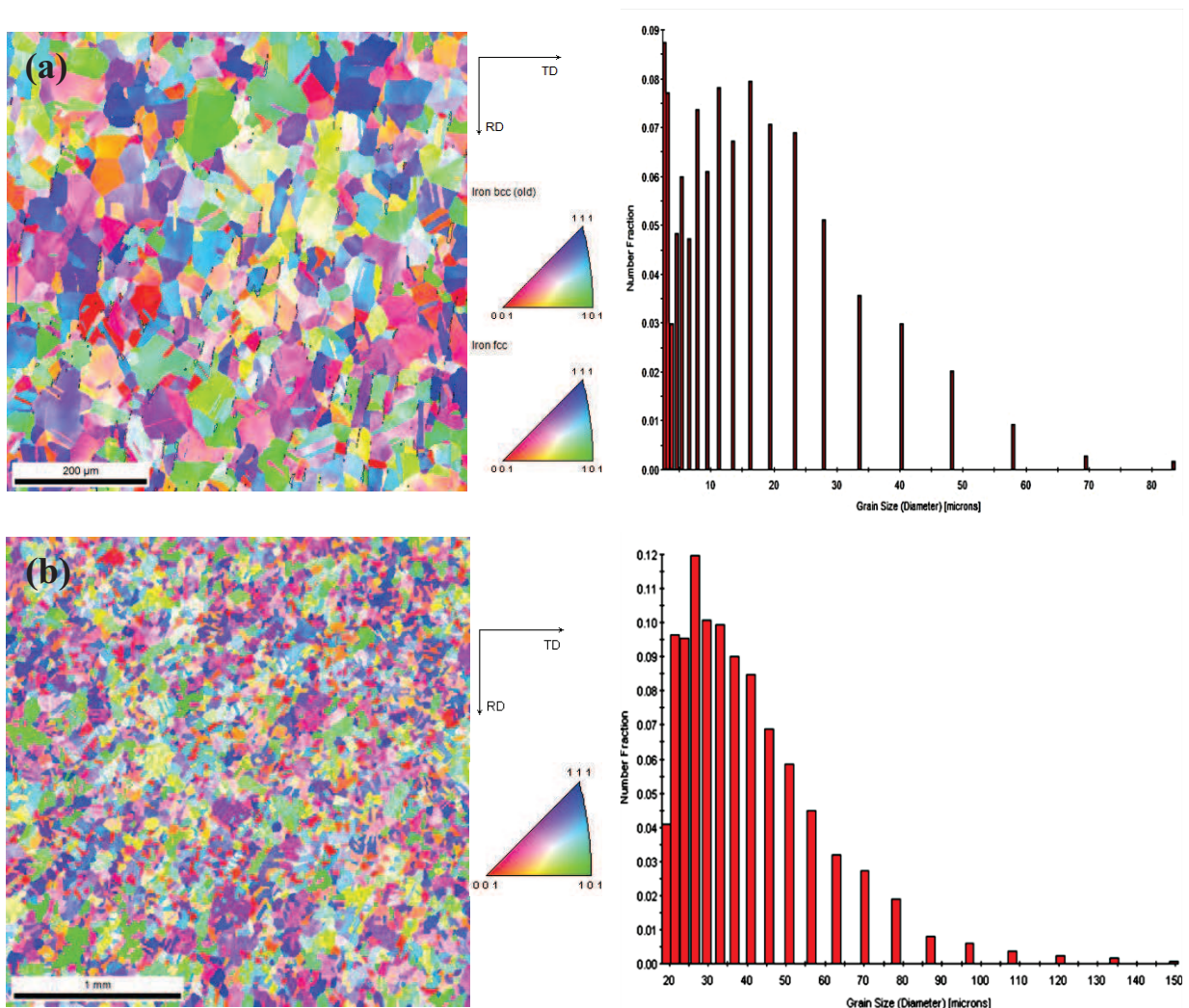


Fig II-1. Mesure de taille de grains moyenne par EBSD sur les échantillons : (a) 304L-EDF et (b) 304L-Com. Le code couleur correspond aux orientations des grains par rapport à la direction normale aux échantillons.

Cette différence de la taille de grains a probablement un effet sur le comportement mécanique du matériau particulièrement pour les nuances étudiées qui possèdent une faible énergie de faute d'empilement estimée à 29,02 mJ/m^2 pour la nuance EDF et 23,29 mJ/m^2

pour la nuance commerciale (valeurs estimées par la formule **EQ II-1** présentée dans le Chapitre I). La dépendance du comportement mécanique vis-à-vis de la taille de grains, mise en évidence par les travaux de Hall et Petch [**Hall**, 1951; **Petch**, 1953] est fonction de l'énergie de faute d'empilement. Plus cette dernière est faible, plus l'effet de la taille de grains sera important comme montré par Feugas[**Feugas**, 1999].

Dans le cas de la nuance fournie par EDF, l'observation a montré également la présence d'aiguilles de ferrite δ et inclusions résiduelles (les lignes noires observées sur la figure **Fig II-1.a** dans la matrice austénitique γ de la nuance EDF). La ferrite observée est répartie de façon inégale au niveau des joints de grains de l'austénite (**Fig II-2**). La présence de cette phase résiduelle améliore la soudabilité du matériau, sa teneur a été estimée à 1% environ.

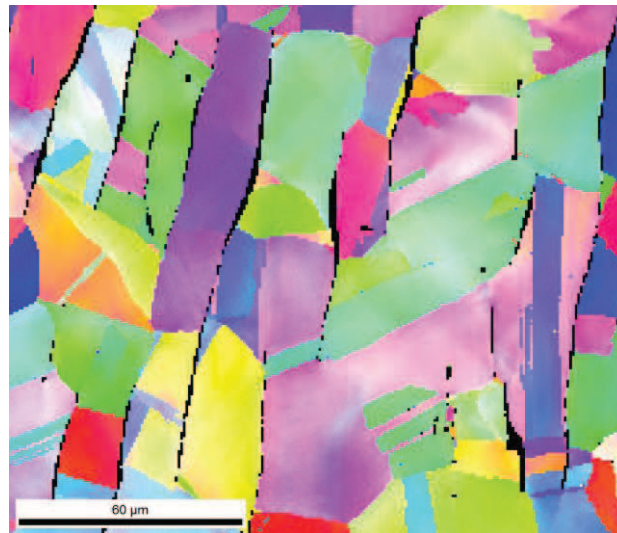


Fig II-2. Répartition de la ferrite dans la matrice austénitique de la nuance 304L-EDF. les zones sombres correspondent à la ferrite δ .

Par ailleurs, différents travaux [**Rho et al.**, 1998], [**Rho et al.**, 2000] et [**Hong et al.**, 2002] ont montré l'effet de la ferrite δ sur la durée de vie en fatigue oligocyclique du 304 L sollicité en traction-compression à amplitude de déformation imposée de 2% à hautes températures 300 et 600°C. Les résultats obtenus ont révélé que la durée de vie de 304L a été sensiblement réduite pour les éprouvettes réalisées avec la ferrite δ perpendiculaire à l'axe de chargement par rapport à celles des éprouvettes élaborées avec la ferrite en parallèle à l'axe de chargement. L'amorçage des fissures était plus facile aux interfaces austénite / ferrite.

En ce qui concerne nos éprouvettes, l'axe de chargement en traction-compression est perpendiculaire à la surface observée. De ce fait, la présence de la ferrite dans les éprouvettes EDF aura peut-être un effet sur la durée de vie en fatigue de cette nuance.

Les analyses EBSD ont, de plus, permis d'effectuer une analyse de la texture cristallographique des échantillons non-déformés des deux nuances de 304L utilisées pour cette étude. Cette analyse a pour but d'analyser la présence d'orientations cristallines préférentielles pouvant être liée aux méthodes de mise en forme. La présence d'une texture cristallographique marquée entraîne un comportement mécanique anisotrope. Cette information est donc primordiale pour cette étude compte tenu du caractère multiaxial des essais réalisés.

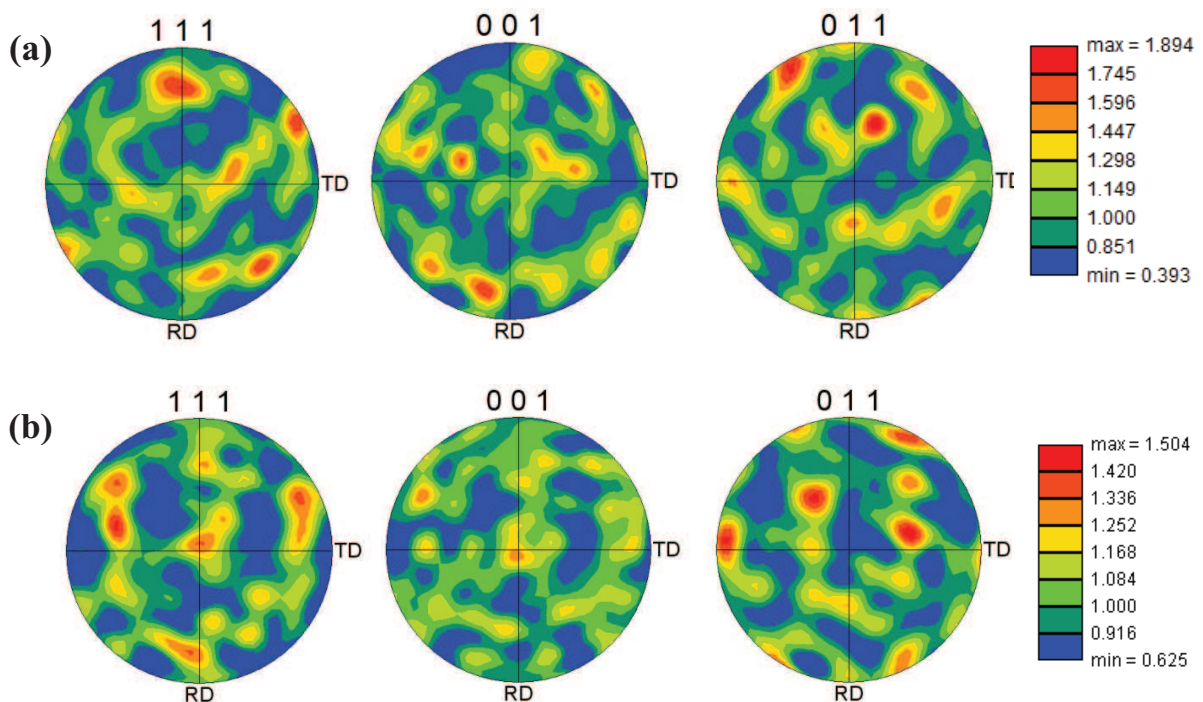


Fig II-3. Analyses de textures cristallographiques réalisées par EBSD, figures de pôles des plans $\{111\}$, $\{001\}$ et $\{011\}$ sur échantillon : (a) 304L-EDF et (b) 304L-Com.

La figure **Fig II-3** présente les trois figures de pôles des plans $\{111\}$, $\{001\}$ et $\{011\}$. L'axe des éprouvettes correspond à la normale sur le plan de la figure. Les figures de pôles ne semblent pas présenter de directions cristallographiques particulières et la densité maximale des pôles est inférieure à 1,9 m.r.d (Multiple Random Density) pour la nuance EDF et à 1,5 pour la nuance commerciale confirmant ainsi l'absence de texture cristallographique. Le

comportement mécanique des deux nuances peut donc être qualifié d'isotrope. L'analyse de la densité des joints de mâcles (appelés joints $\Sigma 3$ dans le formalisme CSL pour Coincidence Site Lattice) a donné une fraction surfacique d'environ 0,28% pour les deux nuances.

La microstructure du matériau de référence (nuance commerciale) (**Fig II-4**) a été analysée en microscopie électronique à transmission (MET) sur des échantillons n'ayant été soumis à aucun chargement mécanique. L'échantillon commercial présente une densité de dislocations initiale d'environ $5.10^{13}/m^2$ (estimée par la méthode des intersections proposée par Smith et Guthman [Keller, 2009]). L'observation a montré des dislocations planaires en quantité importante ainsi que de nombreux défauts d'empilement. Des structures durcissantes en forme de grilles ont été également observées tout comme des dipôles. Le traitement thermique effectué n'a donc pas permis de restaurer la microstructure ayant été affectée par les procédés de mise en forme.

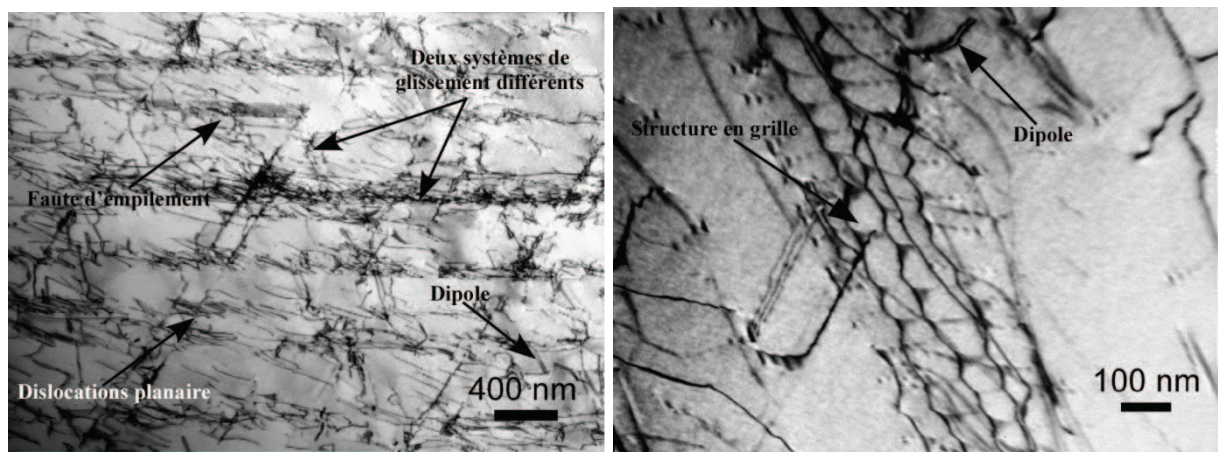


Fig II-4. Structure de dislocations du matériau de référence (nuance commerciale) observée par MET.

II.2 GEOMETRIE DES EPROUVETTES

Deux géométries d'éprouvettes ont été réalisées. Les premières sont des éprouvettes cylindriques pleines de diamètre 8 mm et de longueur de 12 mm dans la zone utile ayant été utilisées dans le cas de chargements axiaux en traction-compression (**Fig II-5.a**). En ce qui concerne la deuxième géométrie, elle correspond à des éprouvettes tubulaires plus adaptées aux chargements biaxiaux et à la torsion avec une zone utile de 46 mm de longueur (mais seulement 12 ou 25 mm sont utilisées pour la mesure selon l'extensomètre) et des diamètres extérieur et intérieur respectivement de 20 mm et 17 mm (**Fig II-5.b**).

Ce type d'éprouvettes est choisi afin d'assurer un état de contrainte quasi-homogène dans l'épaisseur de la zone utile durant les essais en torsion. Il réduit en outre les risques de flambage en compression. Cette forme permet par ailleurs d'éviter la présence de gradients de déformation importants pouvant modifier le comportement mécanique du matériau [Mughrabi, 2000].

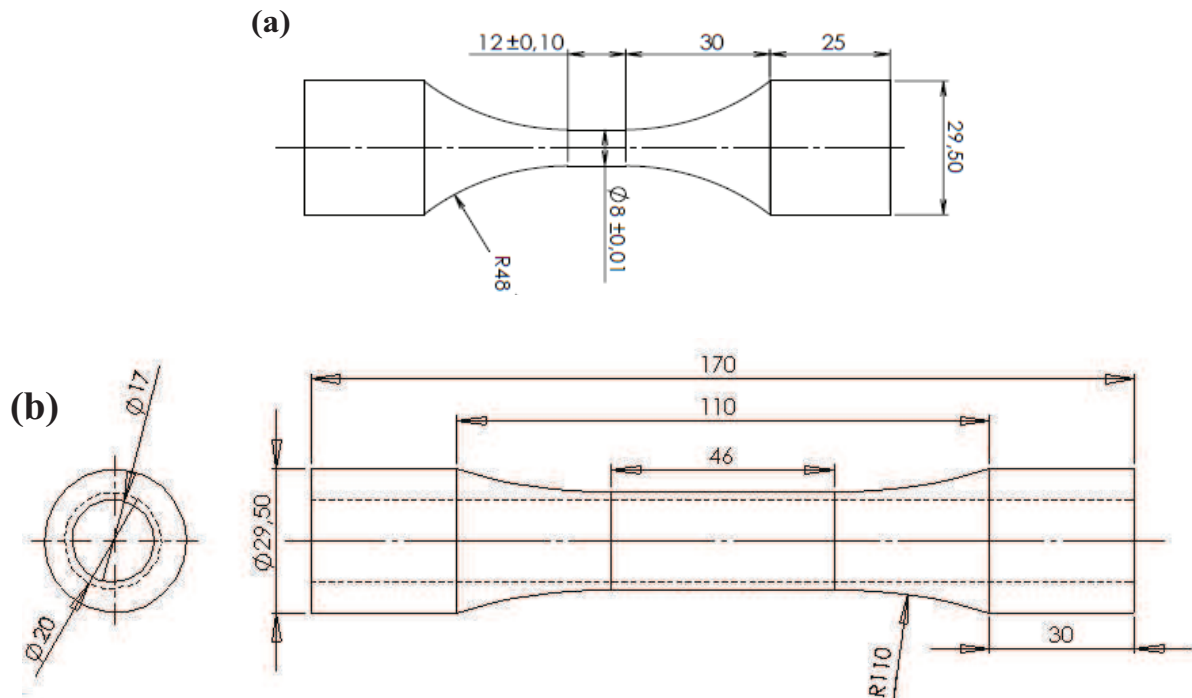


Fig II-5. Géométrie des éprouvettes utilisées dans le cadre de cette étude, (a) éprouvettes de traction-compression, (b) éprouvette de traction-compression-torsion.

L'emploi d'une géométrie tubulaire permet également d'utiliser le dispositif de refroidissement nécessaire lors des cycles où l'augmentation de la température est importante et peut dépasser 40°C dans certains cas à cause de la dissipation intrinsèque (essais de fatigue oligocyclique).

La figure (Fig II-6) présente les niveaux de contrainte tracés pendant deux essais de fatigue sous déformation contrôlée à $\pm 0,36\%$ réalisés l'un avec utilisation du système de refroidissement pendant tout l'essai et l'autre partiellement. Nous pouvons remarquer l'effet de ce comportement dissipatif sur la réponse du matériau, l'écart entre les deux courbes au début de l'essai et de l'ordre de 25 MPa. Le niveau de contrainte augmente après la mise en service du système de refroidissement pour se rapprocher de celui obtenu durant l'essai avec

refroidissement. Un contrôle de température à l'aide de thermocouple a été effectué, l'évolution des températures lors des différents essais est présentée dans l'annexe (Fig B- 1).

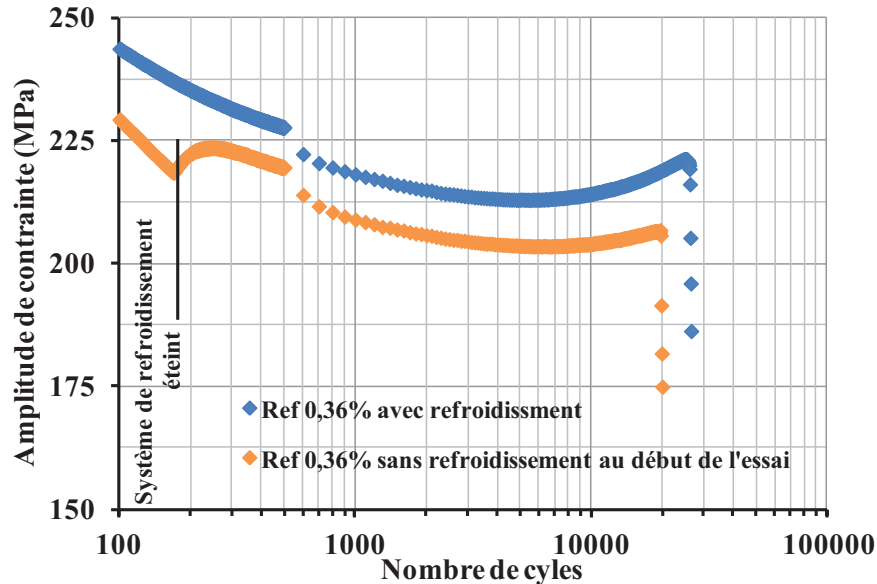


Fig II-6. Essais de fatigue sous déformation contrôlée à 0,36% sur la nuance 304L-Com réalisés l'un avec refroidissement de l'éprouvette durant tout l'essai et l'autre sans refroidissement pendant les 180 premiers cycles.

II.3 DISPOSITIF EXPERIMENTAL ET ESSAIS MECANIQUES

Dans cette partie, nous présenterons la machine d'essai ainsi que les moyens de mesure et d'observations utilisés. Nous présenterons aussi la méthodologie employée durant la réalisation des essais et le dépouillement des données. Une liste récapitulative des essais effectués est présentée avec leurs caractéristiques et références utilisées.

II.3.1 MACHINE D'ESSAI ET INSTRUMENTS DE MESURES

Tous les essais mécaniques ont été effectués sur une machine servo-hydraulique MTS de traction-torsion. La machine peut être pilotée en contrainte ou en déformation imposée, elle a une capacité en traction-compression (Force: $\pm 250\text{KN}$, Déplacement: $\pm 75\text{mm}$) et d'une capacité de (Couple: $\pm 2200\text{ Nm}$, Rotation: $\pm 45^\circ$) en torsion.

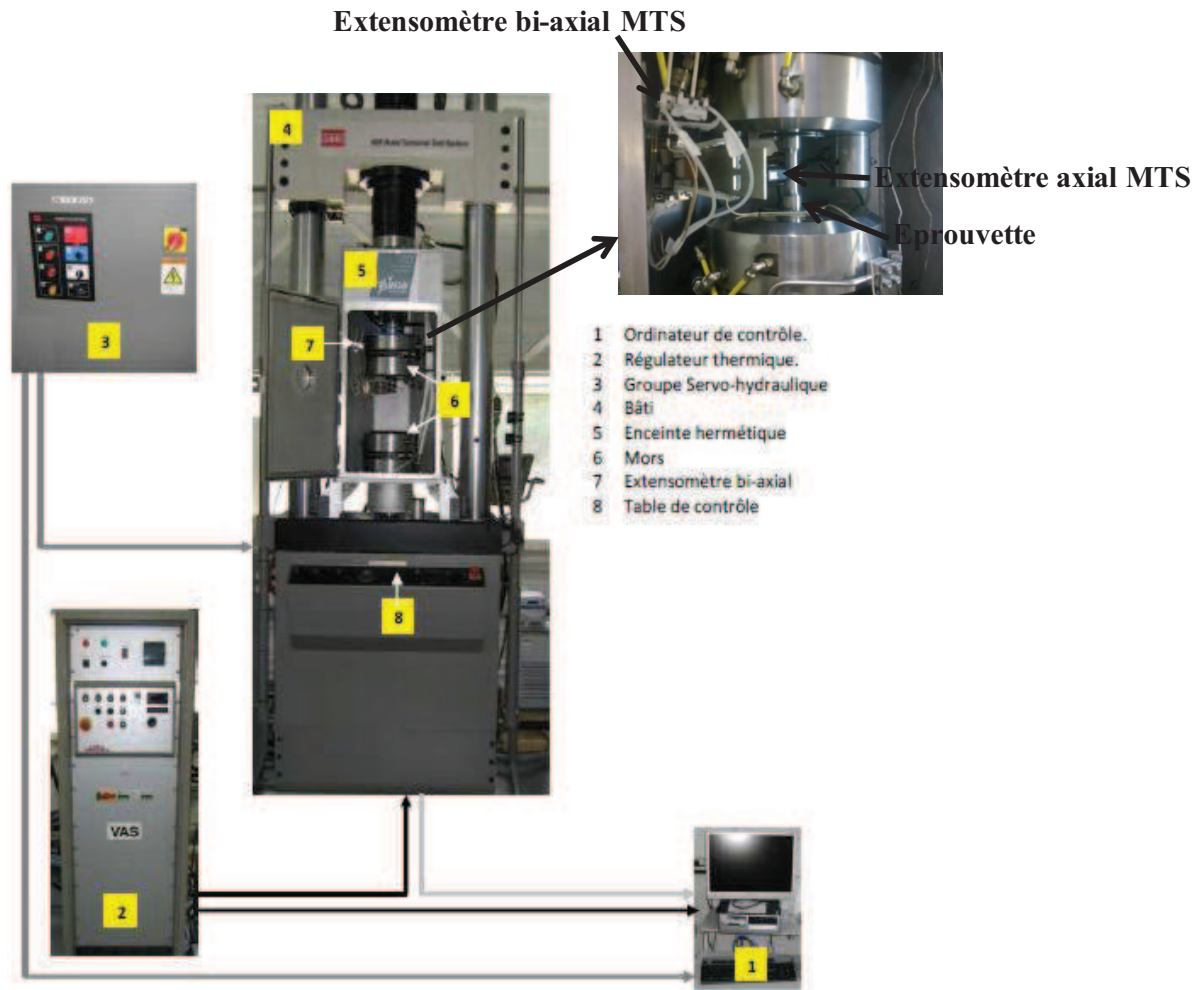


Fig II-7. Illustration du dispositif d'essai mécanique MTS disponible au Groupe Physique des Matériaux.

Dans le cas des essais axiaux un extensomètre avec 12 mm de longueur utile a été utilisé pour mesurer le déplacement. En ce qui concerne les essais en torsion un extensomètre permettant une mesure simultanée de déformation axiale et de cisaillement a été employé avec 25 mm de longueur utile, une capacité $\pm 2,5$ mm en déplacement et $\pm 5^\circ$ en rotation. Le serrage des éprouvettes est assuré par des mors hydrauliques permettant un maintien rigide sous pression réglable. Pour le refroidissement des éprouvettes, un dispositif thermique est utilisé fonctionnant avec de l'air ou si nécessaire un gaz (azote ou argon), sa vitesse de refroidissement peut atteindre $-20^\circ\text{C}/\text{S}$. La figure **Fig II-7** présente le dispositif expérimental et ses différentes composantes.

II.3.2 PROCEDURES D'ESSAIS ET DEPOUILLEMENT DES DONNEES

Dans le but d'étudier l'effet du pré-écrouissage sur le comportement cyclique et la durée de vie en fatigue du 304L, nous avons réalisé une campagne d'essais comportant :

- Des essais séquentiels à plusieurs niveaux croissants ou décroissants d'amplitude de déformation totale imposée en traction-compression et en torsion.
- Des essais de fatigue pilotés en déformation totale sur éprouvettes vierges ou pré-écrouies. Le pré-écrouissage est réalisé en essai séquentiel, le choix de ce mode est expliqué dans la suite (section II.3.2.1). Les durées de vie obtenues sont comparées à celles des éprouvettes vierges.

Pour le dépouillement des essais, plusieurs paramètres peuvent être calculés: la contrainte axiale, la contrainte de cisaillement, la déformation plastique et d'autres. Le **Tableau II-1** résume les relations utilisées pour le calcul des différentes variables d'analyse dans le cas des éprouvettes pleines ou des éprouvettes tubulaires. Afin de pouvoir effectuer des comparaisons de comportement entre les directions de chargement, les équivalents de Von Mises sont appliqués dans le cas des cycles de torsion. La figure **Fig II-8** représente les principaux paramètres calculés sur une boucle d'hystérésis pouvant décrire le comportement du matériau sous différents chargements.

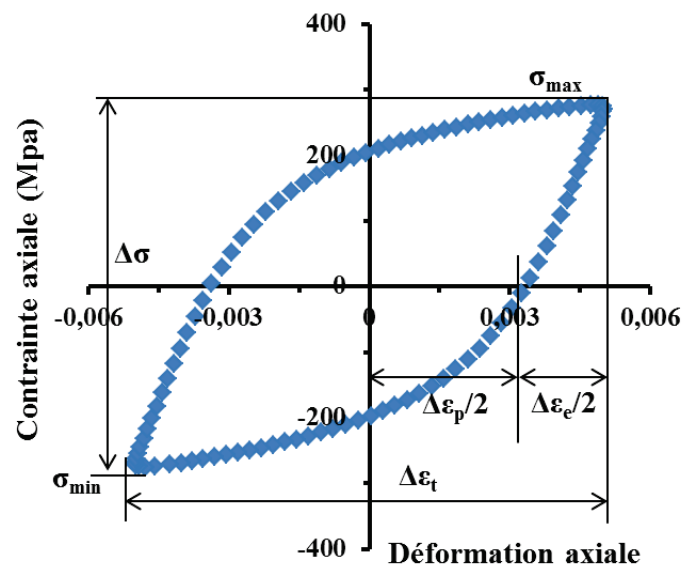


Fig II-8. Illustration des principaux paramètres calculés sur une boucle d'hystérésis (essai de fatigue à 0,5%).

Paramètres	Formule	Type d'éprouvette	
		Pleine	Tubulaire
Contrainte axiale	$\sigma_{11} = \frac{F}{S}$	$S = \frac{\pi D^2}{4}$	$S = \pi \frac{D_{ext}^2 - D_{int}^2}{4}$
Déformation totale axiale	$\epsilon_{11} = \frac{\Delta l}{l_0}$ l_0 : Base d'extensomètre	$l_0 = 12 \text{ mm}$	$l_0 = 25 \text{ mm}$
Contrainte de cisaillement	$\tau_{12} = \frac{C * r_{moy}}{l_0}$ C : moment de torsion	/	$I_0 = \pi \frac{D_{ext}^4 - D_{int}^4}{32}$ $r_{moy} = \pi \frac{D_{ext} + D_{int}}{4}$
La distorsion totale	$\gamma_{12} = \frac{\theta * r_{moy}}{l_0}$ θ : angle de rotation	/	/
La déformation de cisaillement totale	$\epsilon_{12} = \frac{\gamma_{12}}{2}$	/	/
Déformation plastique axiale	$\epsilon_{11}^P = \epsilon_{11} - \frac{\sigma_{11}}{E}$	E = 193 GPa	
Distorsion plastique	$\gamma_{12}^P = \gamma_{12} - \frac{\tau_{12}}{G}$	G = 73 GPa	
Déformation plastique de cisaillement	$\epsilon_{12}^P = \epsilon_{12} - \frac{1}{2} \frac{\tau_{12}}{G}$	/	/
Contrainte équivalente de von Mises	$\sigma^{eq} = \sqrt{\sigma_{11}^2 + 3\tau_{12}^2}$	/	$\sigma_{11} = 0$
Déformation équivalente de von Mises	$\epsilon^{eq} = \sqrt{\epsilon_{11}^2 + \frac{\gamma_{12}^2}{3}}$	/	$\epsilon_{12} = 0$
Déformation plastique équivalente de von Mises	$\epsilon^{P eq} = \sqrt{\epsilon_{11}^{p 2} + \frac{\gamma_{12}^{p 2}}{3}}$	/	$\epsilon_{11}^p = 0$
Amplitude de contrainte	$\sigma_a = \frac{\Delta \sigma}{2} = \frac{\sigma_{max} - \sigma_{min}}{2}$	/	/
La contrainte moyenne	$\sigma_{moy} = \frac{\sigma_{max} + \sigma_{min}}{2}$	/	/
Energie plastique dissipée par cycles	$W_{cycle}^p = \int \underline{\sigma} : \underline{\dot{\epsilon}}_p dt$	/	/

Tableau II-2. Rappels des différentes relations utilisées pour le calcul des variables d'analyses obtenues à partir des essais mécaniques.

II.3.2.1 Essai séquentiel

Sur la même éprouvette, des cycles en déformation totale imposée ont été appliqués en plusieurs séquences aller / retour constituée de plusieurs niveaux de déformation successifs croissant ou décroissant. Durant la première séquence (Low-High), l'amplitude de déformation totale a été augmentée progressivement jusqu'à une amplitude maximale.

Chaque niveau de déformation a été maintenu pendant un nombre de cycles suffisant afin d'avoir une quasi saturation de l'érouissage. Après stabilisation à l'amplitude maximale de la séquence en question, nous imposons le trajet de chargement inverse avec les mêmes paliers de déformation mais cette fois en amplitudes décroissantes (séquence High-Low).

Quatre séquences de chargement ont été appliquées, deux avec palier de déformation croissant et deux avec palier de déformation décroissant. Le chargement peut être en traction-compression ou en torsion. Trois amplitudes de déformation maximales ont été appliquées 1,8%, 1,5% et 1%, mais seule l'amplitude de déformation 1,5% équivalente en Von Mises a été appliquée dans le cas de chargement en torsion. Le **Tableau II-3** résume l'ordre des amplitudes de déformation avec le nombre des cycles appliqués.

Direction de Chargement	Essais	Séquence (Sq)	PCA : Amplitude de déformation % (N cycles)					
			PCT : Amplitude de déformation équivalente % (N cycles)					
Axial	PCA_1,8%	1	±0,2 (50)	±0,3 (40)	±0,4 (30)	±0,5 (20)	±1 (10)	±1,8 (10)
		2	±1 (10)	±0,5 (20)	±0,4 (30)	±0,3 (40)	±0,2 (50)	-
		3	±0,3 (40)	±0,4 (30)	±0,5 (20)	±1 (10)	-	-
	PCA_1,5%	1	±0,2 (50)	±0,3 (40)	±0,4 (30)	±0,5 (20)	±1 (20)	±1,5 (10)
		2	±1 (20)	±0,5 (20)	±0,4 (30)	±0,3 (40)	±0,2 (50)	-
		3	±0,3 (40)	±0,4 (30)	±0,5 (20)	±1 (20)	±1,5 (10)	-
		4	±1 (20)	±0,5 (20)	±0,4 (30)	±0,3 (40)	±0,2 (50)	-
	PCA_1%	1	±0,2 (50)	±0,3 (40)	±0,4 (30)	±0,5 (20)	±1 (20)	-
		2	±0,5 (20)	±0,4 (30)	±0,3 (40)	±0,2 (50)	-	-
		3	±0,3 (40)	±0,4 (30)	±0,5 (20)	±1 (20)	-	-
		4	±0,5 (20)	±0,4 (30)	±0,3 (40)	±0,2 (50)	-	-
	Torsion	PCT_1,5%	1	±0,2 (50)	±0,3 (40)	±0,4 (30)	±0,5 (20)	±1 (20)
2			±1 (20)	±0,5 (20)	±0,4 (30)	±0,3 (40)	±0,2 (50)	-
3			±0,3 (40)	±0,4 (30)	±0,5 (20)	±1 (20)	±1,5 (10)	-
4			±1 (20)	±0,5 (20)	±0,4 (30)	±0,3 (40)	±0,2 (50)	-

PCA: pré-écrouissage cyclique axial ; PCT: pré-écrouissage cyclique en torsion.

Tableau II-3. Descriptif des différents chargements de pré-écrouissage appliqués dans le cadre de cette étude.

Tous les essais ont été réalisés à la température ambiante. Une vitesse de déformation constante de $0,001 \text{ s}^{-1}$ a été appliquée pour tous les niveaux de déformation afin de garder à peu près les mêmes effets de vitesses pour tous les essais. Pour l'essai PCA_1,8%, on note que seulement trois séquences ont été réalisées et que le palier d'amplitude $\pm 1\%$ est le niveau le plus élevé durant la dernière séquence. Nous n'avons pas pu terminer l'essai du fait du flambement d'éprouvette.

Pour être synthétique, seuls les détails de l'histoire de chargement pour les PCA_1,5% et PCT_1,5% sont représentés, l'histoire de chargement des deux autres essais sont présentés dans l'annexe (**Fig B- 2** et **Fig B- 3**). La figure **Fig II-9** présente l'évolution de la déformation totale imposée pour l'essai axial PCA_1,5%. La figure **Fig II-10** représente l'évolution de la distorsion γ_{12} en fonction du temps durant les différentes séquences de l'essai en torsion PCT_1,5%.

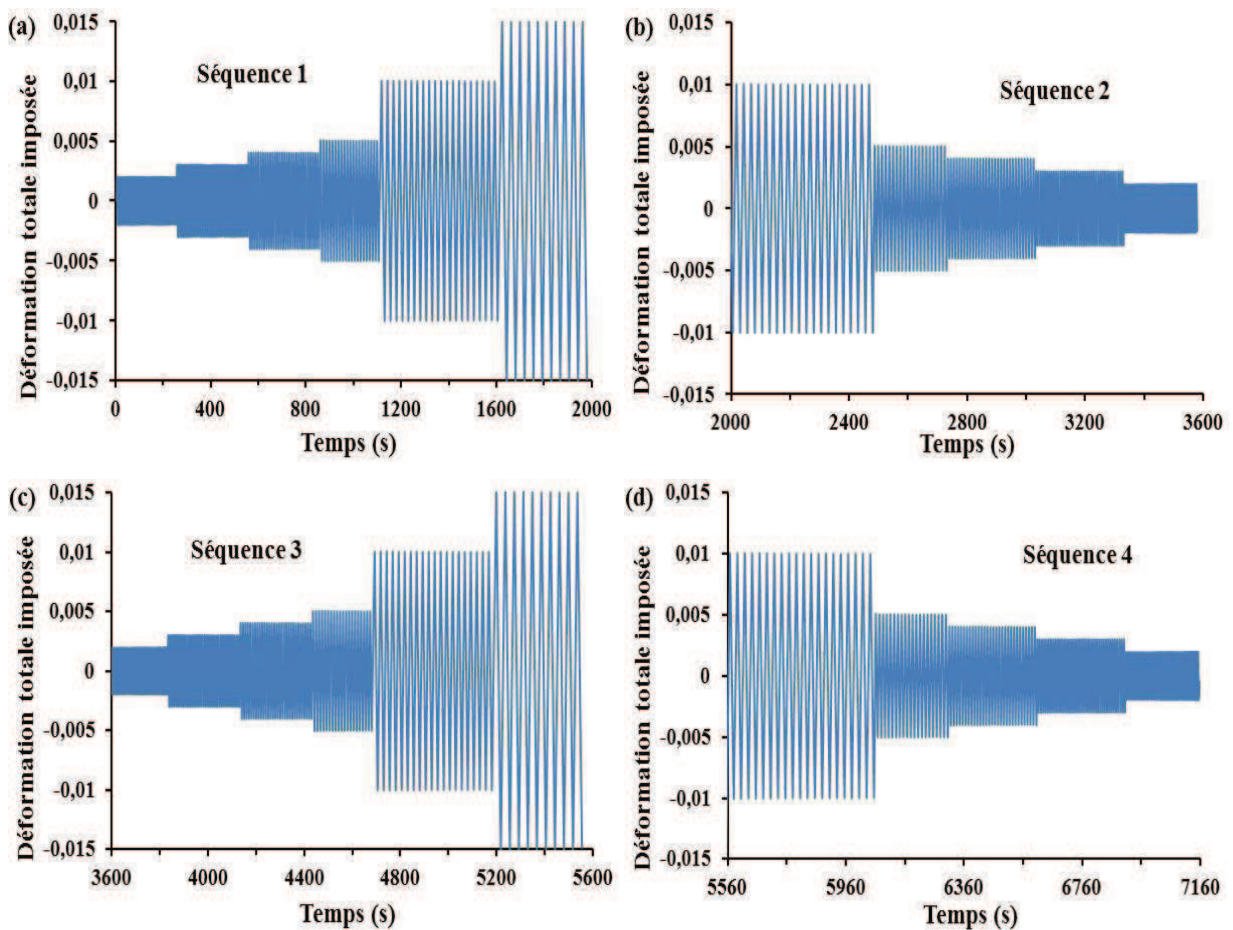


Fig II-9. Evolution de la déformation totale imposée en fonction du temps durant l'essai PCA_1,5% : (a) première séquence, (b) deuxième séquence, (c) troisième séquence et (d) quatrième séquence.

Afin d'étudier l'effet du pré-écrouissage seul sur la durée de vie en fatigue sans l'intervention de la contrainte moyenne, nous avons cherché, par l'application du chargement séquentiel décrit ci-dessus comme un chargement du pré-écrouissage, à atteindre un état quasi-stable avant l'application des cycles de fatigue. En effet, par rapport aux études précédentes réalisées avec des objectifs similaires [**Doquet & Taheri, 2000; Colin et al., 2010; Kpodekon, 2010**] (plus de délais sont fournis dans la section **I.3.2**), l'application d'un

pré-écrouissage séquentiel assure un retour progressif à zéro contrainte-déformation à la fin du processus de pré-écrouissage, ce qui rend possible l'étude de l'effet isolé du pré-écrouissage.

Par la réalisation des deux essais PCA_1,5% en traction compression et PCT_1,5% en torsion à la même amplitude de déformation nous avons cherché à étudier l'effet du pré-écrouissage sur le comportement cyclique et la durée de vie en fatigue pour deux directions de chargement différentes par rapport à la direction des cycles de fatigue.

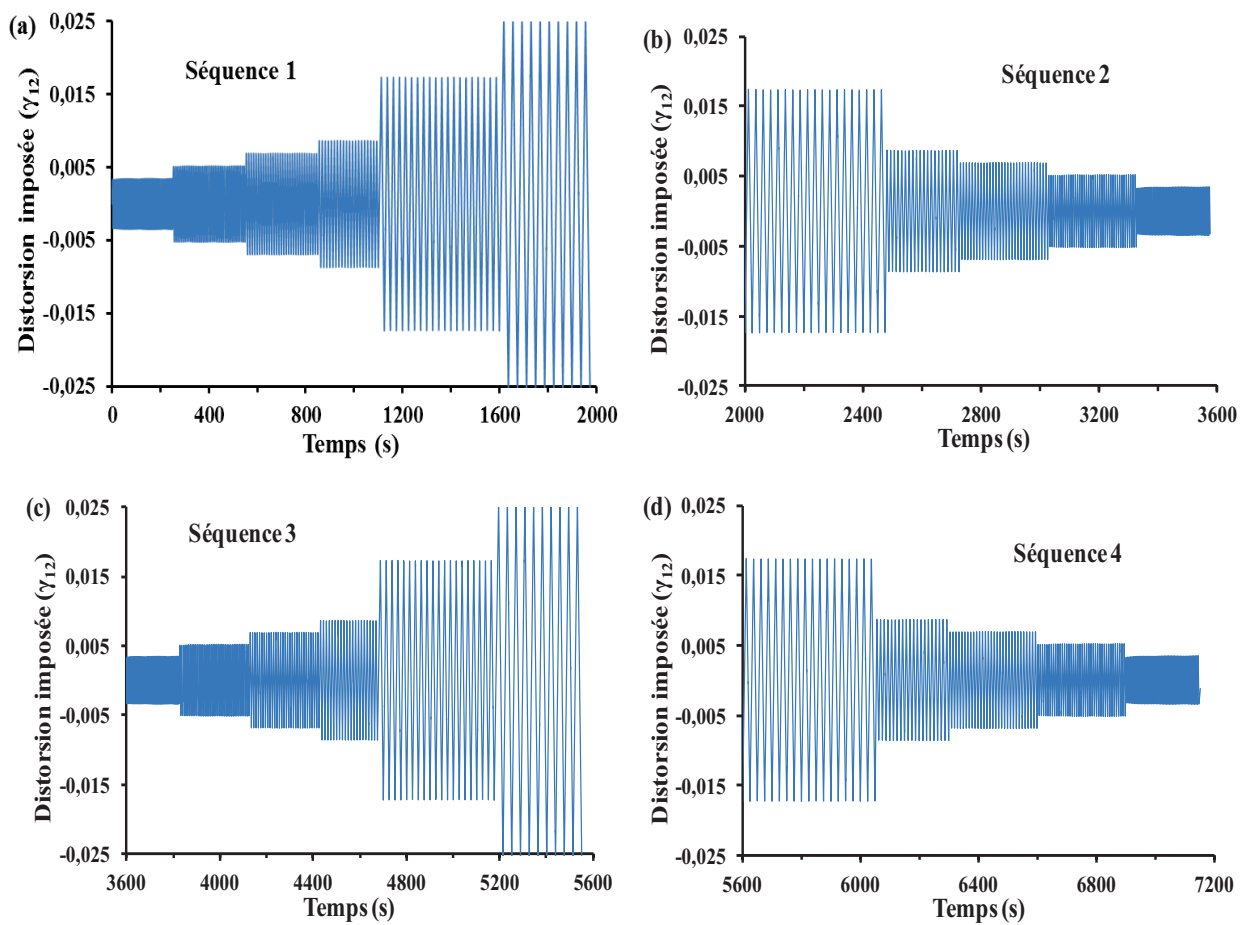


Fig II-10. Evolution de la distorsion totale imposée en fonction du temps durant l'essai PCT_1,5% (a) la première séquence (b) la deuxième séquence (c) la troisième séquence (d) la quatrième séquence.

Pour confirmer le bon déroulement des essais réalisés, l'évolution des moments de torsion en fonction du temps a été contrôlée pour le cas des trois essais axiaux et l'évolution de la force axiale dans le cas du chargement en torsion. On observe sur la figure **Fig II-11** que les moments de torsion n'interviennent pas lors des essais axiaux, les valeurs restent non

significatives. La même observation peut être faite pour l'évolution de la force axiale vis-à-vis du l'essai de torsion. On peut donc considérer que les essais cycliques axiaux et de torsion s'effectuent avec une seule direction de chargement non nulle.

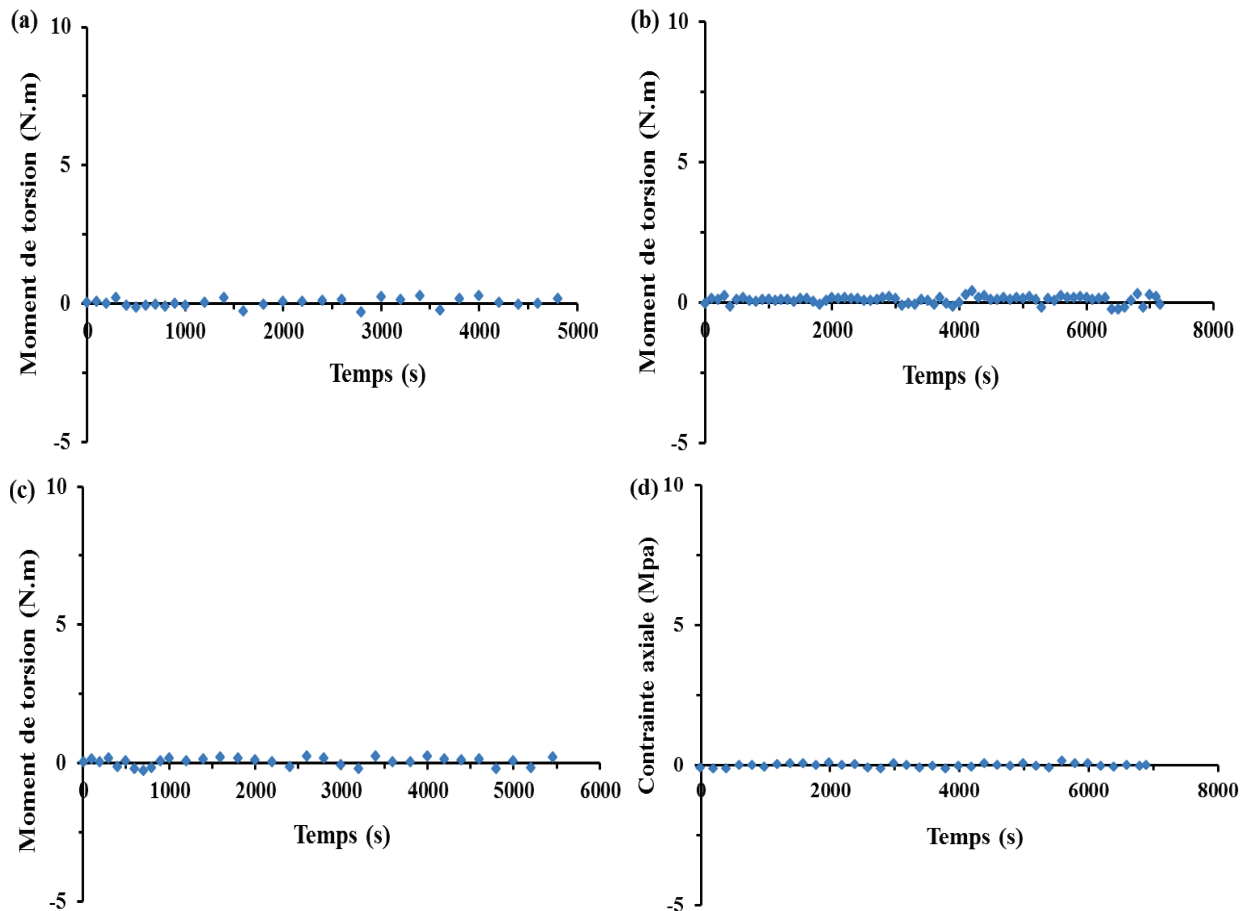


Fig II-11. Evolution du moment de torsion pour les essais axiaux et de la contrainte axiale pour l'essai en torsion en fonction de temps : (a) essai PCA_1,8%, (b) essai PCA_1,5%, (c) essai PCA_1% et (d) essai PCT_1,5%.

II.3.2.2 Essais de fatigue

Afin d'évaluer la durée de vie des éprouvettes suivant le type de pré-écrouissage, deux séries de tests en traction-compression à déformation contrôlée avec $R = -1$ ont été effectuées. Dans la première série, des essais de fatigue classique ont été réalisés sur des éprouvettes vierges (c-à-d qui n'ont pas une histoire de chargement précédente) à différentes amplitudes de déformation. Dans la deuxième série, avant l'application des cycles de fatigue, les éprouvettes sont d'abord soumises à un pré-écrouissage cyclique axial (PCA) ou en torsion (PCT) comme décrit ci-dessus.

Le tableau récapitulatif (**Tableau II-4**) regroupe tous les essais réalisés sur les deux nuances de 304 L étudiées avec les références données à chaque essai. Ces références seront utilisées dans les chapitres qui suivent pour différencier les essais et leur histoire de chargement.

Nuances	Type de pré-écrouissage	Amplitude de déformation cycles de fatigue ϵ_a (%)	Référence
304L-EDF	V	0,226	Réf 0,226%
	V	0,444	Réf 0,444%
	V	0,4	Réf 0,44%
	PCA 1,5%	0,226	PCA 1,5% + F0,226%
	PCA 1%	0,226	PCA 1% + F0,226%
	PCT 1,5%	0,226	PCT 1,5% + F0,226%
304L-Com	V	0,5	Réf 0,5%
	V	0,36	Réf 0,36%
	V	0,22	Réf 0,22%
	PCA 1,5%	0,5	PCA 1,5% + F0,5%
	PCA 1,5%	0,36	PCA 1,5% + F0,36%
	PCA 1,5%	0,22	PCA 1,5% + F0,22%
	PCT 1,5%	0,5	PCA 1,5% + F0,5%
	PCT 1,5%	0,36	PCA 1,5% + F0,36%
	PCT 1,5%	0,22	PCA 1,5% + F0,22%

Tableau II-4 : Récapitulatif des conditions de réalisation des essais et références.

Les figures **Fig II-12.a-d** présentent des exemples de consignes de l'extensomètre (déplacement en mm) en fonction du temps effectuée sur éprouvettes pré-écrouies ou non pré-écrouies. Pour le reste des essais, les courbes sont similaires. Les valeurs des consignes correspondantes aux déformations imposées ont été déterminées selon la base de mesure de l'extensomètre utilisé.

Une fréquence de 1Hz est appliquée pour les 500 premiers cycles puis une fréquence de 5Hz ou 2,5 Hz a été appliquée pour le reste des cycles selon l'amplitude de déformation imposée.

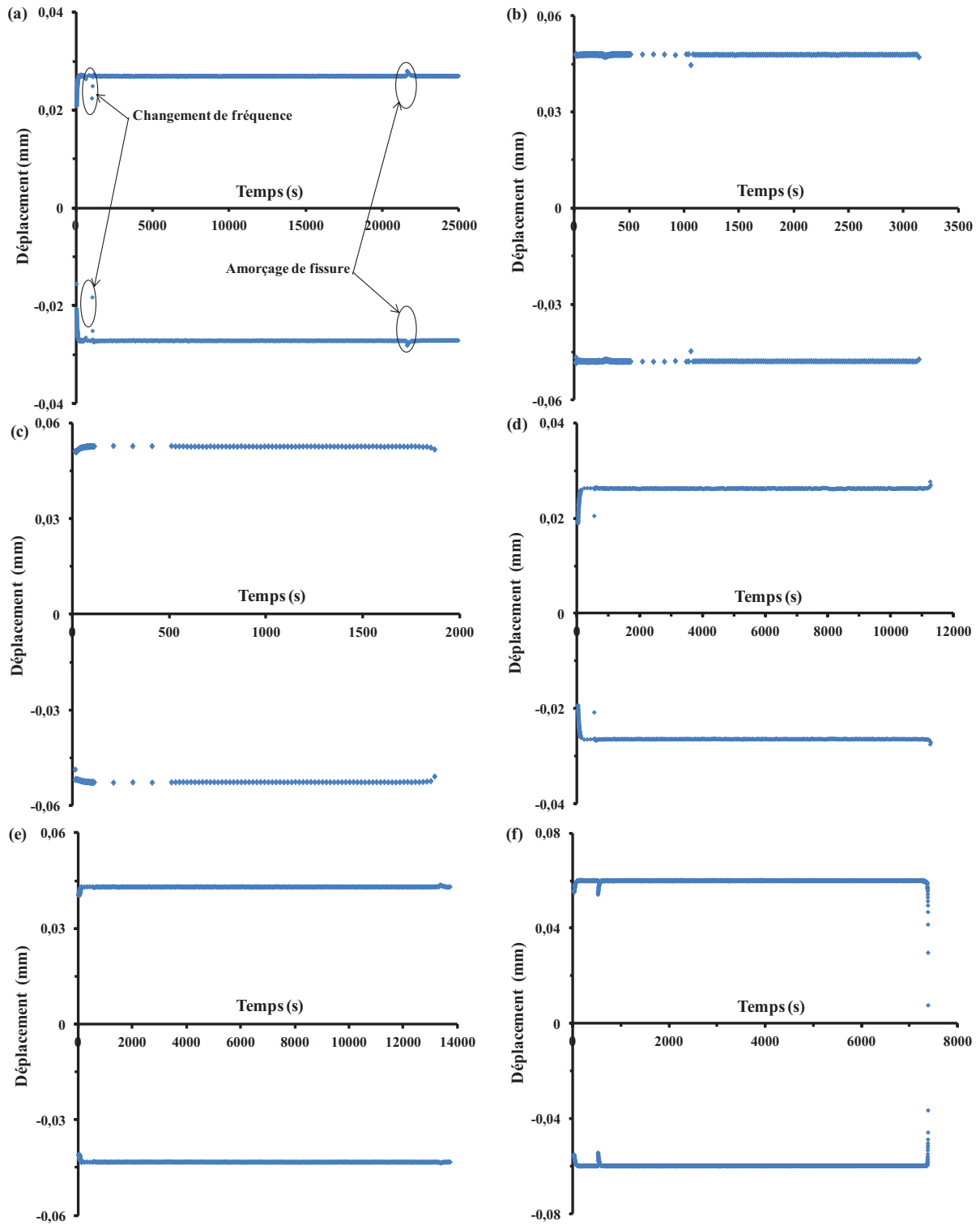


Fig II-12. Exemples de consignes de l'extensomètre durant les essais de référence à : (a) 0,226% sur 304L-EDF, (b) 0,4% sur 304L-EDF, (c) 0,444% sur 304L-EDF, (d) 0,222% sur 304L-Com, 0,36% sur 304L-Com et 0,5% sur 304L-Com.

Nous avons cherché par l'application d'une faible fréquence pendant les premiers cycles des essais de fatigue à présenter nettement le comportement du matériau au début de sa durée

de vie. Les résultats obtenus [Kpodekon, 2010] ont montré que ce changement de fréquence a un effet faible sur la réponse en contrainte. Cet effet n'altère pas les mécanismes de déformation au cours des cycles de fatigue.

II.4 METHODES DE PREPARATION ET OBSERVATIONS EN MET

Après la fin de chaque essai de fatigue, les éprouvettes rompues sont découpées par électroérosion afin de récupérer la zone utile. Des feuilles d'environ 0,3 mm sont coupées perpendiculairement à l'axe dans le cas des éprouvettes pleines et parallèlement à l'axe dans le cas des éprouvettes tubulaires à l'aide d'une tronçonneuse équipée d'un système de refroidissement.

Des lames minces d'environ 100 μm d'épaisseur sont ensuite préparées par polissage mécanique (disque abrasif de granulométrie 1200) à partir de ces feuilles sur lesquelles ont été repérées les directions de sollicitation mécanique. Une étape de polissage électrolytique a ensuite été réalisée en utilisant un TenuPol (marque Struers) à double jet avec une solution contenant 10% d'acide perchlorique, 90% d'acide acétique, à un potentiel de 20V et une température de 14°C. L'électropolissage s'effectue des deux côtés de la lame mince jusqu'à l'obtention d'un trou autour duquel la zone est observable par MET (épaisseur de l'ordre de quelques centaines de nanomètres).

Les observations microstructurales ont été réalisées sur un microscope électronique à transmission type JEOL 2000FX opérant à une tension d'accélération de 200KV. Afin de s'assurer que les structures de dislocations observées sont représentatives du matériau et de l'état de contrainte macroscopique, les observations ont été effectuées sur un nombre de grains de l'ordre de 15 représentant un bon compromis entre statistique et temps d'observation. La préparation des lames minces a fait l'objet d'une grande attention afin d'éviter l'introduction des dislocations au niveau de la matière particulièrement durant les phases de découpage et de polissage mécanique.

CHAPITRE III RESULTATS EXPERIMENTAUX

Sommaire

CHAPITRE III Résultats Expérimentaux	77
III.1 Comportement cyclique et effet du pré-écrouissage sur la nuance 304L-EDF.....	78
III.1.1 Essais séquentiels et dépendance de la courbe cyclique.....	78
III.1.1.1 Chargement axial et effet de l'amplitude maximale.....	79
III.1.1.2 Chargement en torsion.....	88
III.1.1.3 Comparaison des courbes cycliques dans les deux directions du chargement... ..	93
III.1.2 Effet du pré-écrouissage sur la durée de vie en fatigue.....	97
III.1.2.1 Effet de l'amplitude du pré-écrouissage.....	98
III.1.2.2 Effet de la direction de chargement à amplitude équivalente.....	101
III.1.2.3 Evaluation d'une méthode simplifiée du cumul de dommage.....	103
III.1.3 Conclusion et nouveaux essais.....	106
III.2 Comportement cyclique et effet du pré-écrouissage sur la nuance 304L-Com... ..	108
III.2.1 Dépendance de la courbe cyclique dans deux directions de chargement d'amplitude équivalente.....	108
III.2.2 Effet du pré-écrouissage sur la durée de vie en fatigue.....	112
III.2.2.1 Essais de référence.....	112
III.2.2.2 Effet du pré-écrouissage axial (PCA_1,5%).....	116
III.2.2.3 Effet du pré-écrouissage en torsion (PCT_1,5%).....	119
III.2.2.4 Effet de la direction du pré-écrouissage sur le comportement en fatigue de la nuance 304L-Com.....	122
III.3 Conclusion du chapitre.....	127

Ce chapitre présente les résultats expérimentaux concernant l'analyse de l'effet du pré-écrouissage sur le comportement cyclique et en fatigue obtenus au cours de ce travail. Il est composé de deux parties, la première partie est consacrée aux résultats des essais séquentiels et de fatigue effectués sur la nuance 304L-EDF, la seconde présente les résultats des essais effectués sur la nuance 304L-Com. Afin d'expliquer les différents comportements cycliques manifestés par les nuances étudiées et évaluer les durées de vie en fatigue, nous présenterons les évolutions des différentes grandeurs mécaniques (amplitude de contrainte, amplitude de déformation plastique, ...) pour les différents essais réalisés.

III.1 COMPORTEMENT CYCLIQUE ET EFFET DU PRE-ECROUISSAGE SUR LA NUANCE 304L-EDF

Cette partie du travail s'intéresse aux effets du pré-écrouissage sur le comportement cyclique et la durée de vie en fatigue de la nuance 304L-EDF. Pour cela, des essais séquentiels avec trois différents niveaux de déformation maximum ont été réalisés. La dépendance de la courbe cyclique contrainte-déformation à l'histoire de chargement a été vérifiée. Ensuite, des cycles de fatigue sur des éprouvettes pré-écrouies et vierges ont été effectués. Les durées de vie ont été comparées afin d'évaluer l'effet du pré-écrouissage cyclique. Une évaluation de la méthode de cumul de dommage proposée par Taheri [Taheri, 1996] en vue de la prise en compte de l'effet du pré-écrouissage sur la durée de vie en fatigue a été effectuée.

III.1.1 ESSAIS SEQUENTIELS ET DEPENDANCE DE LA COURBE CYCLIQUE

L'effet du pré-écrouissage sur le comportement cyclique du 304L-EDF et la dépendance de sa courbe cyclique vis-à-vis des effets de mémoire de déformation a été étudié à travers les essais séquentiels axiaux ou en torsion décrits dans le chapitre II. Des éprouvettes ont ainsi été soumises à un chargement d'amplitude de déformation croissante et décroissante. Pour obtenir une réponse de contrainte stable, chaque niveau de déformation a été appliqué pendant un nombre de cycles jugé suffisant en vue d'une quasi-stabilisation de l'écrouissage cyclique.

III.1.1.1 Chargement axial et effet de l'amplitude maximale

Trois séries d'essais à amplitude de déformation contrôlée ont été réalisés. Pour chacune des séries, un certain nombre de séquences sur une même éprouvette est appliqué. Trois amplitudes maximales de déformation ont été testées : PCA_1,8%, PCA_1,5% et PCA_1%. Seulement trois séquences ont été appliquées durant l'essai PCA_1,8% du fait de l'apparition du phénomène de flambement. Pour chaque séquence du chargement appliquée la courbe cyclique est tracée et ces dernières ont été comparées pour chaque essai.

Par soucis de synthèse, seule les boucles d'hystérésis et l'évolution des amplitudes de contrainte par niveau de déformation et par séquence de chargement pour l'essai PCA_1,5% sont présentées. Pour les deux autres essais PCA_1,8% et PCA_1% seules les courbes cycliques sont montrées. Les évolutions de contrainte pendant les différents niveaux de déformation imposée dans ces deux derniers essais sont plus ou moins similaires par rapport à l'essai PCA_1,5%, les courbes sont présentées dans l'annexe (**Fig C- 1** et **Fig C- 2**).

Les figures **Fig III-1.a-d** présentent les diagrammes contrainte-déformation axiales par séquence tracées pour l'essai PCA_1,5%. Afin d'avoir une observation claire de l'évolution de l'écrouissage les figures **Fig III-2.a-f** présentent les boucles d'hystérésis du premier et du dernier cycle pour chaque niveau de déformation pendant les quatre séquences exécutées. Les évolutions des amplitudes de contrainte obtenues en fonction du nombre de cycles présentées dans les figures **Fig III-3.a-d** ont permis de faire les observations suivantes:

- **Première séquence** : Un léger durcissement cyclique limité aux cinq premiers cycles est observé pour les paliers de déformation $\pm 0,2\%$, $\pm 0,3\%$ $\pm 0,4\%$ et $\pm 0,5\%$, suivi par une saturation pendant le reste des cycles. Cependant, un durcissement continu et sans saturation est observé pour les paliers $\pm 1\%$ et $\pm 1,5\%$.
- **Deuxième séquence** : Nous observons un adoucissement cyclique pour les niveaux $\pm 0,2\%$, $\pm 0,3\%$ et $\pm 0,4\%$, limité aux cinq premiers cycles suivis par une saturation pour le reste des cycles. Un adoucissement cyclique continu sans saturation est observé pour les niveaux $\pm 1\%$ et $\pm 0,5\%$.
- **Troisième séquence** : Nous observons une stabilité de l'évolution des amplitudes de contrainte pour les niveaux $\pm 0,2\%$, $\pm 0,3\%$ $\pm 0,4\%$ et $\pm 0,5\%$. Cependant pour les paliers $\pm 1\%$ et $\pm 1,5\%$, on constate un durcissement cyclique continu.

- **Quatrième séquence :** Un comportement similaire à celui de la deuxième séquence est observé durant cette phase de l'essai.

D'autre part, pour mieux clarifier le comportement cyclique du matériau sur l'ensemble de l'essai, une comparaison a été effectuée entre les niveaux de saturation des amplitudes de contraintes obtenues pour chaque palier de déformation au cours des quatre séquences de l'essai. Les amplitudes de contrainte obtenues pour chaque niveau de déformation ont été regroupées au sein d'un seul graphe représenté au niveau des figures Fig III-4.a-f.

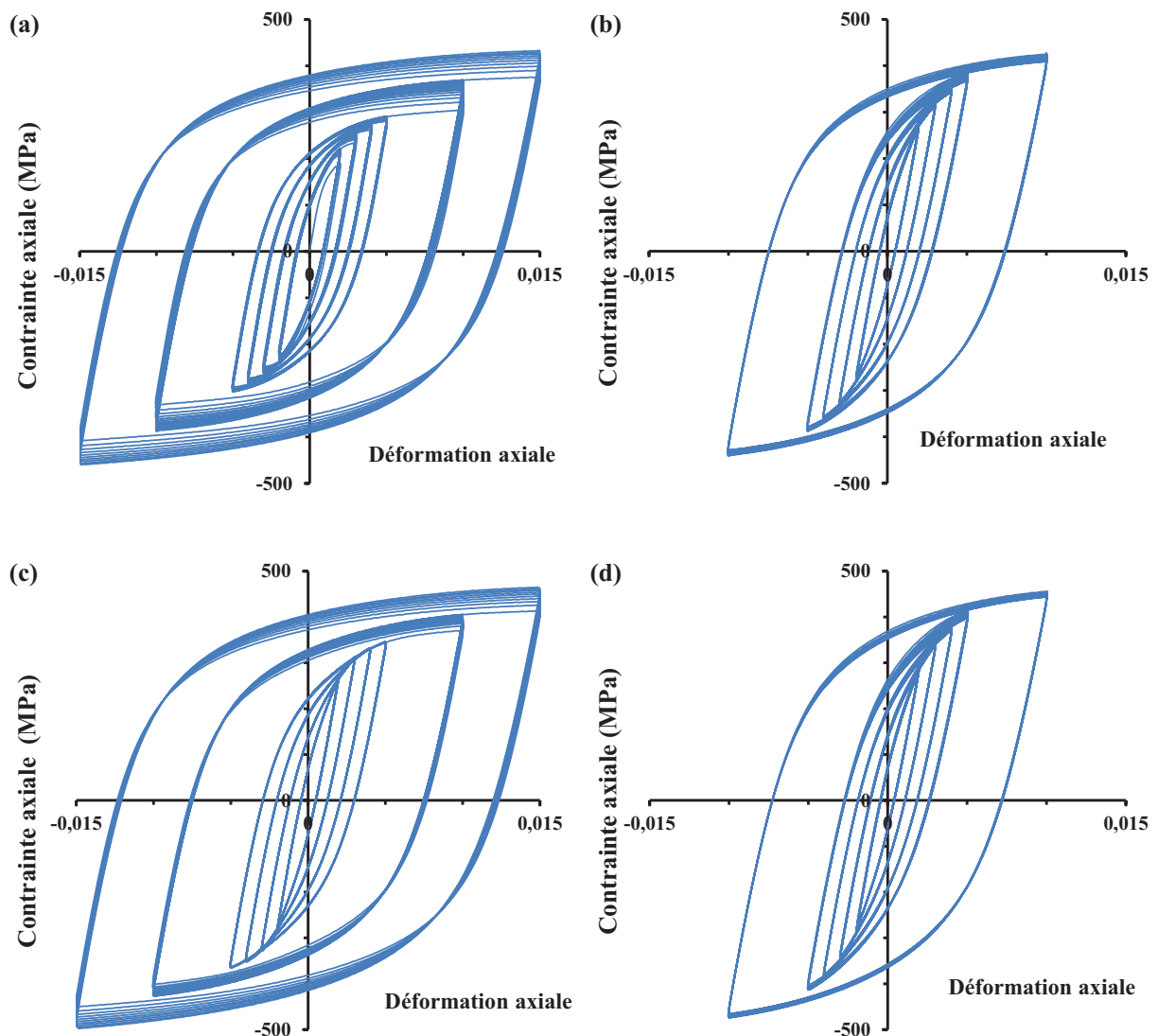


Fig III-1. Boucles d'hystérésis de contrainte-déformation axiales pour l'essai PCA_1,5% : (a) 1^{ère} séquence, (b) 2^{ème} séquence, (c) 3^{ème} séquence et (d) 4^{ème} séquence.

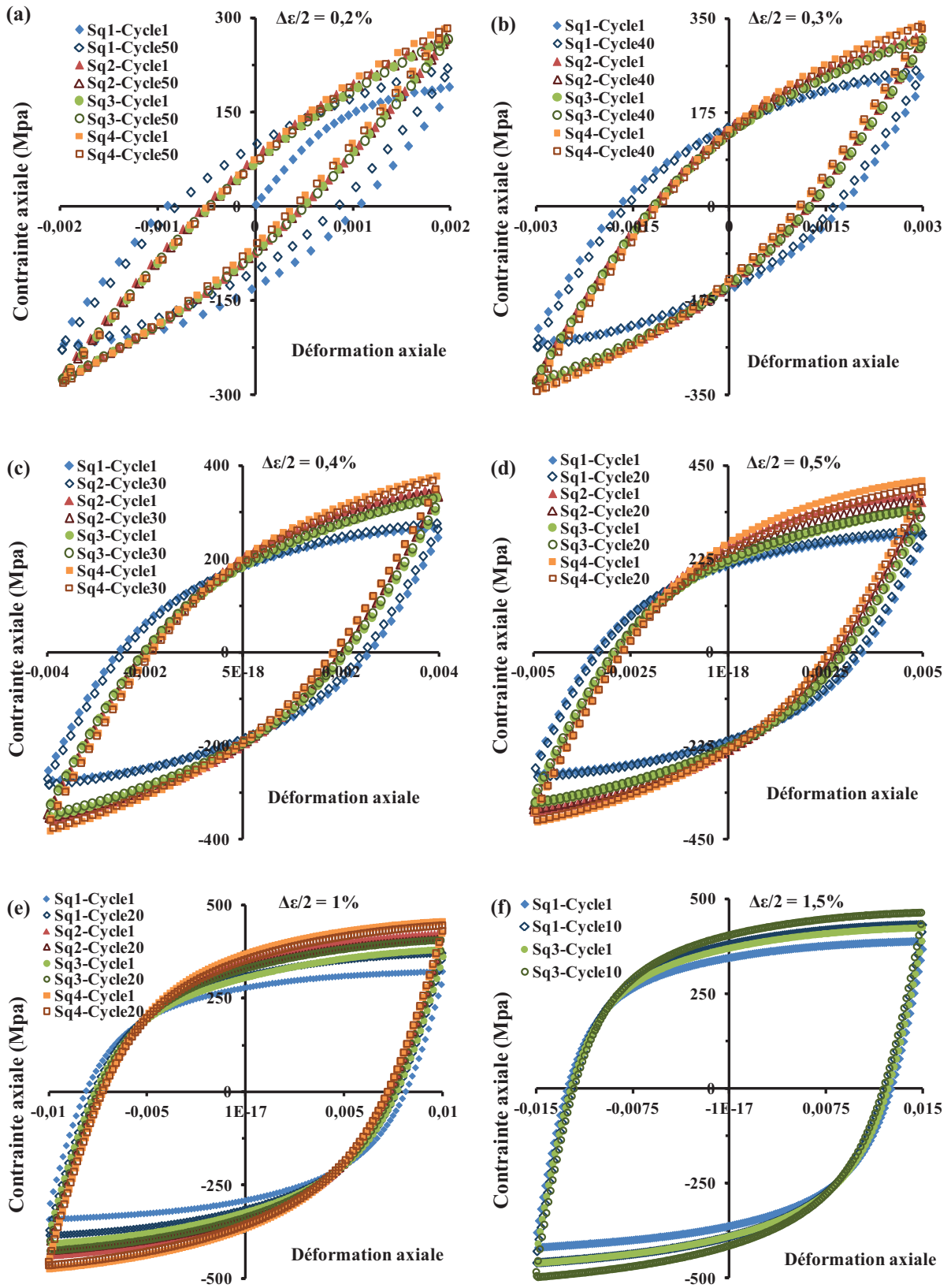


Fig III-2. Boucles d'hystérésis contrainte-déformation du premier et dernier cycle obtenues pendant chaque séquence et chaque niveau de déformation pour l'essai PCA_1,5% : (a) $\pm 0,2\%$ (b) $\pm 0,3\%$ (c) $\pm 0,4\%$ (d) $\pm 0,5\%$ (e) $\pm 1\%$ (f) $\pm 1,5\%$.

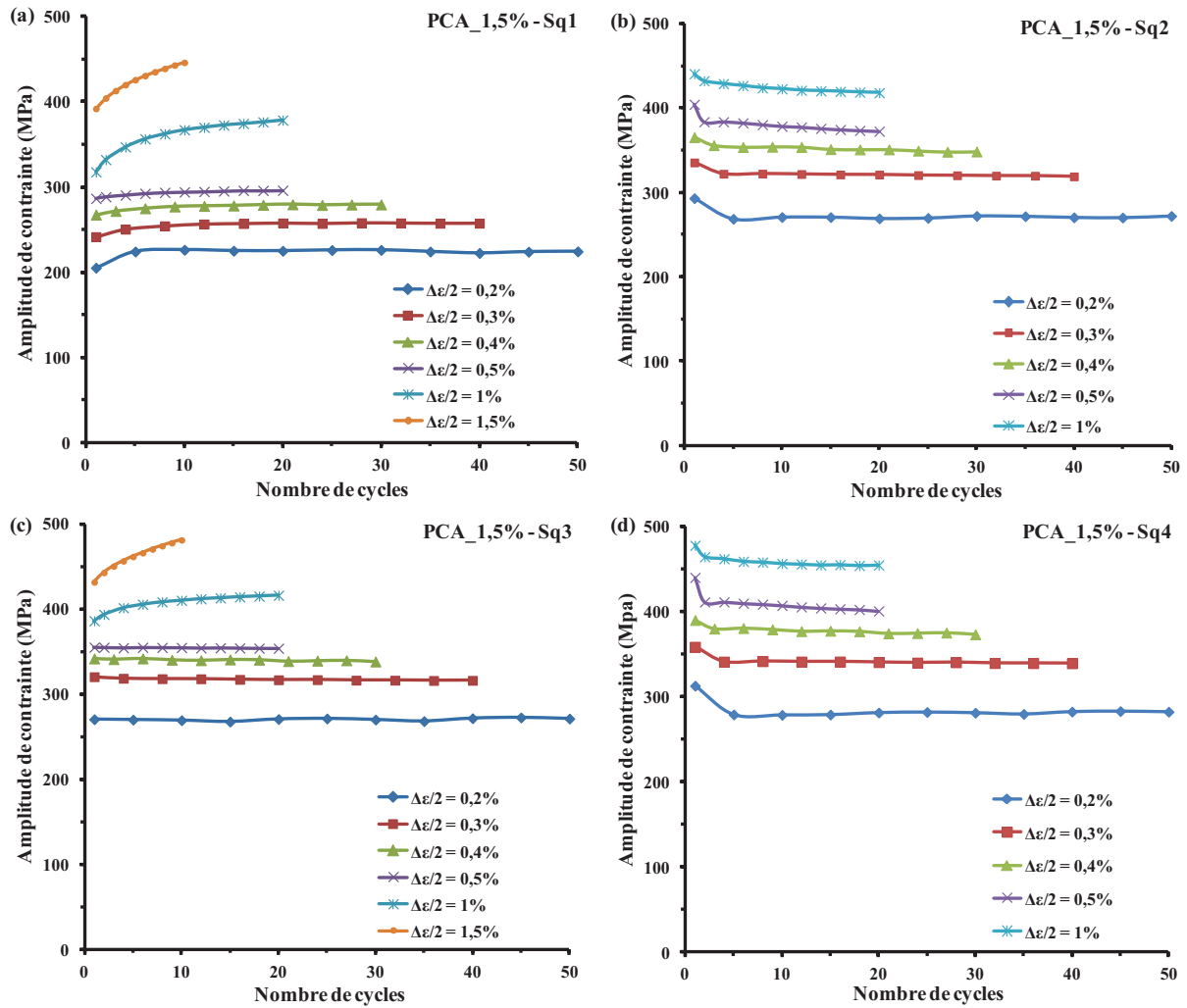


Fig III-3. Evolution des amplitudes de contrainte obtenues en fonction du nombre de cycles pour chaque niveau de déformation : (a) séquence 1, (b) séquence 2 et (c) séquence 3 et (d) séquence 4.

Nous pouvons remarquer pour tous les paliers de déformation que le niveau d'amplitude de contrainte enregistré pendant la deuxième séquence est plus élevé par rapport à celui enregistré pendant la première. Les amplitudes de contrainte enregistrées durant la troisième séquence sont superposées sur celles de la deuxième pour les niveaux $\pm 0,2\%$, $\pm 0,3\%$ et $\pm 1\%$, un léger écart est observé pour le reste des niveaux. Toutefois, la nuance EDF manifeste un écrouissage additionnel, l'écart entre la première et la troisième courbe est d'environ 35 MPa durant l'essai PCA_1,5%. Ce sur-écrouissage est sans doute lié entre autre à la formation de la martensite α' dans les aciers austénitiques sous amplitude de déformation élevée [Taleb & Hauet, 2009] mais aussi à la formation d'une structure de dislocations en cellules.

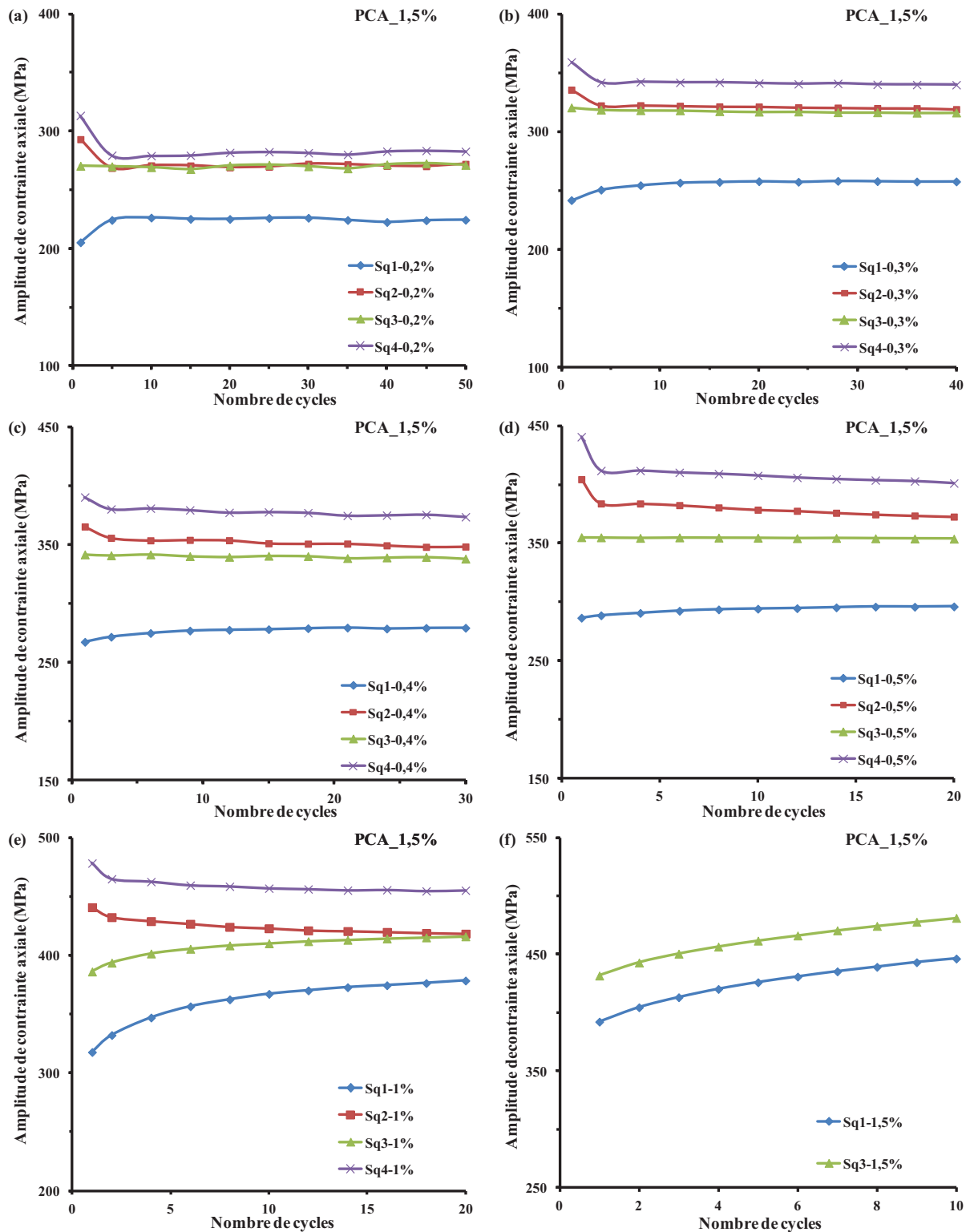


Fig III-4. Comparaison entre les niveaux de saturation des amplitudes de contrainte en fonction du nombre de cycles obtenus pour chaque niveau de déformation, (a) $\pm 0,2\%$ (b) $\pm 0,3\%$ (c) $\pm 0,4\%$ (d) $\pm 0,5\%$ (e) $\pm 1\%$ (f) $\pm 1,5\%$.

Les courbes d'évolution d'amplitudes de contrainte obtenues pendant la quatrième séquence ne sont pas superposées sur celles enregistrées pendant la deuxième et la troisième

séquence, ce qui nous conduit à dire que durant les cycles à amplitude de déformation maximale (1,5%), l'écrouissage cyclique ne se stabilise pas totalement ; un durcissement cyclique est alors observé. En effet, après 10 cycles de chargement, l'écrouissage est encore en croissance; il aurait fallu augmenter le nombre de cycles pour avoir une stabilisation, mais nous avons été gênés par le phénomène de flambement. Il a été constaté aussi précédemment qu'à amplitude de déformation élevée le 304L a une tendance de manifester un durcissement continu [Bayerlein et al., 1989; Taleb & Hauet, 2009; Colin et al., 2010].

Afin d'analyser l'effet du pré-écrouissage sur le comportement cyclique du matériau, une comparaison entre les courbes cycliques tracées pour chaque séquence de chargement a été effectuée. Les courbes cycliques ont été définies par les amplitudes de contrainte des cycles quasi-stabilisés pour chaque niveau de déformation. Le **Tableau III-1** présente les valeurs des contraintes de quasi-saturation exprimées en MPa pour chaque amplitude de déformation imposée. Il est à noter que pour les niveaux de déformation $\pm 1\%$ et $\pm 1,5\%$, l'amplitude de contrainte du dernier cycle a été considérée. Plusieurs méthodes peuvent être utilisées pour la détermination de la courbe cyclique, une explication des différents modes d'essai a été donnée dans le chapitre I (section I.2.3).

Test	Séquence (Sq)	Amplitude de déformation imposée						
		0,2%	0,3%	0,4%	0,5%	1%	1,5%	1,8%
PCA_1,8%	Sq1	228	261	285	298	366	x	491
	Sq2	287	338	370	397	451	x	x
	Sq3	287	334	359	375	432	x	x
PCA_1,5%	Sq1	224	257	279	295	378	446	x
	Sq2	271	319	348	372	418	x	x
	Sq3	271	316	339	353	415	481	x
	Sq4	283	339	375	402	455	x	x
PCA_1%	Sq1	221	253	274	289	366	x	x
	Sq2	247	284	307	329	X	x	x
	Sq3	247	279	297	309	370	x	x
	Sq4	252	289	313	334	X	x	x

Tableau III-1. Niveaux de contrainte stabilisés pour chaque palier de déformation imposée (en MPa).

Les figures **Fig III-5.a-c** représentent les courbes cycliques tracées pour les trois essais effectués PCA_1,8%, PCA_1,5% et PCA_1%. L'effet du pré-écrouissage est nettement observé sur les courbes cycliques de l'acier inoxydable 304L-EDF. Après l'exécution de la

première séquence à niveau de déformation croissant (notée A-B), le matériau pré-écroui manifeste un durcissement cyclique. La courbe cyclique n'est pas unique, la deuxième courbe correspondante à la séquence à niveau de déformation décroissante (notée B-C) présente un niveau de saturation plus élevé par rapport à celui enregistré pour la première. L'amplitude de contrainte stabilisée pour le niveau $\pm 0,5\%$ pré-écrouie, par exemple, est environ 24% plus élevée par rapport à celle enregistrée au même niveau lors de la première séquence sans pré-écrouissage.

Ces résultats sont cohérents par rapport à ceux rapportés dans la littérature sur le 316L par Chaboche et al. [**Chaboche J. L.**, 1979; **Chaboche J. L.**, 1981] avec différentes amplitudes maximales 1%, 2%, 2,5% et 3% et ainsi que ceux publiés par Taheri [**Taheri**, 1996] avec une amplitude maximale de 3,5%. Colin et al. [**Colin et al.**, 2010; **Colin et al.**, 2011] ont effectué des essais avec deux séquences à amplitude de déformation croissante et décroissante avec un niveau maximum de 2% sur deux nuances de 304L, la THY (Thyssen) et CLI (Creusot Loire Industrie). Le comportement cyclique manifesté par le 304L a été comparé à celui observé pour un alliage d'aluminium type 7075-T6. Il a été démontré que cet alliage possède une courbe cyclique unique et que la première séquence de chargement n'a aucun effet sur la réponse subséquente du matériau contrairement au comportement des deux nuances du 304L. Cette différence entre les réponses de divers matériaux peut être liée à la différence entre leurs énergies de faute d'empilement. En effet, pour les métaux cubiques à faces centrées, la facilité avec laquelle les dislocations peuvent se déplacer dépend de l'EFE du matériau. A la différence des métaux avec EFE élevée (tels que les alliages d'aluminium), le glissement planaire est prépondérant dans les métaux avec EFE faible (tels que les aciers inoxydables) et leur comportement cyclique dépend fortement de l'histoire de chargement du fait de la difficulté de restauration des structures de dislocations par glissement dévié.

Toutefois, nous nous sommes intéressés à cette caractéristique de la non unicité de la courbe cyclique du 304L par l'application d'autres séquences de déformation afin de vérifier si le matériau manifesterait toujours une nouvelle courbe cyclique sous l'effet de mémoire de déformation, ou, au contraire, il manifesterait une stabilité du comportement et sa courbe cyclique sera dans ce cas unique.

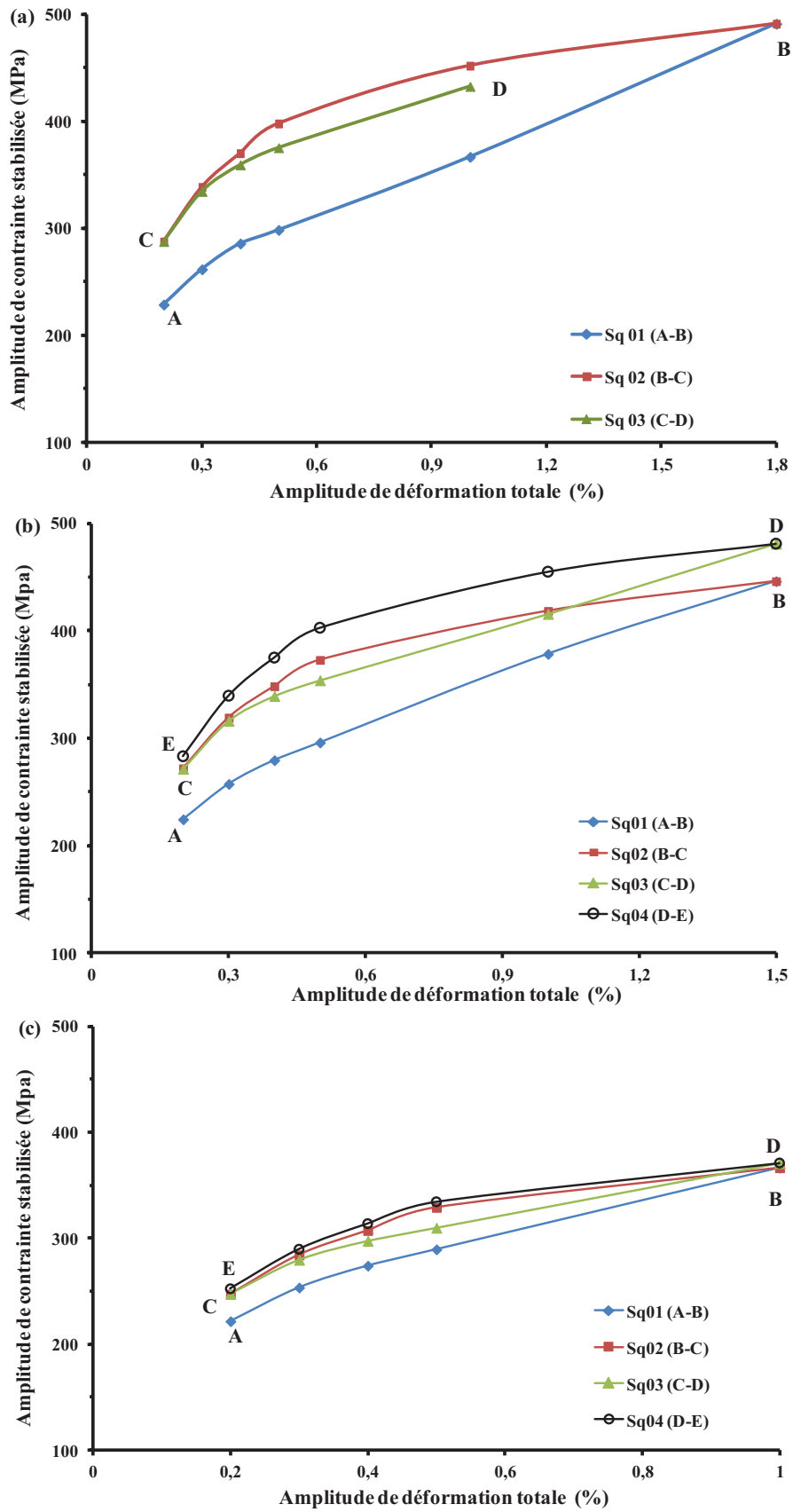


Fig III-5. Courbes cycliques obtenues au cours de (a) PCA_1,8%, (b) PCA_1,5% et (c) PCA_1%.

En effet, après l'exécution de la troisième et de la quatrième séquence de chargement, les résultats nous montrent une tendance du comportement cyclique du matériau à se stabiliser pour tendre vers une courbe cyclique asymptotique. Nous avons observé que la troisième courbe cyclique (notée C-D) est quasi superposée sur la seconde courbe notamment pour les niveaux de déformation inférieurs à 1 %. La quatrième courbe cyclique (notée D-E) se trouve au-dessus par rapport à la deuxième avec un écart significatif entre les deux courbes. Ce durcissement peut être lié à l'écrouissage additionnel du matériau manifesté durant les cycles du niveau maximum 1,5% dû probablement à la formation d'une nouvelle phase martensitique.

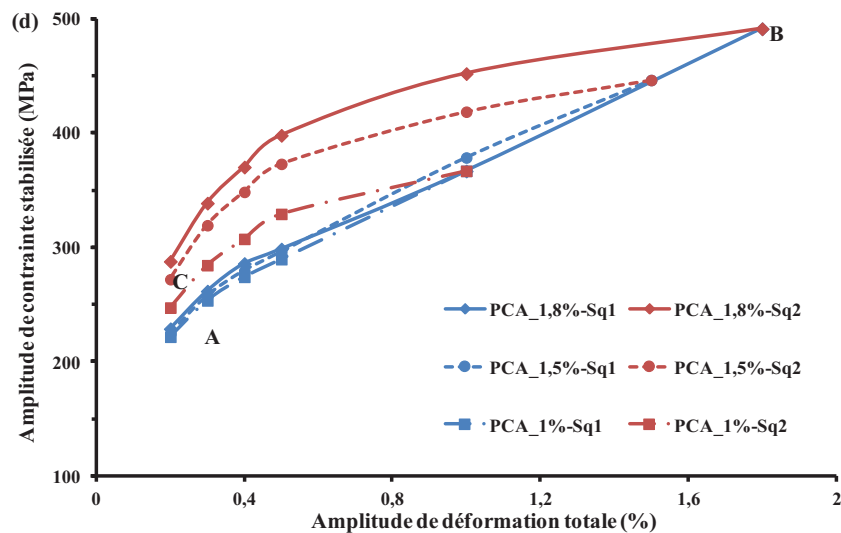


Fig III-6. Comparaison entre les deux premières courbes en fonction de l'amplitude max.

La dépendance de la courbe cyclique à l'histoire de chargement a été aussi confirmée pour les deux essais PCA_1,8% et PCA_1% (Fig III-5 a et c). La comparaison des courbes cycliques des deux premières séquences obtenues pour les trois essais (Fig III-6) montre que l'effet de mémoire de l'amplitude maximale de chargement augmente avec l'augmentation de cette amplitude. On constate que les deux premières courbes cycliques notées A-B et B-C respectivement convergent avec la réduction de l'amplitude de déformation maximale et le durcissement cyclique généré diminue. Par exemple, le durcissement observé pour le palier de déformation 0,4% est de l'ordre de 30% pour l'essai PCA_1,8% (la contrainte de saturation passe de 285 MPa à 370 MPa), 25% pour l'essai PCA_1,5% (la contrainte de saturation passe de 279 MPa à 348 MPa) et 11% pour l'essai PCA_1% (la contrainte de saturation passe de 274 MPa à 307 MPa).

Par conséquent, il semble que la courbe cyclique puisse être unique pour les faibles amplitudes de déformation. En effet, les résultats de [Tanaka et al., 1985; Murakami et al., 1989] sur le 316L montrent l'existence d'un seuil de déformation pour constater cet effet de mémoire d'amplitude. En effet, les essais réalisés avec une amplitude de déformation inférieure à 0,4% ont montré que les courbes cycliques du 316L étaient superposées. Cela est sans doute relié aux types de structures de dislocations générées au cours de la déformation. Une amplitude de déformation maximale élevée crée un état microstructural approximativement stable. Cette microstructure est formée principalement de cellules. L'application des niveaux de déformation inférieurs pendant la deuxième phase de chargement ne peut pas effacer complètement cette microstructure et par conséquent la courbe ne retrouve pas sa position initiale. Cependant, sous une amplitude de déformation maximale faible, des microstructures planaires sont créées permettant ainsi à la courbe cyclique de retrouver sa position après l'exécution de la deuxième séquence.

III.1.1.2 Chargement en torsion

Dans la suite des essais mécaniques, seule l'amplitude 1,5% est considérée. Dans cette section les courbes cycliques obtenues en torsion sont présentées. L'essai est noté PCT_1,5% et a été réalisé en quatre séquences de chargements. Tout comme les essais axiaux, les boucles d'hystérésis de contrainte de cisaillement-distorsion totale pour chaque séquence sont présentées (Fig III-7.a-d). Leurs évolutions durant le premier et le dernier cycle de chaque niveau de déformation sont présentées dans la figure Fig III-8.a-f.

L'observation des figures Fig III-9.a-f regroupant les évolutions des contraintes de cisaillement en fonction du nombre de cycles suggère les remarques suivantes :

- **Première séquence** : On peut observer un léger durcissement limité aux cinq premiers cycles pour les paliers de déformation équivalent $\pm 0,2\%$ et $\pm 0,3\%$, suivi par une saturation durant le reste des cycles. Une quasi-saturation est observée pour les niveaux $\pm 0,4\%$ et $\pm 0,5\%$. En revanche, un durcissement continu est observé pour les deux paliers d'amplitude $\pm 1\%$ et $\pm 1,5\%$;
- **deuxième séquence** : un adoucissement cyclique est observé pour les niveaux $\pm 0,2\%$, $\pm 0,3\%$, $\pm 0,4\%$ et $\pm 0,5\%$ (Fig III-9.a, b et d), limité aux cinq premiers cycles suivi par une saturation, l'adoucissement est moins remarquable pour le niveau $\pm 1\%$ (Fig III-9.e) ;

- **troisième séquence** : On observe une évolution stable des réponses pour les niveaux $\pm 0,2\%$, $\pm 0,3\%$, $\pm 0,4\%$ et $\pm 0,5\%$ (Fig III-9.a-d). Une tendance de saturation de réponse est observée pour le niveau $\pm 1\%$ (Fig III-9.e). Cependant, un durcissement cyclique continu est constaté pour le palier $\pm 1,5\%$ (Fig III-9.f).
- **quatrième séquence** : un adoucissement cyclique est observé pour tous les niveaux de déformation appliqués. Le comportement du matériau est similaire à celui observé pendant la deuxième séquence.

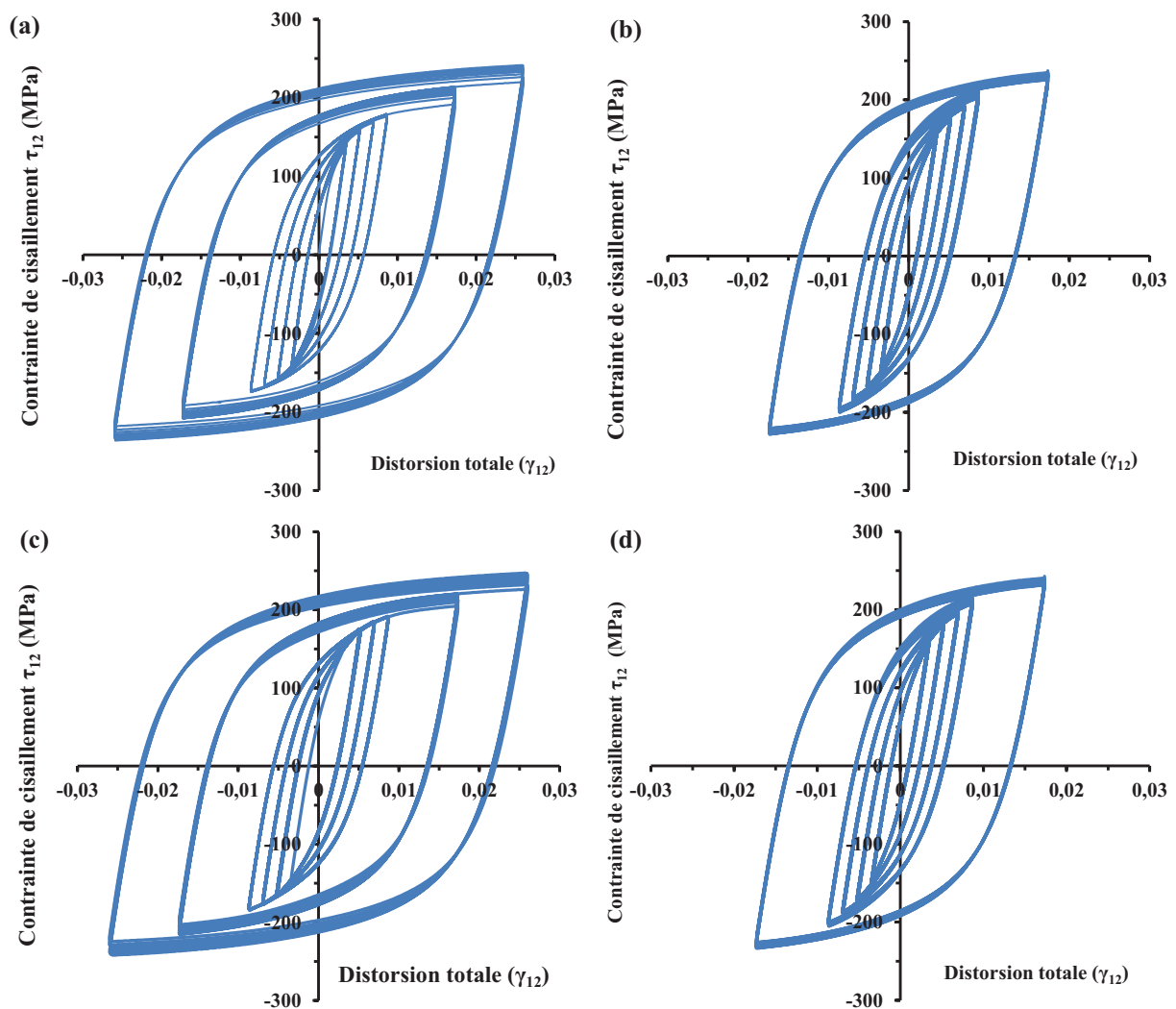


Fig III-7. Boucles d'hystérésis de contrainte-déformation pour l'essai PCA_1,5% (a) 1^{ère} séquence, (b) 2^{ème} séquence, (c) 3^{ème} séquence et (d) 4^{ème} séquence.

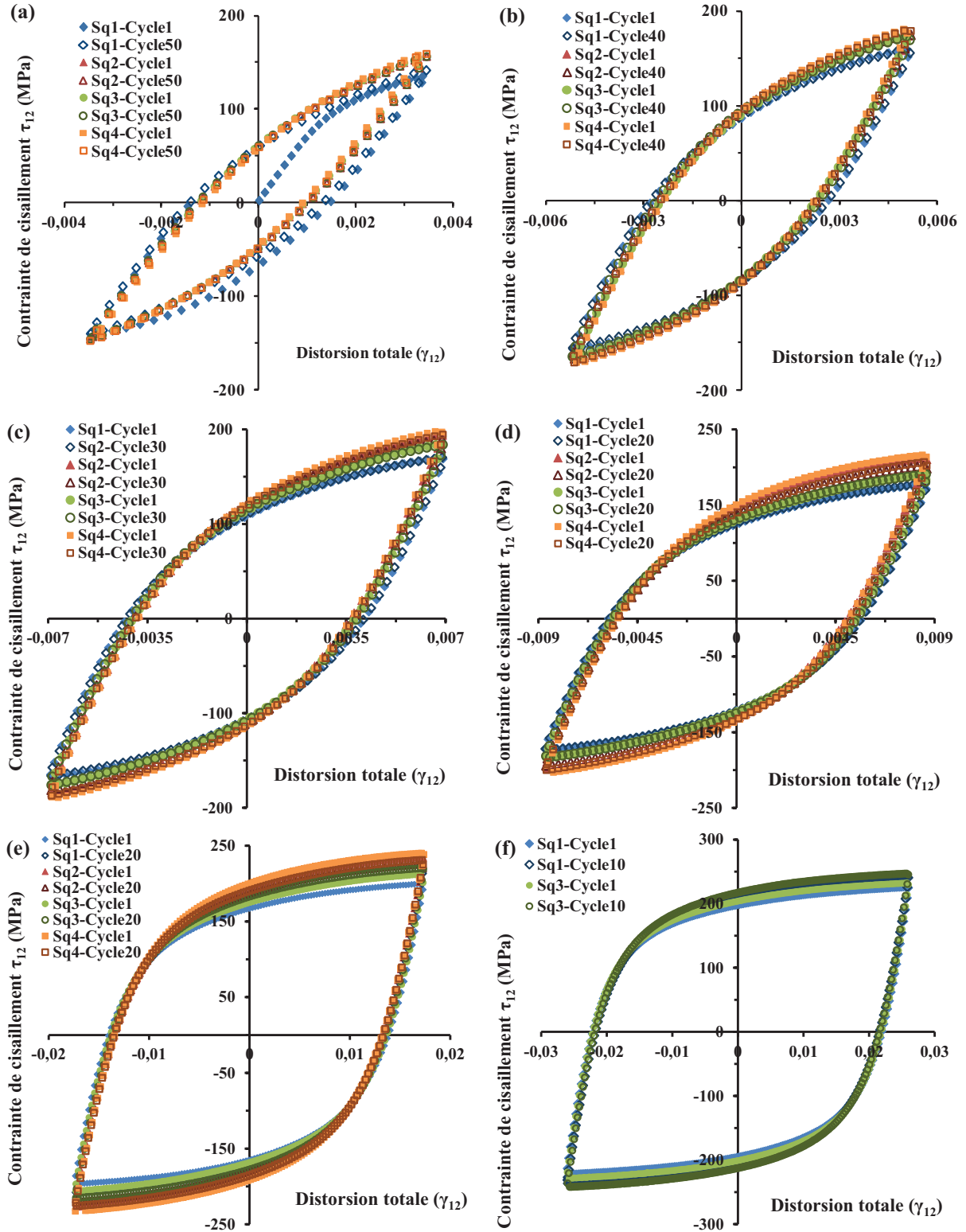


Fig III-8 : Boucle d'hystérésis contrainte de cisaillement-ditortion totale du premier et dernier cycle obtenues pendant l'essai PCT_1,5% pour chaque niveau de déformation équivalent en Von Mises : (a) $\pm 0,2\%$ (b) $\pm 0,3\%$ (c) $\pm 0,4\%$ (d) $\pm 0,5\%$ (e) $\pm 1\%$ (f) $\pm 1,5\%$.

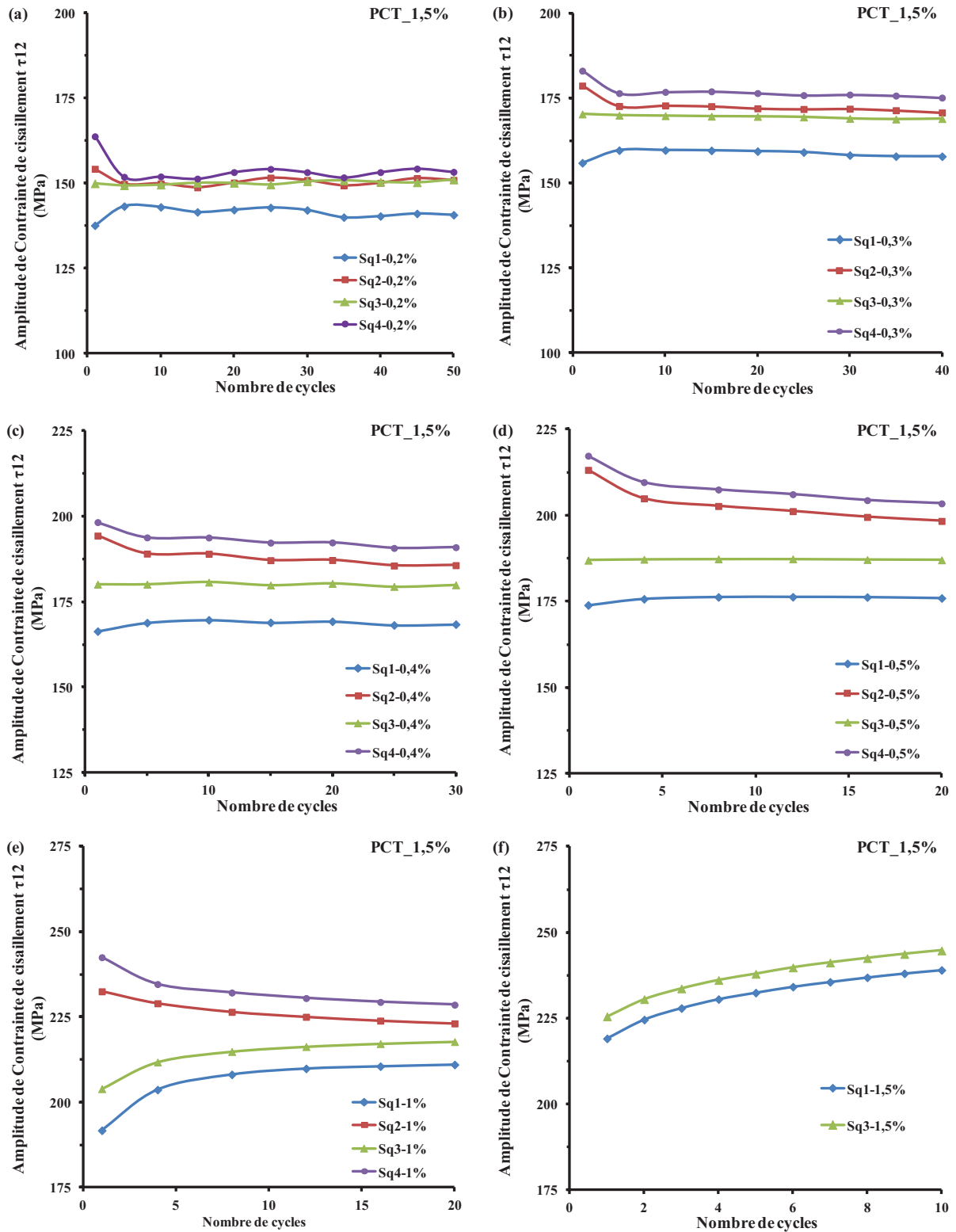


Fig III-9. Comparaison entre les niveaux de saturation des amplitudes de contrainte de cisaillement en fonction du nombre de cycles obtenus pour chaque niveau de déformation équivalent en Von Mises, (a) $\pm 0,2\%$ (b) $\pm 0,3\%$ (c) $\pm 0,4\%$ (d) $\pm 0,5\%$ (e) $\pm 1\%$ (f) $\pm 1,5\%$.

Les figures **Fig III-9.a-f** permettent de remarquer également qu'après un pré-écrouissage effectué pendant la première séquence, le matériau présente un durcissement cyclique semblable à celui manifesté dans le cas du chargement en traction-compression. Nous relevons un niveau d'amplitude de contrainte de cisaillement stabilisé plus élevé pendant la deuxième séquence. Par exemple, pour le niveau de faible déformation $\pm 0,3\%$, l'amplitude de contrainte de cisaillement stable passe d'environ 243 MPa à 261 MPa, soit un écart de 7% (**Fig III-9.a**). En ce qui concerne les niveaux de réponse obtenus pour les trois dernières séquences, une quasi-superposition des courbes à celles obtenues pendant la deuxième est observée, notamment pour les niveaux 0,2%, et 0,3% où l'écart entre les trois courbes est plus significatif en augmentant l'amplitude.

Tout comme dans le cas de la sollicitation axiale, l'effet du pré-écrouissage est observé sur les courbes cycliques dans le cas du chargement en torsion (**Fig III-10**). Avec l'absence de courbe cyclique unique, le matériau manifeste un durcissement cyclique après l'application des deux premières séquences. La courbe cyclique de la troisième et de la quatrième séquence sont pratiquement superposées sur la deuxième. La tendance de stabilité du comportement est donc confirmée aussi dans le cas du chargement en torsion.

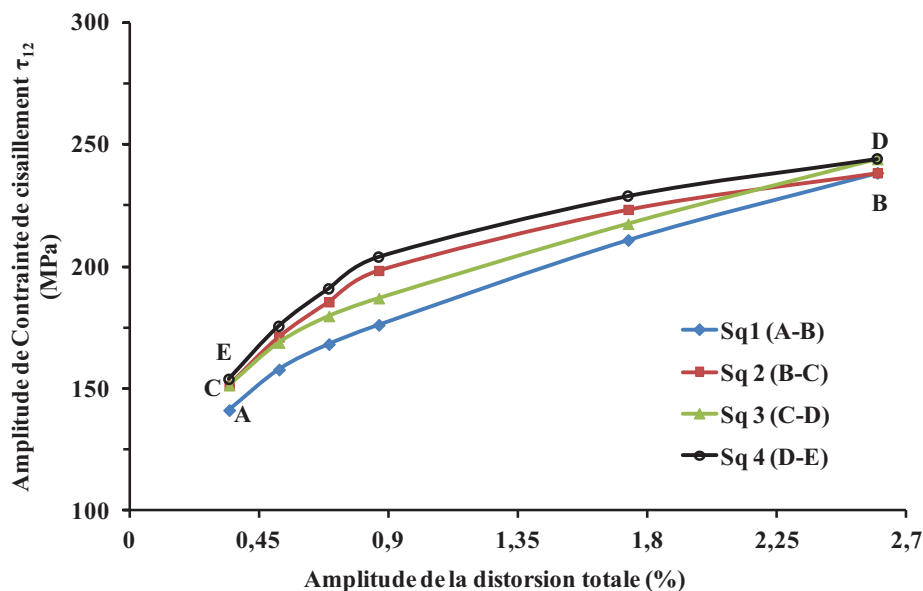


Fig III-10. Courbes cycliques obtenues durant les quatre séquences du chargement en torsion PCT_1,5%.

L'écart entre la deuxième et la quatrième courbe cyclique est relativement faible. Il semble que, contrairement au chargement axial (PCA_1,5%), la nuance EDF ne présente pas un

écrouissage additionnel important pour les niveaux maximums de déformation. L'écart entre les points du sommet B et D est faible. Cela est dû probablement au fait de l'absence de la phase martensitique induite par déformation ou bien sa formation en une quantité inférieure.

Une comparaison entre le comportement cyclique manifesté par la nuance 304L-EDF sous les deux types de directions de chargement axiale et en torsion équivalente de Von Mises est présentée dans la section suivante, notamment pour les courbes cycliques. Cette comparaison nous permettra d'évaluer l'effet de mémoire de déformation observé durant l'essai PCT_1,5% par rapport à l'essai axial PCA_1,5%.

III.1.1.3 Comparaison des courbes cycliques dans les deux directions du chargement

L'objectif de cette section est de comparer les courbes cycliques obtenues pour chaque direction de chargement. Les évolutions des amplitudes des contraintes équivalentes au sens du critère de Von Mises calculées pour le chargement en torsion (essai PCT_1,5%) sont comparées à celles obtenues pour le cas du chargement axial (essai PCA_1,5%). Les figures **Fig III-11.a-f** regroupent ces amplitudes pour chaque niveau de déformation appliqué durant les quatre séquences. Le détail des comparaisons est le suivant :

Séquence 01 : La nuance 304L-EDF manifeste un niveau de saturation de la contrainte plus élevé dans le cas du chargement en torsion par rapport à celui en axial pour les niveaux 0,2%, 0,3%, 0,4% et 0,5%. Néanmoins, l'écart entre les courbes diminue avec l'augmentation de l'amplitude de déformation totale. L'écart passe de 19 MPa pour le niveau 0,2% à 15 MPa pour le niveau 0,3%, 12 MPa pour le niveau 0,4% et 8 MPa pour le niveau 0,5%. Pour les amplitudes de déformation élevées 1% et 1,5%, nous constatons que le niveau de contrainte est supérieur pour les cinq premiers cycles dans le cas du niveau 1% puis l'avantage passe au chargement axial ou l'écart à saturation est d'environ 13 MPa.

Cependant, la courbe de l'évolution de l'amplitude de contrainte tracée pour le chargement en torsion se situe au-dessous par rapport à celle du chargement axial (pour les niveaux 0,2%, 0,3%, 0,4% et 0,5%). L'écart entre les deux courbes augmente en fonction du nombre de cycles appliqués, la courbe obtenue en torsion a tendance à se stabiliser tandis que la courbe axiale manifeste un durcissement continu. L'écart au sommet de chaque courbe est de 32 MPa (correspond à 7% de la contrainte en torsion).

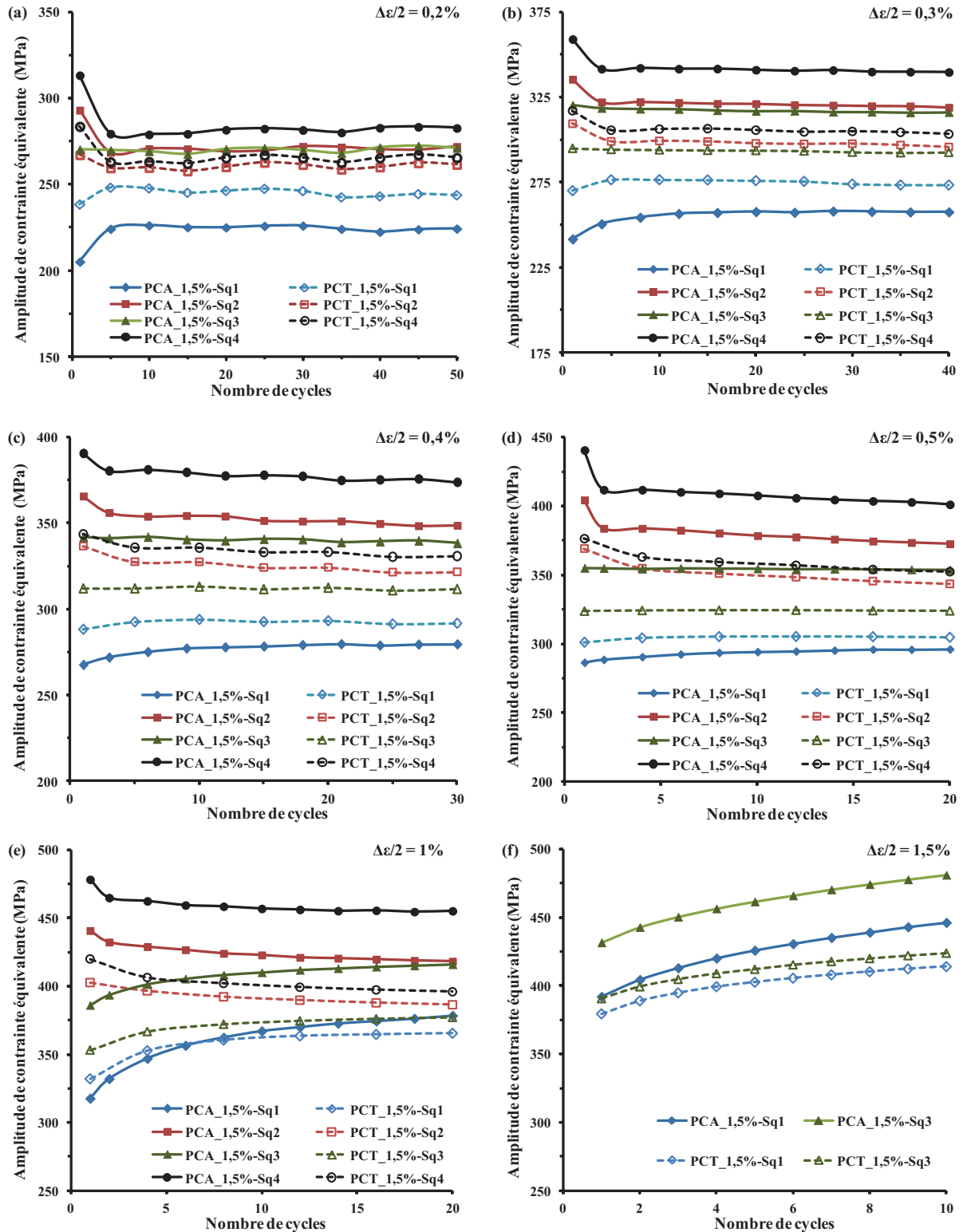


Fig III-11. Comparaison de l'évolution des amplitudes des contraintes équivalentes en fonction du nombre de cycles, ces courbes sont obtenues pour chaque niveau de déformation durant les essais PCA_1,5% et PCT_1,5%:

(a) 0,2%, (b) 0,3%, (c) 0,4%, (d) 0,5%, (e) 1% et (f) 1,5%.

Ces résultats permettent d'affirmer, qu'à faible amplitude de déformation totale imposée, l'érouissage généré par le chargement en torsion est plus élevé que celui généré par les cycles axiaux. Toutefois, à amplitude de déformation élevée, l'avantage passe pour le chargement axial, l'érouissage généré est plus important par rapport au premier cas.

Séquence 02 : L'érouissage généré par les cycles axiaux est plus important que celui généré par les cycles de torsion pour tous les niveaux de déformation. L'écart enregistré pour le niveau 1% est environ 32 MPa, 29 MPa pour le niveau 0,5% (correspond à 8% de la contrainte en torsion) et il diminue ensuite jusqu'à 10 MPa pour le niveau de déformation le plus faible 0,2%.

Séquence 03 : Nous remarquons durant cette séquence que la nuance EDF du 304L continue à manifester un érouissage cyclique plus élevé dans le cas des cycles axiaux par rapport aux cycles de torsion. Néanmoins, les écarts entre les deux courbes gardent les mêmes niveaux par rapport à ceux relevés pendant la séquence précédente pour les niveaux 0,2%, 0,3%, 0,4% et 0,5%. En effet, à partir du niveau 1%, l'écart entre les deux courbes augmente de 7 MPa (39 MPa au lieu de 32 MPa) et de 25 MPa pour le niveau 1,5% (57 MPa au lieu de 32 MPa). Cela atteste que la réponse du matériau ne s'est pas complètement stabilisée pour les deux derniers niveaux de forte amplitude de déformation.

Séquence 04 : Le matériau continue de manifester un niveau d'érouissage plus élevé en direction axiale. Nous observons également durant cette séquence que l'écart augmente avec l'augmentation de l'amplitude de déformation. Sa valeur passe de 17 MPa pour le niveau 0,2% à 59 MPa pour le niveau de forte amplitude de déformation 1%.

La comparaison des courbes cycliques tracées pour chaque séquence de chargement est illustrée dans les figures **Fig III-12.a-e** pour les deux essais PCA_1,5% (courbes en trait continu) et PCT_1,5% (courbes en trait discontinu). Une première observation semble indiquer une légère anisotropie du comportement cyclique de cette nuance du 304L entre les deux différentes directions de chargement (avec l'hypothèse d'adéquation du critère de Von Mises). Les courbes cycliques correspondantes à chaque séquence ne sont pas identiques. Cette comparaison nous permettra d'évaluer ainsi l'effet de la mémoire d'amplitude de déformation maximale sur le comportement dans chaque direction.

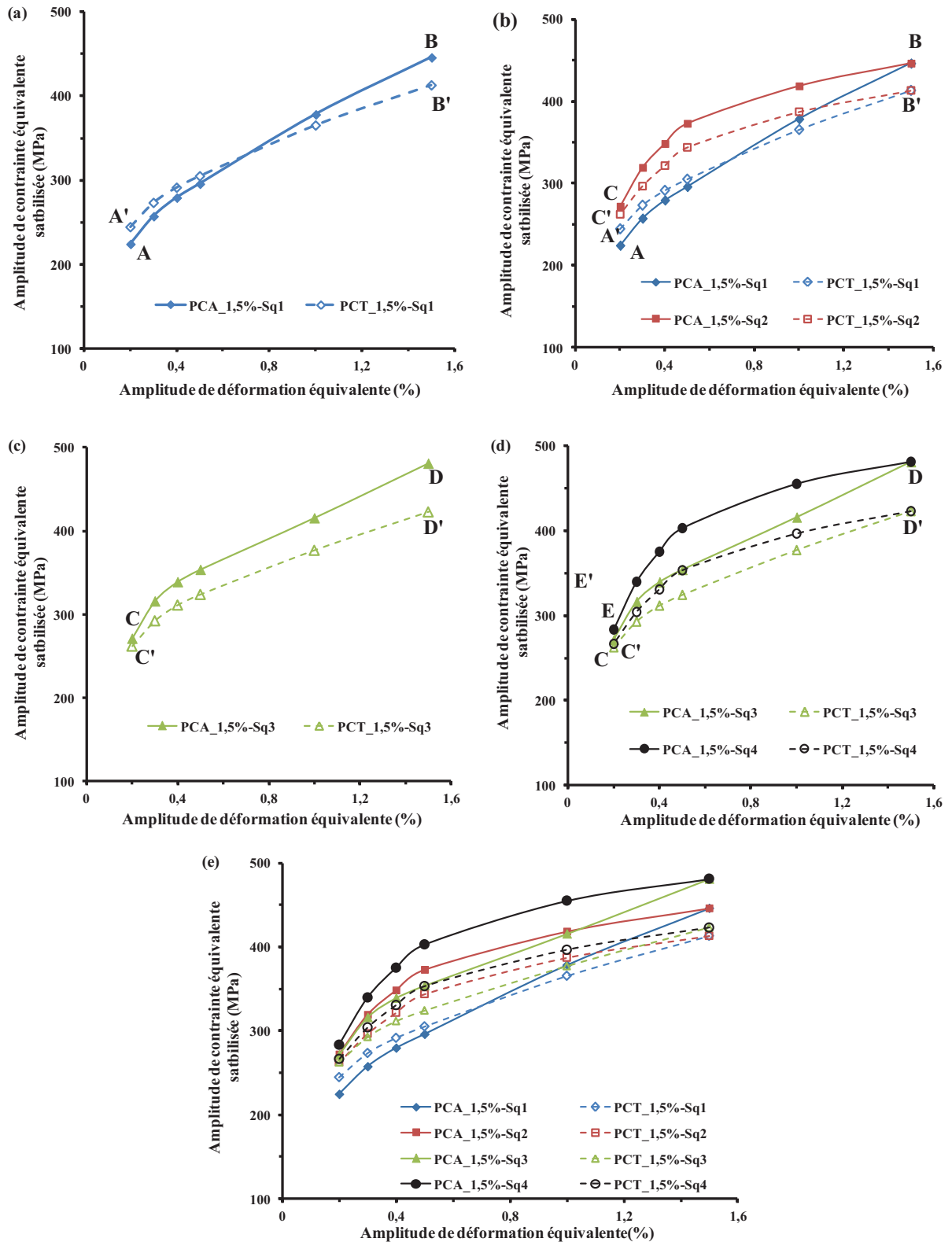


Fig III-12. Comparaison entre les courbes cycliques obtenues pour chaque séquence de chargement dans les deux directions axiale et en torsion : (a) séquence 1, (b) les séquences 1 et 2, (c) séquence 3, (d) les séquences 3 et 4 et (e) comparaison globale de toutes les courbes cycliques.

Cet effet de mémoire est observé dans les deux types de chargement. Le matériau présente un durcissement cyclique après l'exécution de la deuxième séquence. Néanmoins, cet effet est plus important dans la direction axiale. Pour le niveau de faible amplitude $\pm 0,2\%$, l'amplitude de contrainte stable passe d'environ 224 MPa à 272 MPa dans la direction axiale soit donc un décalage de 48 MPa, tandis que pour le deuxième cas du chargement, l'amplitude de contrainte stable passe d'environ 243 MPa à 261 MPa, soit un décalage de 18 MPa (**Fig III-12.b**).

A la fin de la troisième séquence (**Fig III-12.c et e**), la nuance 304L-EDF manifeste un écrouissage cyclique additionnel dans la direction axiale, un écart d'environ 35 MPa a été enregistré entre les deux points B et D. Dans le cas du chargement en torsion, le point D' coïncide avec le point B'. En ce qui concerne la quatrième séquence, le 304L-EDF manifeste une stabilité de comportement pour le chargement en torsion, la courbe correspondante à cette phase de l'essai est parfaitement superposée sur celle de la deuxième séquence. Par contre, un durcissement cyclique du matériau est toujours observé dans le cas des courbes axiales. Néanmoins, ce durcissement est inférieur au premier durcissement manifesté par le matériau durant la deuxième séquence. Cette observation semble indiquer que le matériau a tendance à obtenir une courbe cyclique asymptotique lors d'une augmentation du nombre de séquences appliquées, notamment en torsion.

Cette anisotropie du comportement cyclique constatée entre les deux directions du chargement est liée probablement aux aiguilles de ferrite et inclusions résiduelles observées par EBSD (section **II.1**) sur les barres brutes. On peut penser aussi à un facteur de forme des éprouvettes utilisées, pleines en axial et tubulaires en torsion.

III.1.2 EFFET DU PRE-ECROUISSAGE SUR LA DUREE DE VIE EN FATIGUE

Après avoir étudié l'effet du pré-écrouissage sur le comportement cyclique et la courbe cyclique de la nuance 304L-EDF, cette partie a pour objectif d'évaluer l'effet d'un pré-écrouissage sur le comportement et la durée de vie en fatigue de cette nuance. Les études effectuées antérieurement sur le 304L, indiquent qu'un pré-écrouissage cyclique a un effet pénalisant sur la durée de vie en déformation imposée, alors que, sous un chargement à contrainte imposée, le matériau pré-écroui présente des durées de vie plus longues que celles

obtenues pour un matériau vierge [Colin et al., 2010; Kpodekon, 2010; Colin et al., 2011; Taheri et al., 2011].

Les essais réalisés consistent à soumettre les éprouvettes à des cycles de pré-écrouissage séquentiels (tels que décrits dans la section III.1) avant l'application des cycles de fatigue. Le choix de ce type de chargement est justifié par la possibilité d'un retour progressif à un état de zéro contrainte et zéro déformation à la fin du processus du pré-écrouissage. Ce type de chargement permet d'effectuer les cycles de fatigue à zéro contrainte moyenne, ce qui rend possible l'étude des effets du pré-écrouissage isolés.

Nous nous intéressons dans cette partie à l'effet de l'amplitude du pré-écrouissage (PCA_1,5% ou PCA_1%) et à l'effet de la direction du pré-écrouissage axial (PCA_1,5%) ou en torsion à une amplitude de déformation équivalente selon le critère de von Mises (PCT_1,5%) sur la durée de vie en fatigue en traction-compression. Les durées de vie seront comparées à celles obtenues pour le matériau vierge.

III.1.2.1 Effet de l'amplitude du pré-écrouissage

Tout d'abord, un essai de référence sur éprouvette vierge a été réalisé en traction-compression sous déformation imposée à une amplitude de 0,226%. Le choix de cette amplitude de déformation est lié à la zone de transition entre la première région et le quasi-plateau sur la courbe de la contrainte stabilisée en fonction de l'amplitude de la déformation plastique imposée (voir section I.4.2). Deux essais ont ensuite été effectués sur des éprouvettes pré-écrouies. La phase de pré-écrouissage a été réalisée en chargement séquentiel à PCA_1,5% et PCA_1% avant l'application des cycles de fatigue.

Les figures Fig III-13.a-c présentent l'évolution des boucles d'hystérésis au début, à mi-durée de vie et proche de la rupture au cours des essais de fatigue. La comparaison des trois premières boucles des essais avec pré-écrouissage met en évidence un adoucissement du matériau. L'ensemble des boucles est parfaitement symétrique attestant de l'absence des contraintes moyennes durant les essais. La figure Fig III-13.d illustre une comparaison des boucles à mi-durée de vie pour les trois essais. L'effet du pré-écrouissage est visible à travers une augmentation de la contrainte maximale et minimale (valeur absolue). Cet effet se traduit aussi par une faible déformation plastique. L'augmentation de l'amplitude de pré-écrouissage diminue la déformation plastique, les boucles d'hystérésis sont de plus en plus aplaties. Nous

pouvons remarquer aussi que la partie viscoplastique des boucles du matériau pré-écroui est très faible par rapport aux celles du matériau vierge.

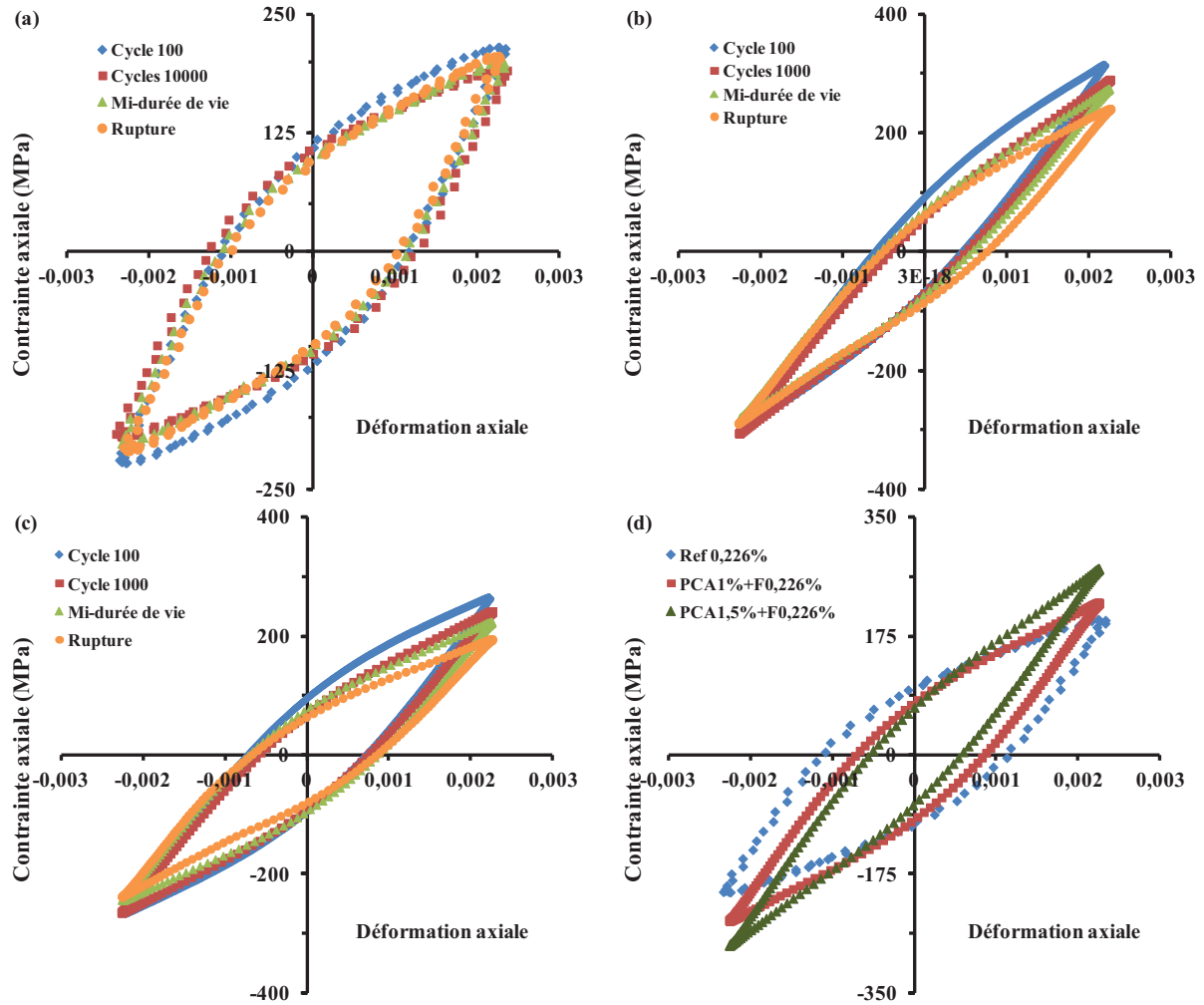


Fig III-13. Evolutions et comparaisons des boucles d’hystérésis obtenues durant les essais de fatigue à 0,226% : (a) essai de référence, (b) essai avec pré-écrouissage PCA_1,5%, (c) essai avec pré-écrouissage PCA_1% et (d) comparaison des boucles à mi-durée de vie (cycles stabilisés) pour les trois essais.

La figure **Fig III-14** représente les évolutions des amplitudes de contrainte en fonction du nombre de cycles. Le comportement manifesté par les éprouvettes pré-écrouies est différent de celui présenté par l’éprouvette vierge. Le matériau pré-écroui manifeste un adoucissement cyclique jusqu’à la rupture. Déterminer une zone de saturation sur les courbes correspondantes est néanmoins difficile notamment pour l’essai avec pré-écrouissage PCA_1%. Par ailleurs, le matériau vierge présente un durcissement secondaire avec une zone de cycles stabilisés très marquée. En ce qui concerne les niveaux de contrainte, les

éprouvettes pré-écrouies présentent des amplitudes de contrainte supérieures à celles obtenues pour l'éprouvette vierge. Cependant, leurs durée de vie est plus faible comparativement à celle du matériau vierge qui était environ 341000 cycles.

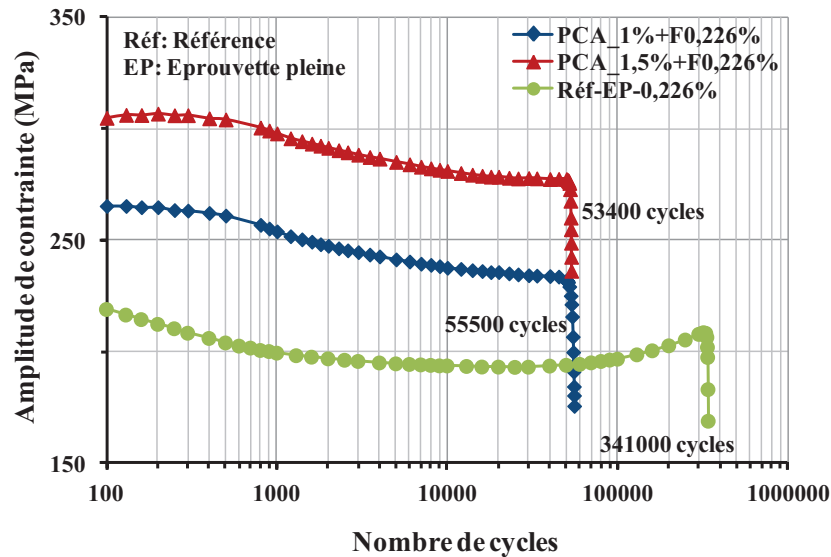


Fig III-14. Evolution des amplitudes de contraintes en fonction des nombre de cycle durant les essais de fatigue à 0,226%.

En effet, les durées de vie en fatigue ont été sensiblement réduites par le pré-écrouissage. La durée de vie enregistrée pour un pré-écrouissage PCA_1% est 55600 cycles, tandis que pour un pré-écrouissage PCA_1,5% la durée de vie obtenue est 53400 cycles. La réduction de la durée dans les deux cas est d'environ 84%, il semble donc qu'une augmentation de 0,5% de l'amplitude du pré-écrouissage n'a pas d'influence sur la durée de vie en fatigue du 304L. En effet, la différence entre les durées de vie obtenues n'est pas significative par rapport à la dispersion des données observées généralement dans les essais de fatigue. Il serait néanmoins nécessaire d'étudier l'effet d'un pré-écrouissage d'amplitude de déformation plus importante pour statuer sur l'effet de ce paramètre sur la durée de vie en fatigue.

L'adoucissement cyclique des éprouvettes pré-écrouies a été observé auparavant sur le même matériau pré-déformé en traction monotone à 14% [Le Pécheur et al., 2012] et [Kpodekon, 2010], cyclique à 2% [Colin et al., 2010] et à 1,8% [Kpodekon, 2010] et aussi sur des tôles travaillées à froid (laminage) [Ganesh Sundara Raman & Padmanabhan, 1996]. Une tentative pour expliquer ce phénomène est présentée dans la section microstructurale (section IV.1.2).

III.1.2.2 Effet de la direction de chargement à amplitude équivalente

Compte tenu des deux directions de chargement utilisées pour la phase de pré-écrouissage, il est possible d'étudier l'effet de la direction de pré-écrouissage (axiale ou torsion) pour une amplitude de déformation maximale équivalente identique (1,5%) sur la durée de vie en fatigue axiale du 304L. Les résultats présentés dans cette section concernent des essais de fatigue effectués sous une amplitude de déformation de 0,226%.

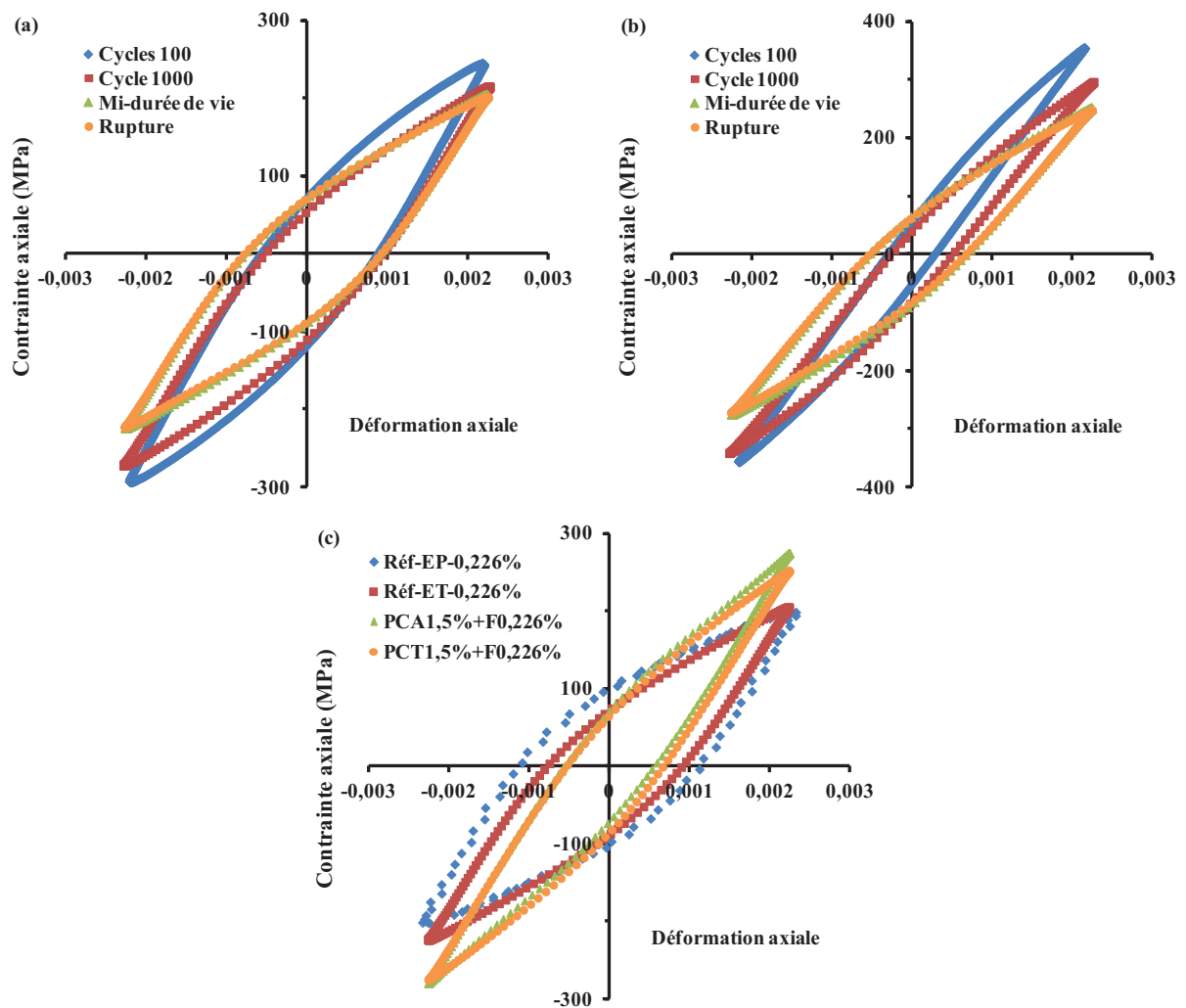


Fig III-15. Evolutions et comparaisons des boucles d'hystérésis obtenues durant les essais de fatigue à 0,226% : (a) essai de référence sur éprouvette tubulaire, (b) essai avec pré-écrouissage PCT_1,5%, (c) comparaison des boucles à mi-durée de vie (cycles stabilisés) pour les essais sur éprouvettes tubulaires et pleines.

Les évolutions des boucles d'hystérésis sont présentées dans les figures **Fig III-15.a-b** pour les essais effectués sur les éprouvettes tubulaires. Les évolutions des boucles pour les essais

de fatigue sur éprouvettes pleines ont été présentées dans la section précédente. Une comparaison des boucles à mi-durée de vie est présentée pour les quatre essais (Fig III-15.c). L'effet du pré-écrouissage en torsion est parfaitement visible avec une augmentation des la contrainte maximale et minimale (valeur absolue) et une diminution de la déformation plastique est observée sur la boucle correspondante (Fig III-15.c). Nous pouvons constater que cette dernière est pratiquement superposée à celle tracée pour l'essai de fatigue après pré-écrouissage axial (PCA_1,5%). La déformation plastique est a priori équivalente pour les deux types de pré-écrouissage.

Par ailleurs, nous pouvons noter que l'essai de référence sur éprouvette tubulaire présente une contrainte moyenne négative significative au cours des premiers cycles de l'essai (d'une valeur d'environ - 30 MPa) qui s'annule vers la fin de l'essai (Fig III-15.a). Cette différence de contrainte moyenne peut influencer le comportement cyclique et la durée de vie du 304L.

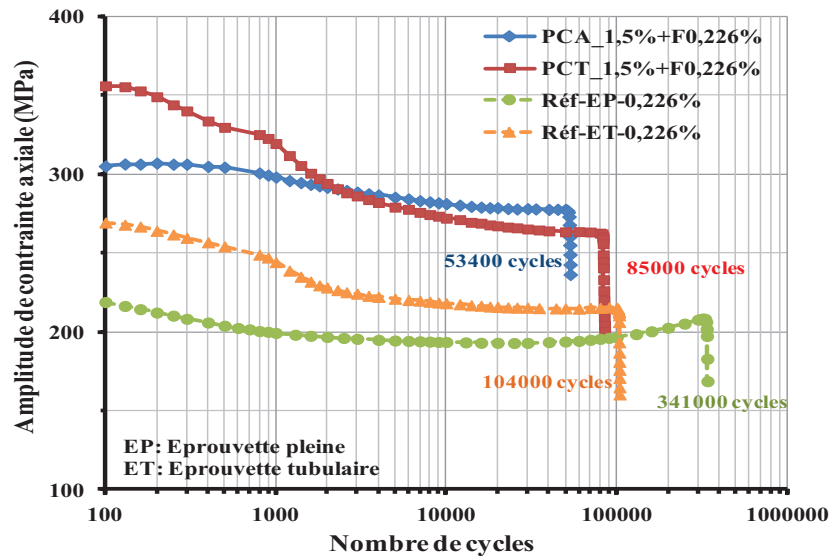


Fig III-16. Evolution des amplitudes de contrainte en fonction du nombre de cycles durant les essais de fatigue à 0,226%.

Les évolutions des amplitudes de contrainte en fonction du nombre de cycles (Fig III-16) montrent que l'éprouvette pré-écrouie en torsion manifeste un adoucissement cyclique continu jusqu'à rupture. Ce comportement est plus marqué par rapport à celui présenté par l'éprouvette pré-écrouie en traction-compression. Dans le cas du pré-écrouissage en torsion, le niveau d'amplitude de contrainte est supérieur, durant les 2000 premiers cycles, à celui obtenu pour le pré-écrouissage en traction-compression. Ensuite, il devient inférieur pour le reste des

cycles. Nous pouvons aussi remarquer que la durée de vie obtenue sur éprouvette pré-écrouie en torsion (environ 85000 cycles) est légèrement plus longue que celle obtenue pour l'éprouvette pré-écrouie en traction-compression (environ 53400 cycles).

En ce qui concerne les essais de référence, les éprouvettes non écrouies présentent un comportement différent. Nous observons un niveau de contrainte plus élevé pour l'éprouvette tubulaire durant tous les cycles par rapport à l'éprouvette pleine. Les deux types d'éprouvettes présentent un adoucissement cyclique suivi d'une saturation cependant moins marquée pour l'éprouvette pleine. Ensuite, et contrairement à l'essai sur éprouvette pleine, l'essai sur éprouvette tubulaire n'a pas manifesté un durcissement secondaire avant la rupture. La durée de vie obtenues sur éprouvette tubulaire (Réf-ET-0,226% : environ 100400 cycles) est plus faible que celle obtenue sur éprouvette pleine (Réf-EP-0,226% environ 341000 cycles). Cette différence du comportement élasto-plastique est due probablement à la présence de la contrainte moyenne durant l'essai sur éprouvette tubulaire mais aussi à un facteur lié à la géométrie des éprouvettes ainsi qu'une probable modification microstructurale plus marquée pour les éprouvettes tubulaires, ces dernières nécessitant un usinage plus complexe. Il est important de rappeler que, dans le cas de la nuance 304L-EDF, aucun traitement thermique n'a été effectué sur les éprouvettes après usinage pour conserver la microstructure initiale du matériau afin d'obtenir un état proche de celui en service. Une étape de traitement thermique, préalable aux essais et postérieure à l'usinage des éprouvettes, aurait sans doute permis de réduire cette différence de comportement entre les deux types d'éprouvettes.

Malgré cette différence de comportement, l'effet du pré-écrouissage sur la durée de vie en fatigue semble être plus pénalisant dans la direction axiale (PCA_1,5%+F0,226%) par rapport à la torsion (PCT_1,5%+F0,226%). La réduction de la durée de vie enregistrée pour un pré-écrouissage axial PCA_1,5% est de 84% contre 18% pour le pré-écrouissage en torsion PCT_1,5%.

III.1.2.3 Evaluation d'une méthode simplifiée du cumul de dommage

Cette partie du travail est consacrée à l'évaluation de la méthode de cumul de dommage proposée par Taheri [Taheri, 1996] pour la prise en compte de l'effet du pré-écrouissage et la prédiction de la durée de vie en fatigue. Cette méthode, implémentée dans le code_Aster, code de calcul des structures développé par EDF, permet de prendre en compte l'ordre d'application

des cycles à différentes amplitudes de chargement. Dans cette méthode l'effet de séquence vient de la plasticité, et donc elle est essentiellement utile pour les aciers inoxydables austénitiques qui présentent un effet de charge maximal. C'est une méthode conservative, elle s'applique à des chargements en déformation imposée et nécessite des données de la courbe de Manson-Coffin. Plus de détails sont donnés dans la section I.3.6.

a) Rappel et définition de la méthode

L'évaluation de la méthode consiste à comparer les durées de vie en fatigue entre deux amplitudes de déformation équivalentes, sur un matériau pré-écroui et un autre vierge. La figure Fig III-17 montre la courbe cyclique contrainte-déformation pour le 304L discutée au début du chapitre.

Pour une amplitude de déformation ϵ_a donnée, l'amplitude de la contrainte correspondante est σ_a sur la courbe A-B (point P1) et σ'_a sur courbe B-C (point P2). Pour cette dernière amplitude de contrainte, l'amplitude de déformation correspondante sur la courbe A-B est (point P3) ϵ'_a .

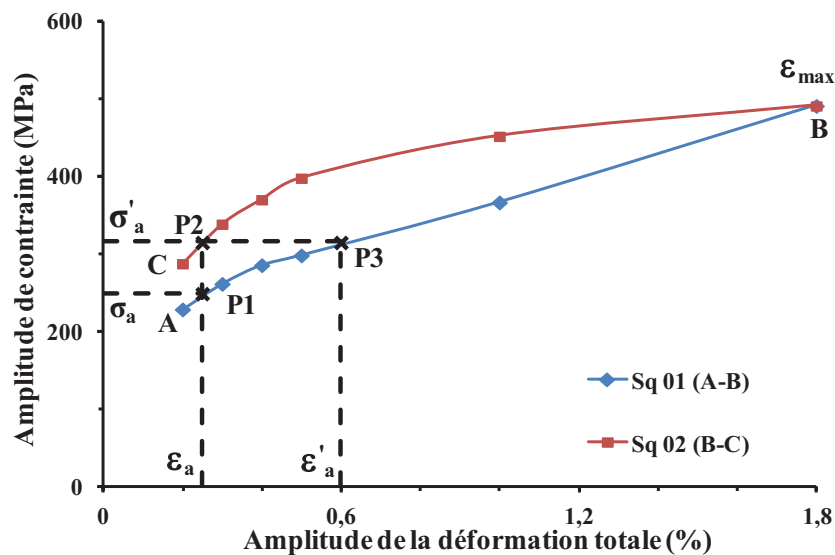


Fig III-17. Courbe cyclique contrainte-déformation tracée pour l'essai PCA_1,8%.

La méthode du cumul de dommage proposé par Taheri suggère qu'entre deux états stabilisés ayant la même amplitude de déformation (les points P1 et P2), l'endommagement cumulé est plus grand pour le cas de l'amplitude de contrainte la plus élevée (point P2). Par le

même raisonnement, pour deux états stabilisés ayant des amplitudes de contrainte identiques, l'endommagement cumulé au point P3 est rigoureusement supérieur à celui du point P2, l'amplitude de la déformation totale mais aussi de la déformation plastique sont inférieures en P2 par rapport à P3.

Autrement dit, un matériau pré-écroui chargé sous une amplitude de déformation ε_a a une durée de vie en fatigue plus longue que celle d'un matériau vierge chargé à une amplitude ε'_a plus élevée que la première. Ce qui signifie que l'endommagement durant un essai sans pré-écrouissage à l'amplitude ε'_a est supérieur à celui avec pré-écrouissage ε_a . Pour obtenir une prédiction conservative de la durée de vie en fatigue, le point P2 est remplacé par P3 et le cumul de dommage est donné par la méthode simplifiée sous déformation contrôlée en présence de pré-écrouissage comme suit:

$$D = N(\varepsilon_a) / N_f(\varepsilon'_a) + N(\varepsilon_{\max}) / N_f(\varepsilon_{\max}) \quad \text{EQ III-1}$$

où N est le nombre de cycles appliqués, et N_f est le nombre de cycles jusqu'à la rupture. Plus important encore, cette méthode ne devrait pas être trop conservative et donc ne pas surestimer l'effet du pré-écrouissage.

b) Résultats des essais de fatigue sur éprouvettes vierges

Cette méthode indique que la durée de vie en fatigue d'une éprouvette vierge sous une amplitude de déformation ε'_a est égale ou inférieure à celle d'une éprouvette pré-écrouie sollicitée en fatigue sous une amplitude ε_a . Notre objectif ici est de vérifier cette méthode en complétant les résultats de Kpodekon [Kpodekon, 2010], où deux essais de fatigue ont été effectués en considérant deux amplitudes de déformation 0,2% et 0,226% sur des éprouvettes pré-écrouie à une amplitude de déformation de 1,8%. Selon la méthode de détermination des amplitudes équivalentes décrite précédemment (Fig III-17), les amplitudes de déformation de 0,4% et de 0,444% correspondent respectivement aux amplitudes des cycles de fatigue effectués à 0,2% et à 0,226% sur les éprouvettes pré-écrouies à 1,8%.

L'évolution des amplitudes de contrainte obtenues durant les essais de fatigue est représentée dans la figure Fig III-18. Les durées de vie enregistrées pour les amplitudes de déformation 0,2% et 0,226% pour un matériau pré-écroui sont respectivement 109500 et 25000 cycles. En ce qui concerne les essais effectués sur matériau vierge à des amplitudes de

déformation équivalentes 0,4% et 0,444%, les durées de vie obtenues étaient respectivement 11000 et 7400 cycles. D'après la méthode de Taheri, les durées de vie à rupture des essais avec pré-écrouissage devraient donc, dans le cas idéal, correspondre à celles des essais d'amplitude équivalente 0,4% et 0,444%.

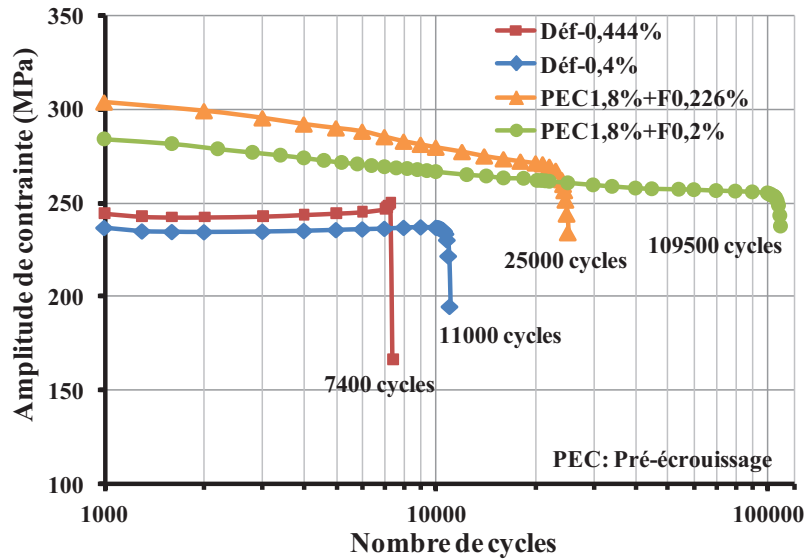


Fig III-18. Essai de fatigue sur matériau vierge.

Par conséquent, d'après les résultats obtenus, la méthode peut être considérée comme trop conservatrice car elle surestime l'effet du pré-écrouissage sur les durées de vie. Cependant en ayant à l'esprit la disparité expérimentale dans ce type d'essais, le résultat peut être considéré comme satisfaisant. On peut également penser que la prise en compte d'une courbe cyclique « saturée » ira dans le sens d'une amélioration des résultats.

III.1.3 CONCLUSION ET NOUVEAUX ESSAIS

Les essais cycliques séquentiels à déformation imposée réalisés avec des paliers d'amplitude croissante/décroissante montrent que la courbe cyclique n'est pas unique pour cette nuance 304L-EDF. Lors de la deuxième séquence où l'amplitude de déformation est décroissante, la courbe cyclique se situe au-dessus de celle obtenue après la première séquence où l'amplitude de déformation est croissante. Cependant, lors des trois dernières séquences le 304L a tendance à obtenir une courbe cyclique asymptotique, l'écrouissage semblant se stabiliser et les courbes cycliques sont superposées à celle de la deuxième séquence. Toutefois, nous pouvons remarquer l'existence d'un seuil de déformation, sans

doute lié à l'apparition des structures de dislocations denses telles que les amas et les cellules, en dessous duquel la courbe cyclique est unique à faible amplitude de déformation.

La comparaison des courbes cycliques obtenues dans les deux directions de chargement différentes (axiale et en torsion) montre que l'érouissage généré par la direction axiale est plus important que celui obtenu en torsion. La stabilité des courbes cycliques à la fin du chargement est plus marquée en torsion.

Les essais de fatigue réalisés sur éprouvettes vierges et pré-écrouies montrent que l'acier inoxydable 304L est très sensible aux effets du pré-écrouissage tout en s'affranchissant des problèmes de contrainte et déformation moyenne pouvant être générés par la phase de pré-écrouissage. Les durées de vie du matériau pré-écroui ont été sensiblement réduites par rapport au matériau non-écroui. Cependant, l'augmentation de l'amplitude du pré-écrouissage de 1% à 1,5% semble avoir un effet très faible sur la durée de vie en fatigue pour les niveaux étudiés. Par contre, la direction des cycles du pré-écrouissage a un effet remarquable sur le comportement du matériau durant les cycles de fatigue. Les niveaux de contrainte des éprouvettes pré-écrouies en torsion sont plus élevés par rapport aux éprouvettes pré-écrouies en traction-compression avec un adoucissement très marqué et cela jusqu'à rupture. Cependant, le pré-écrouissage axial était plus endommageant que celui en torsion. La méthode simplifiée du cumul d'endommagement proposée par Taheri s'avère conservative.

Le comportement cyclique observé de la nuance 304L-EDF a montré une légère anisotropie entre les deux directions du chargement appliqués : axiale et torsion. Cette anisotropie peut être liée à la présence des aiguilles de ferrite et des inclusions résiduelles et peut être induite par les procédés de fabrication. On peut penser aussi à un facteur de forme des éprouvettes pleines dans le cas du pré-écrouissage axial et tubulaires en torsion.

Afin d'étudier l'effet du pré-écrouissage pour des directions de chargement différentes sur le comportement en fatigue de l'acier inoxydable 304L tout en évitant les effets de forme d'éprouvette et de procédés de fabrication, une seconde campagne d'essais a été réalisée. Nous avons ainsi utilisé une nouvelle nuance Thyssen du 304L procurée dans le commerce que nous avons noté 304L-Com. Toutes les éprouvettes ont une forme tubulaire. De plus, Elles furent traitées thermiquement pour minimiser les contraintes résiduelles liées à l'usinage.

III.2 COMPORTEMENT CYCLIQUE ET EFFET DU PRE-ECROUISSAGE SUR LA NUANCE 304L-COM

Pour cette seconde partie du travail, deux types de pré-écrouissage sont considérés. Des cycles séquentiels en traction-compression ou bien en torsion avec une amplitude équivalente de 1,5% ont été effectués comme cycles de pré-écrouissage. Des essais de fatigue en traction-compression ont ensuite été réalisés sur des éprouvettes vierges et d'autres pré-écrouies pour trois niveaux d'amplitude de déformation imposée 0,22%, 0,36% et 0,5%. Ces amplitudes de déformation sont liées aux zones de transition entre les trois régions représentant les structures de dislocations sur la courbe de la contrainte stabilisée en fonction de l'amplitude de la déformation plastique imposée (section **I.4.2**). Une comparaison du comportement du matériau et l'effet du pré-écrouissage a été effectuée en fin de section.

III.2.1 DEPENDANCE DE LA COURBE CYCLIQUE DANS DEUX DIRECTIONS DE CHARGEMENT D'AMPLITUDE EQUIVALENTE

Tout comme les essais séquentiels effectués précédemment sur la nuance EDF, deux essais sont réalisés en direction axiale et en direction de torsion en quatre séquences de chargements sur la nuance commerciale. Les évolutions des boucles d'hystérésis obtenues pour les deux cas de chargement sont représentées dans les figures **FIG III-19.a-d**. Nous pouvons observer à partir de ces boucles une parfaite superposition entre les niveaux de saturation entre les deux types de chargement, avec cependant une faible différence en faveur de l'essai axial durant la première séquence. Ainsi, les courbes représentant l'évolution des amplitudes de contrainte équivalente en fonction du nombre de cycles, regroupées dans les figures **Fig III-20.a-f**, permettent une nette comparaison entre les niveaux d'écrouissage générés par les deux directions de chargement.

Contrairement aux observations faites précédemment en comparant le comportement cyclique présenté par la nuance EDF dans les deux directions de chargement, la nuance commerciale présente un comportement relativement isotrope en tenant compte du critère de von Mises. Mis à part un écart assez faible entre les courbes des niveaux de contrainte tracées pour la première séquence (**Fig III-20**), le reste des courbes présente une quasi-superposition. Selon le niveau de déformation, le matériau manifeste un comportement cyclique de durcissement, d'adoucissement ou de saturation identique dans les deux directions.

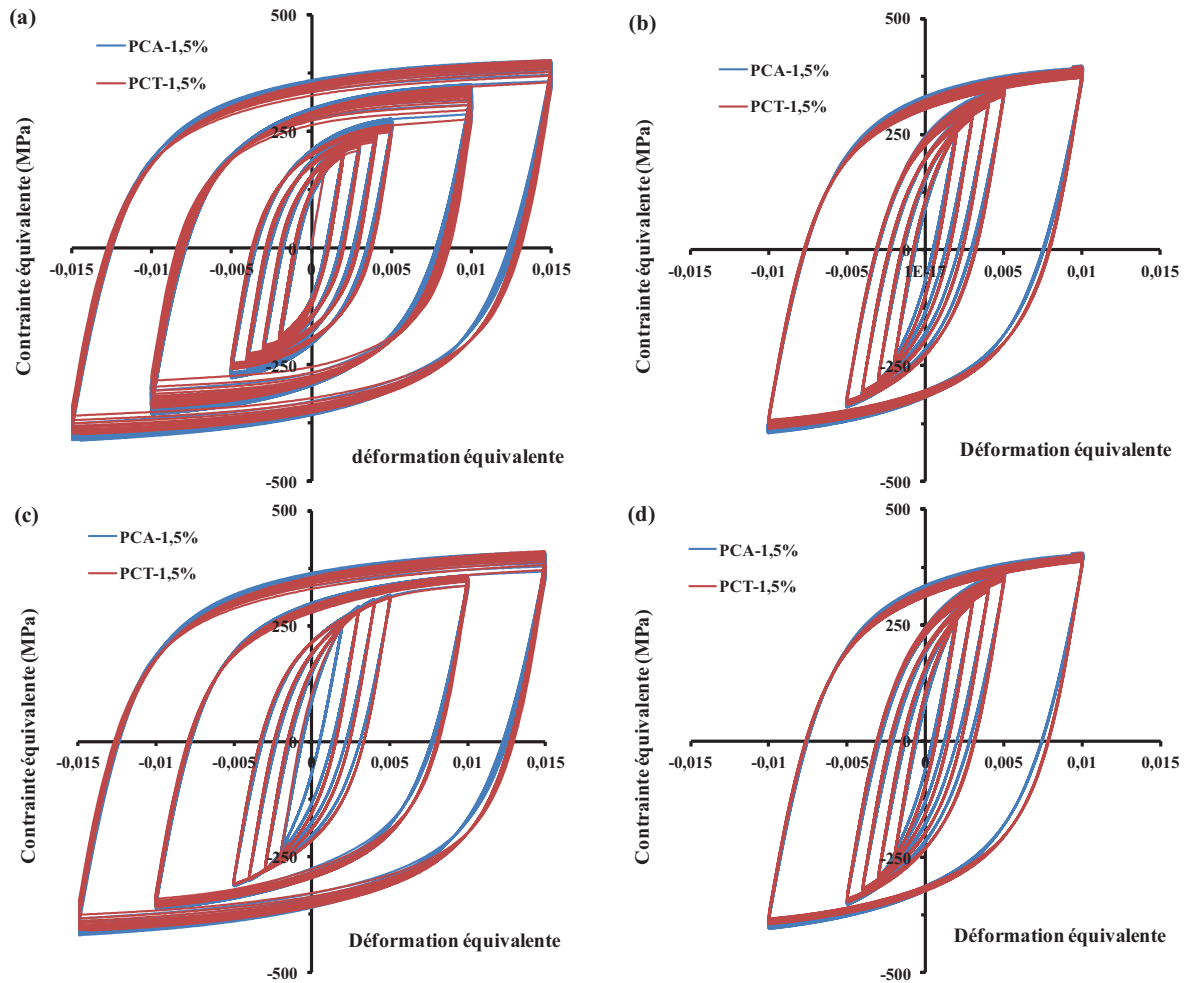


Fig III-19. Comparaison des évolutions des boucles d’hystérésis des deux essais selon des directions différentes durant les séquences de chargement : (a) séquence 1, (b) séquence 2, (c) séquence 3, et (d) séquence 4.

Les courbes cycliques obtenues pour cette seconde nuance du 304L sont présentées dans les figures **FIG III-21.a** et **b**. Comme pour le comportement de la nuance EDF la courbe cyclique de la nuance commerciale du 304L ne retrouve pas sa position initiale après l’exécution de la deuxième séquence, et cela dans les deux cas de chargement. Néanmoins, nous remarquons l’absence de durcissement additionnel observé auparavant sur les courbes cycliques axiales pour le niveau de plus forte amplitude de déformation (1,5%) (**FIG III-21.a**). La nuance 304L-Com manifeste une saturation plus marquée par rapport à la nuance EDF, les trois dernières courbes cycliques sont plus stables.

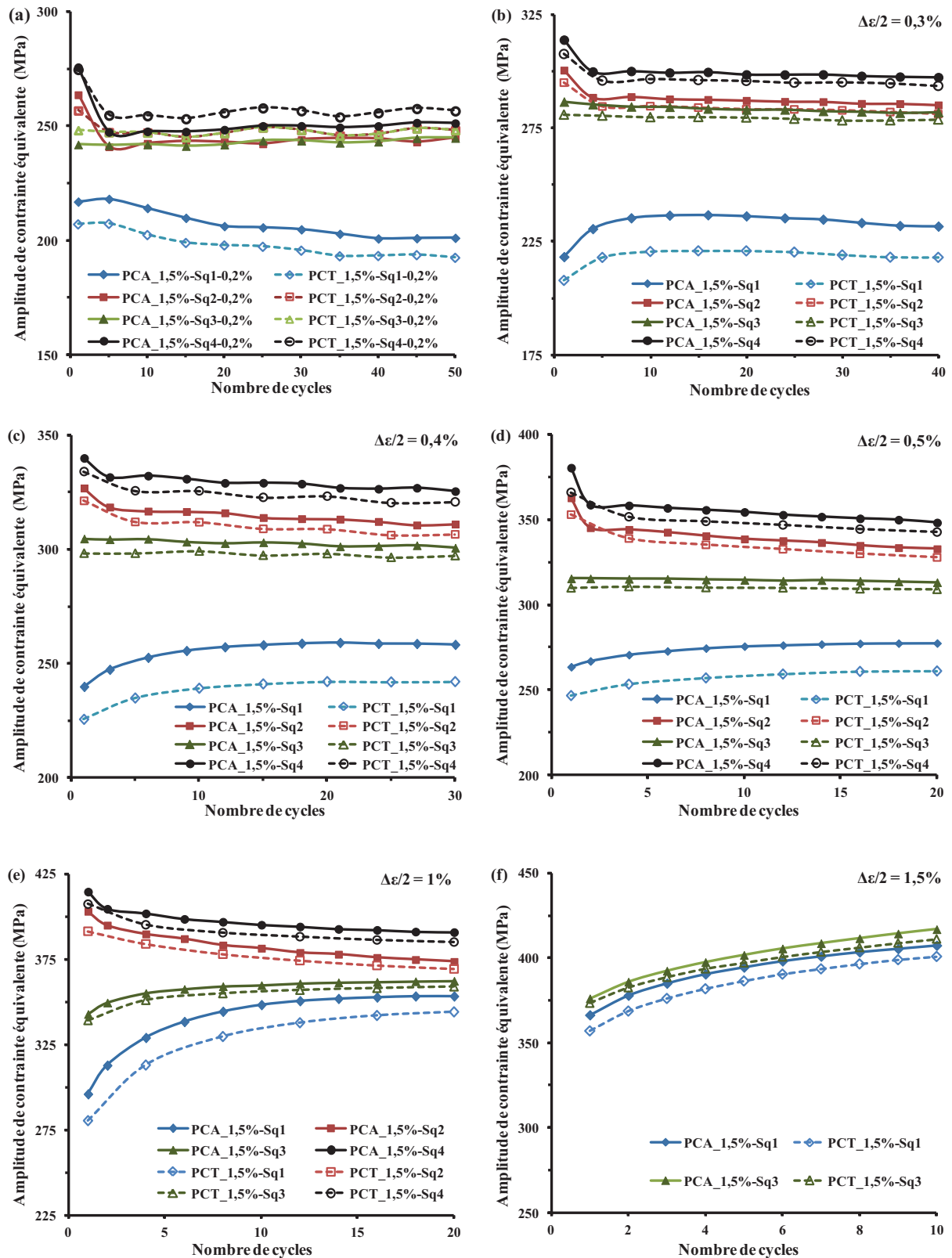


Fig III-20. Comparaison des évolutions des amplitudes de contraintes durant chaque niveau de déformation pour les deux types de chargement : (a) 0,2%, (b) 0,3%, (c) 0,4%, (d) 0,5%, (e) 1% et (f) 1,5%.

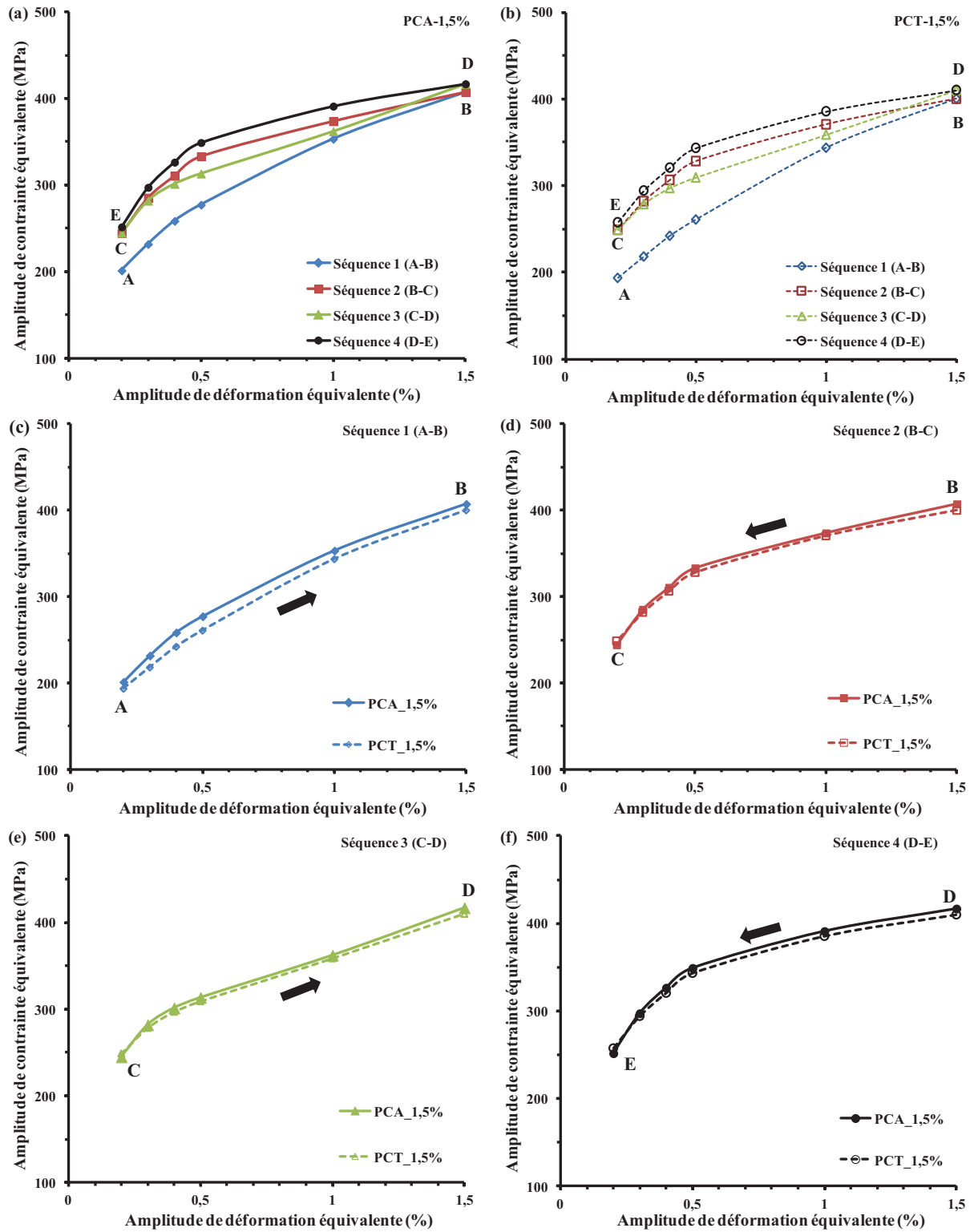


Fig III-21. Courbes cycliques obtenues pour les deux directions de chargement : (a) chargement axial, (b) chargement en torsion. Comparaison entre courbes cycliques obtenues durant chaque séquence de chargement : (c) séquence 1, (d) séquence 2, (e) séquence 3, et (f) séquence 4.

Afin de confirmer l'isotropie du comportement cyclique de cette nuance, la comparaison des courbes cycliques par séquence de chargement est représentée dans les figures **FIG III-21.c-f**. En dehors de l'écart entre les courbes de la première séquence évoqué plus haut, les trois autres courbes confirment l'isotropie du comportement de la nuance commerciale sollicitée dans deux directions différentes de chargement. L'écart entre les premières courbes est estimé à une valeur maximale de 16 MPa enregistré pour les deux niveaux de déformation 0,4% et 0,5%, représentant un pourcentage de 6% des niveaux de contrainte stabilisés. Cette valeur reste peu significative et nous pouvons considérer le comportement de la nuance comme isotrope (du moins pour les deux directions sollicitées). Ce résultat est en accord avec les analyses microstructurales effectuées par EBSD sur un échantillon brut de la nuance montrant l'absence de texture cristallographique marquée.

L'isotropie de comportement cyclique de la nuance commerciale nous permet donc d'étudier l'effet du pré-écrouissage sur les cycles de fatigue sans l'intervention d'autres paramètres, observés sur la nuance EDF, qui peuvent influencer le comportement et les durées de vie en fatigue.

III.2.2 EFFET DU PRE-ECROUISSAGE SUR LA DUREE DE VIE EN FATIGUE

L'effet du pré-écrouissage sur la fatigue a été étudié à travers la réalisation des cycles de fatigue en traction-compression à déformation imposée menés sous différentes amplitudes 0,22%, 0,36% et 0,5% sur des éprouvettes vierges et d'autres soumises initialement aux quatre séquences de pré-écrouissage décrites ci-dessus.

III.2.2.1 Essais de référence

La réalisation des essais de fatigue sur des éprouvettes vierges a pour but de déterminer les durées de vie de référence pour chaque niveau de déformation imposée. Ces durées de vie seront comparées ensuite à celles obtenues pour les éprouvettes pré-écrouies. Trois amplitudes de déformation ont été considérées 0,22%, 0,36% et 0,5%. Les figures **FIG III-22.a-c**, présentent l'évolution des boucles contrainte-déformation durant les trois essais de référence. Les boucles à mi-durée de vie pour les trois niveaux de déformation sont présentées dans la figure **FIG III-22.d**. Les évolutions de l'amplitude de la contrainte, de l'amplitude de la déformation plastique et de l'énergie plastique dissipée par cycle sont présentées dans la figure **Fig III-23**.

La nuance du 304L-Com manifeste un comportement similaire à celui reporté dans la littérature pour ce type de matériau. Nous observons une augmentation des niveaux de contrainte, de la déformation plastique et de l'énergie plastique dissipée par cycle avec l'augmentation des amplitudes de déformation. Nous remarquons aussi que les niveaux de contrainte pour les deux essais Réf-0,22% et Réf-0,36% sont très proches notamment au début de durée de vie par rapport au niveau relativement élevé de la contrainte observée pour l'essai Réf-0,5%.

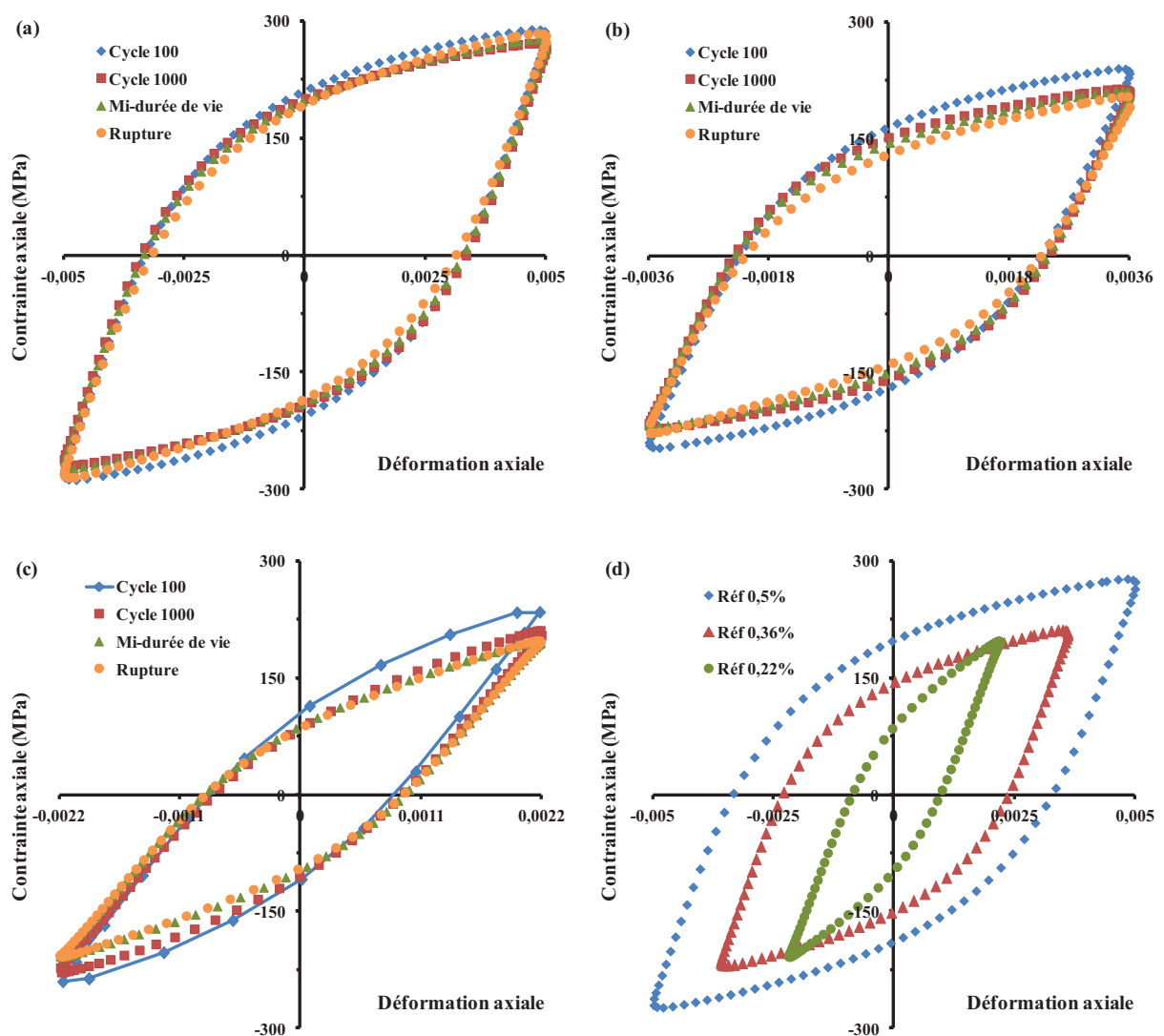


Fig III-22. Comparaison des boucles d'hystérésis durant les cycles des essais : (a) essai de référence à 0,5%, (b) essai de référence à 0,36%, (c) essai de référence à 0,22% et (d) comparaison des boucles d'hystérésis à mi-durée de vie des trois essais de référence.

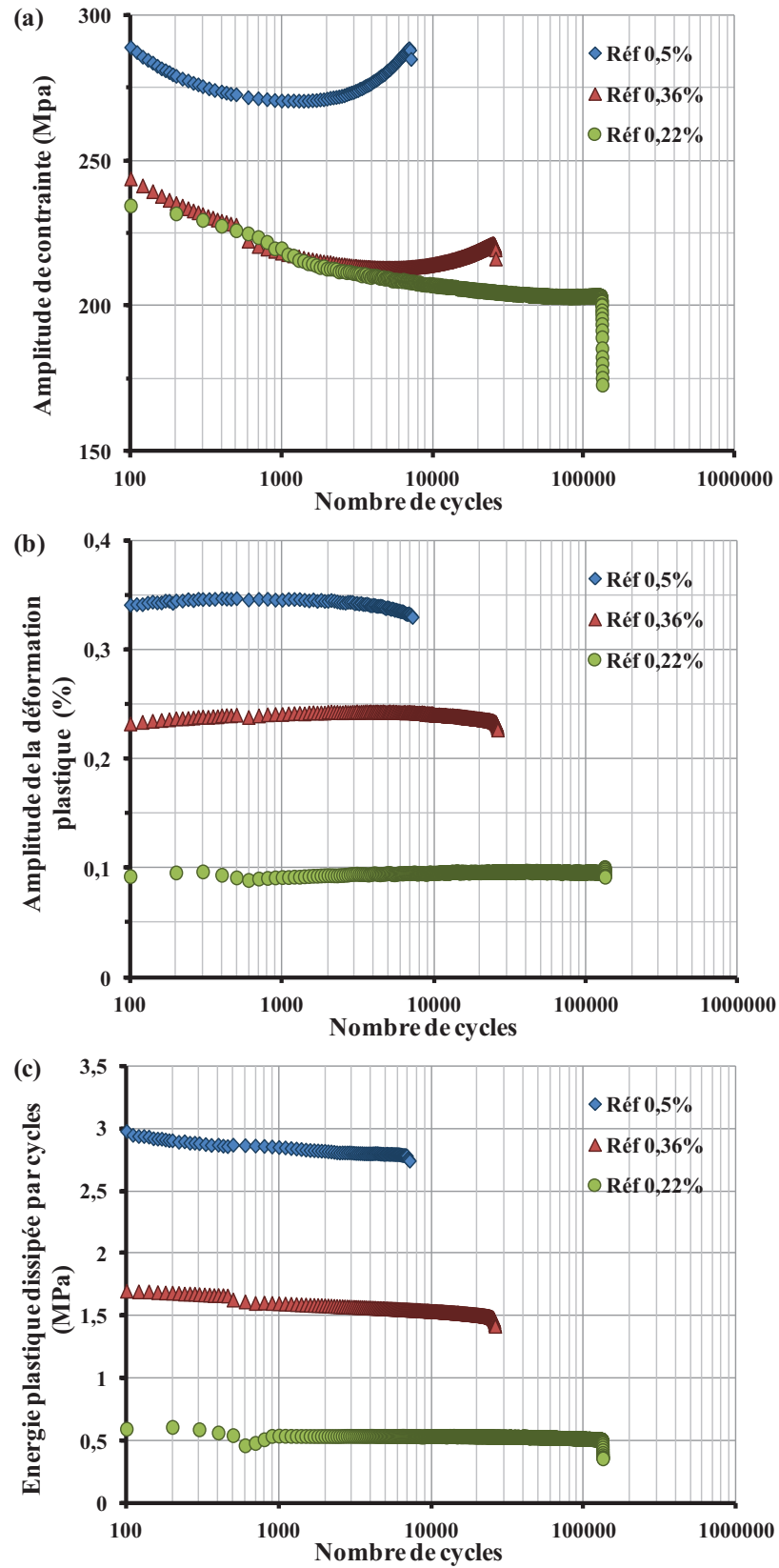


Fig III-23. Evolution en fonction du nombre de cycles de : (a) l'amplitude de contrainte, (b) l'amplitude de la déformation plastique et (c) l'énergie plastique dissipée par cycle.

Les durées de vie moyennes obtenues pour les essais de référence sont respectivement 144000 cycles pour l'essai Réf-0,22%, 23000 cycles pour l'essai Réf-0,36% et environ 7100 cycles pour le dernier essai (les valeurs données pour les durée de vie représentent une moyenne effectuée à partir de deux éprouvettes, voir **Tableau III-2**). La nuance commerciale de l'acier 304L manifeste un adoucissement cyclique (**Fig III-23.a**) sans réelle stabilisation de la contrainte. Cette phase du comportement du matériau est d'autant plus courte que l'amplitude de déformation est plus élevée. A la fin de la durée de vie, un durcissement cyclique secondaire (DCS) a été constaté pour les essais Réf-0,5% et Réf-0,36%, il est plus important dans le cas de la plus grande amplitude. Cependant, le matériau ne manifeste aucun DCS avant rupture durant l'essai Réf-0,22% (**Fig III-23.a**).

Comme expliqué dans le chapitre I, plusieurs travaux effectués sur le 304L ont montré que l'apparition du DCS au cours de la fatigue oligocyclique peut-être liée à la transformation martensitique pour une amplitude de déformation élevée [**Baudry & Pineau, 1977; Ganesh Sundara Raman & Padmanabhan, 1995; Lebedev & Kosarchuk, 2000; Hong et al., 2007**] ou à l'apparition de structures de type Corduroy [**Alain et al., 1997; Gerland et al., 1997**] lorsque le matériau est soumis à un grand nombre de cycles de faible amplitude de déformation. Toutefois, concernant ce dernier mécanisme, le nombre de cycles nécessaire est parfois très grand et la rupture par fatigue intervient avant la formation des structures Corduroy, pouvant ainsi expliquer l'absence du DCS durant l'essai Réf-0,22%.

L'évolution de la déformation plastique au cours des cycles de fatigue est représentée dans la figure **Fig III-23.b**. Nous observons une première phase d'augmentation de l'amplitude de la déformation plastique jusqu'à une valeur maximale. Cette phase correspond à l'adoucissement cyclique manifesté par le matériau durant les trois essais de référence. Ensuite, nous assistons à une baisse de la déformation plastique correspondant au début du durcissement cyclique secondaire pour les essais Réf-0,5% et Réf-0,36%, qui persiste jusqu'à la rupture. Ce paramètre mécanique reste cependant constant durant l'essai Réf-0,22%.

Lors des essais de fatigue, la plupart de l'énergie de déformation plastique est dissipée sous forme de chaleur. Chaque matériau a une capacité de dissiper une certaine quantité d'énergie, et lorsque cette limite est atteinte les fissures se propagent et la rupture surgit [**Ellyin & Kujawski, 1984; Lefebvre & Ellyin, 1984**]. L'évolution de l'énergie dissipée par cycle pendant la durée de vie des trois essais semble être indépendante du comportement cyclique du matériau. Elle est en diminution continue pour l'essai Réf-0,5% et Réf-0,36% et constante

pour le dernier (Réf-0,22%). Il a néanmoins été démontré dans plusieurs travaux que, durant les essais à déformation contrôlée, l'énergie de déformation plastique par cycle ne varie pas sensiblement au cours de la durée de vie contrairement au cas des essais à contrainte contrôlée [Feltner & Morrow, 1961; Thang, 1973; Santner & Fine, 1977; Ellyin & Kujawski, 1984; Lefebvre & Ellyin, 1984]. Pour un matériau qui s'adoucit cycliquement, la déformation plastique et l'énergie dissipée correspondante par cycle augmente, alors que pour le matériau durcissant elles diminuent.

III.2.2.2 Effet du pré-écrouissage axial (PCA_1,5%)

Les figures **Fig III-24.a-c** représentent l'évolution des boucles d'hystérésis durant les trois essais de fatigue avec le pré-écrouissage axial PCA_1,5%. L'évolution des boucles met en évidence un comportement d'adoucissement puis de durcissement dans le cas de l'essai à 0,5%, de saturation pour l'essai à 0,36% mais d'un important adoucissement continu du matériau sollicité à 0,22%. La comparaison des boucles d'hystérésis à mi-durée de vie des trois essais effectués avec pré-écrouissage par rapport à celles obtenues durant les essais de référence est présentée dans la figure **Fig III-24.d**. Le matériau pré-écroui montre une augmentation des niveaux de contrainte et une réduction de la déformation plastique par rapport au matériau vierge notamment pour l'essai effectué à 0,36%. Ce comportement est similaire à celui observé précédemment au cours des essais de fatigue sur la nuance EDF.

Les évolutions des amplitudes de contrainte, de la déformation plastique et de l'énergie plastique dissipée par cycle sont présentées respectivement sur les figures **Fig III-25.a-c**. Nous pouvons constater une réduction de la durée de vie de l'acier 304L-Com pour les deux niveaux de déformation 0,5% et 0,36%. En fait, la durée de vie moyenne obtenue à 0,5% est d'environ 3900 cycles ce qui représente une réduction de 45% par rapport à celle obtenue pour le matériau vierge. La réduction enregistrée pour l'essai à 0,36% est plus élevée, environ 52% correspondant à une durée de vie moyenne de 11000 cycles. Cependant, aucun effet du pré-écrouissage axial n'est constaté sur les cycles à faible amplitude de déformation (0,22%). D'une manière surprenante, les durées de vie moyennes enregistrées sont très proches, environ 141900 cycles pour le matériau pré-écroui contre 144000 cycles pour le matériau vierge (**Fig III-25.a**).

Un durcissement cyclique secondaire du matériau pré-écroui est uniquement observé pour l'essai à amplitude de déformation élevée (0,5%). Le matériau pré-écroui s'adoucit jusqu'à la rupture pour les deux autres essais (Fig III-25.a et b). Les niveaux de contrainte observés pour le matériau pré-écroui sont plus élevés par rapport aux niveaux enregistrés durant les essais de références. A mi-durée de vie, nous constatons un durcissement de 25% pour l'amplitude 0,36%, 18% pour le cas de 0,22% et seulement 10% pour l'amplitude la plus élevée 0,5%.

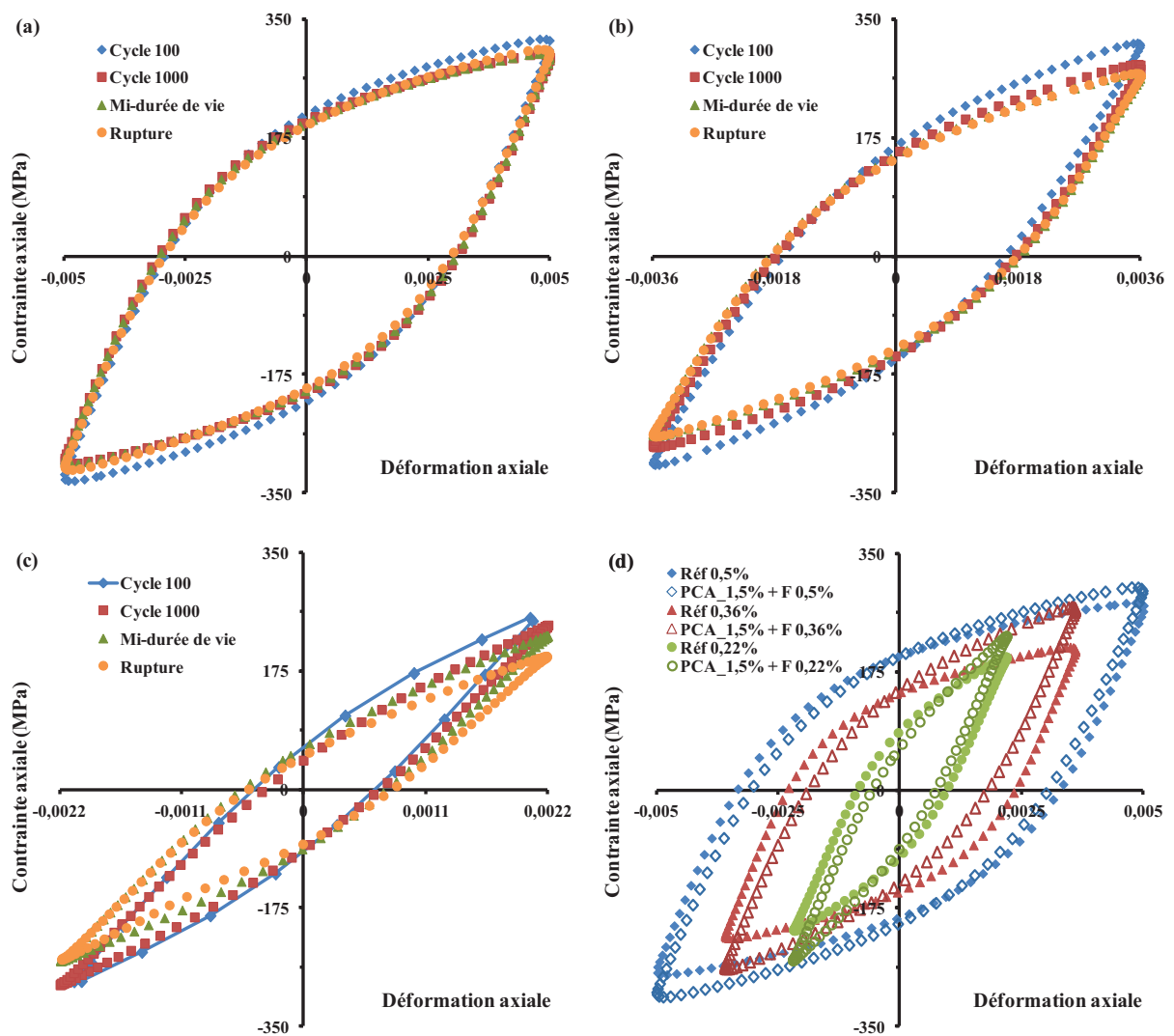


Fig III-24. Comparaison des boucles d'hystérésis durant les cycles des essais de fatigue sur éprouvettes pré-écrouies en axial PCA_1,5% : (a) essai à 0,5%, (b) essai à 0,36%, essai à 0,22% et (d) comparaison des boucles d'hystérésis à mi-durée de vie des trois essais avec pré-écrouissage par rapport aux essais de référence.

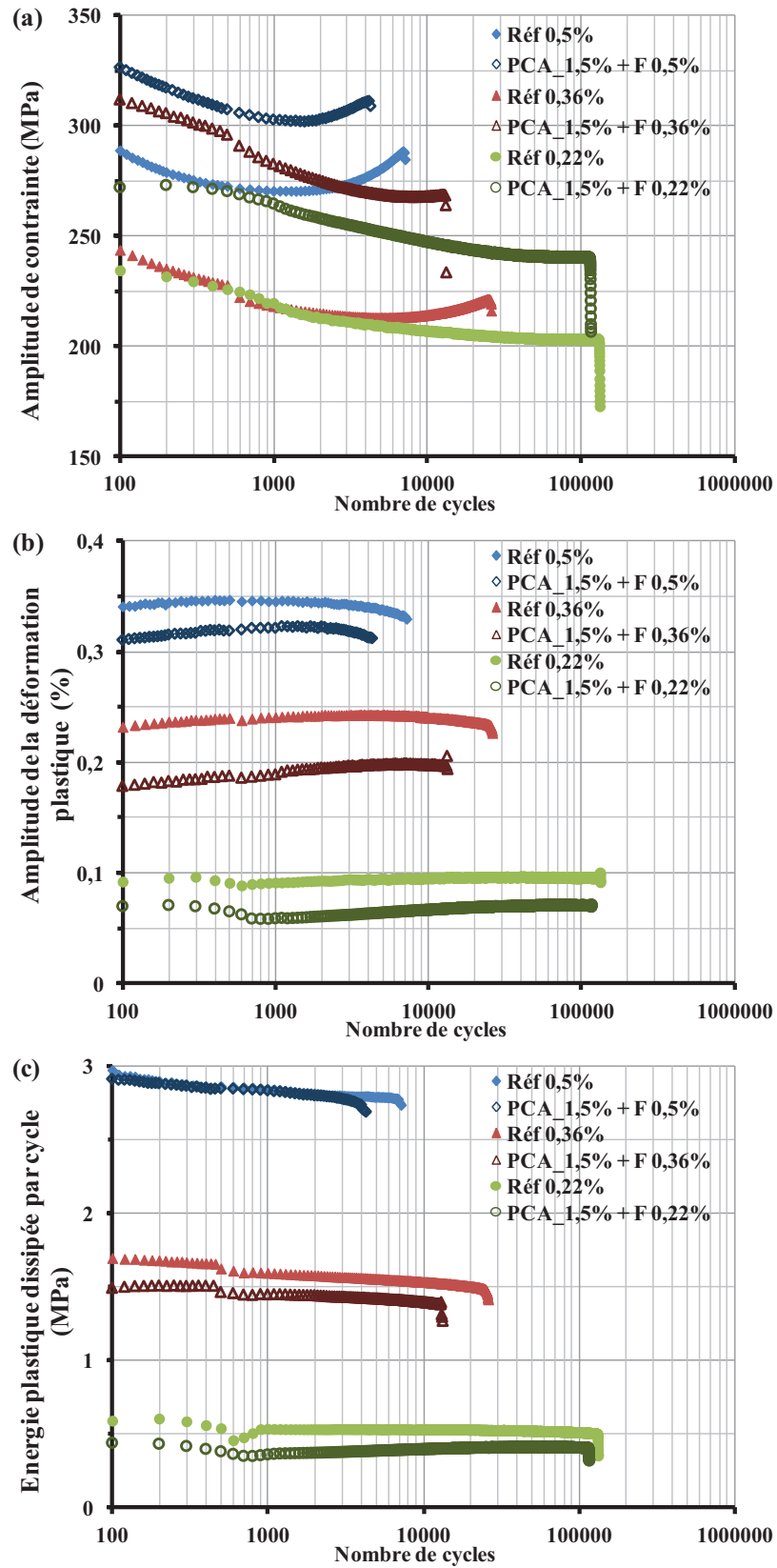


Fig III-25. Evolution en fonction du nombre de cycles (a) de l'amplitude de contrainte, (b) de l'amplitude de la déformation plastique et (c) de l'énergie dissipée par cycle durant les essais avec pré-écrouissage axial à PCA_1,5% et comparaison par rapport aux essais de référence.

D'après la figure **Fig III-25.c**, l'évolution de l'énergie plastique dissipée par cycle du matériau pré-écroui obtenues durant l'essai à 0,5% est légèrement inférieure à celle du matériau vierge (la superposition des courbes est due à l'effet d'échelle). Par contre, cette dissipation d'énergie plastique est nettement inférieure pour les essais à 0,36% et 0,22%. L'application des cycles de pré-écrouissage axial a été dans ce cas pénalisante en réduisant la capacité énergétique du matériau en fatigue à faible amplitude de déformation.

III.2.2.3 Effet du pré-écrouissage en torsion (PCT_1,5%)

Comme pour le chargement axial, nous avons cherché à évaluer dans cette partie l'effet du pré-écrouissage en torsion sur le comportement en fatigue axiale de la nuance commerciale du 304L. L'évolution des boucles d'hystérésis durant les trois essais de fatigue avec le pré-écrouissage en torsion PCT_1,5% sont présentées dans les figures **Fig III-26.a-c**. Tout comme le comportement constaté dans le cas du pré-écrouissage axial, le matériau pré-écroui manifeste un adoucissement cyclique puis un durcissement à 0,5%, de saturation à 0,36% et un adoucissement très important à 0,22%. Une augmentation des niveaux de contrainte et une réduction de la déformation plastique par rapport au matériau vierge est également observée sur le matériau pré-écroui (**Fig III-26.d**). En ce qui concerne l'effet sur les durées de vie, le pré-écrouissage en torsion semble pénalisant.

Néanmoins, l'augmentation de l'amplitude de déformation en fatigue réduit cet effet. Nous avons enregistré une réduction de la durée de vie de 52% correspondant à une durée de vie moyenne d'environ 68500 cycles pour l'amplitude 0,22%, 37% correspondant à 14600 cycles pour l'essai à 0,36% et 27% correspondant à une durée de vie moyenne de 5200 cycles pour l'essai à 0,5% (**Fig III-27.a**) (les durées de vies obtenues sont une moyenne sur trois éprouvettes).

Le matériau pré-écroui manifeste toujours un durcissement secondaire pour l'essai à 0,5% avant la rupture et un adoucissement pour l'essai à 0,36% et à 0,22% comme nous pouvons le remarquer sur les figures **Fig III-27.a et b**. Cependant, les niveaux de durcissement sont plus importants par rapport aux niveaux enregistrés durant les essais avec pré-écrouissage axial. A mi-durée de vie, nous avons enregistré une augmentation de niveau de contrainte de 31% pour l'essai à 0,22%, 33% pour l'essai à 0,36% et 20% pour l'essai à 0,5%. Pour l'évolution de l'énergie plastique dissipée par cycle (**Fig III-27.c**) après le pré-écrouissage en torsion, les

courbes des essais effectués à 0,5% et à 0,36% sont supérieures à celles du matériau vierge. Cependant, la courbe obtenue durant l'essai à 0,22% reste toujours au-dessous par rapport à celle de référence.

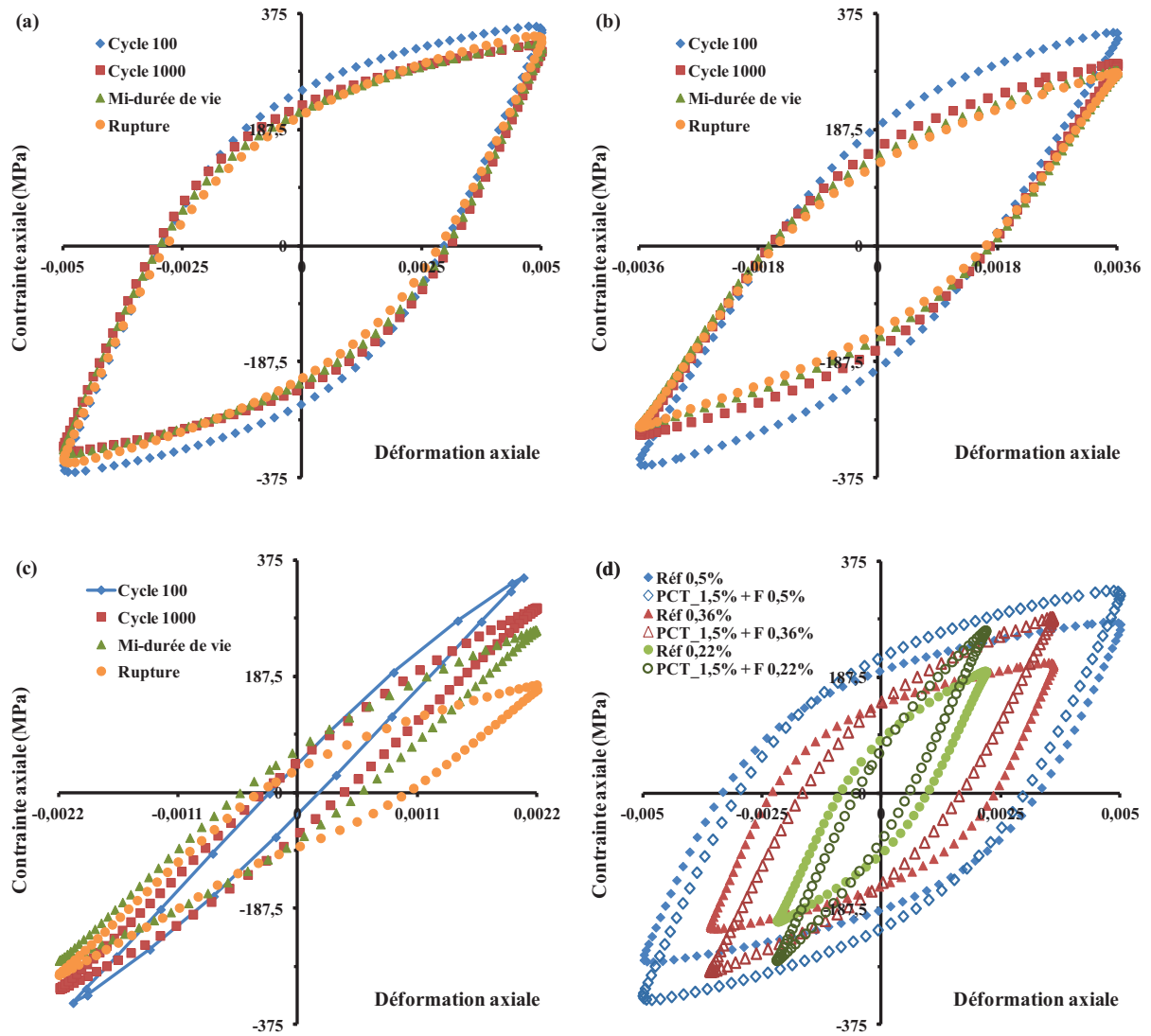


Fig III-26. Comparaison des boucles d'hystérésis durant les cycles des essais de fatigue sur éprouvettes pré-écrouies en torsion PCT_1,5% : (a) essai à 0,5%, (b) essai à 0,36%, (c) essai à 0,22% et (d) comparaison des boucles d'hystérésis à mi-durée de vie des trois essais avec pré-écrouissage par rapport aux essais de référence.

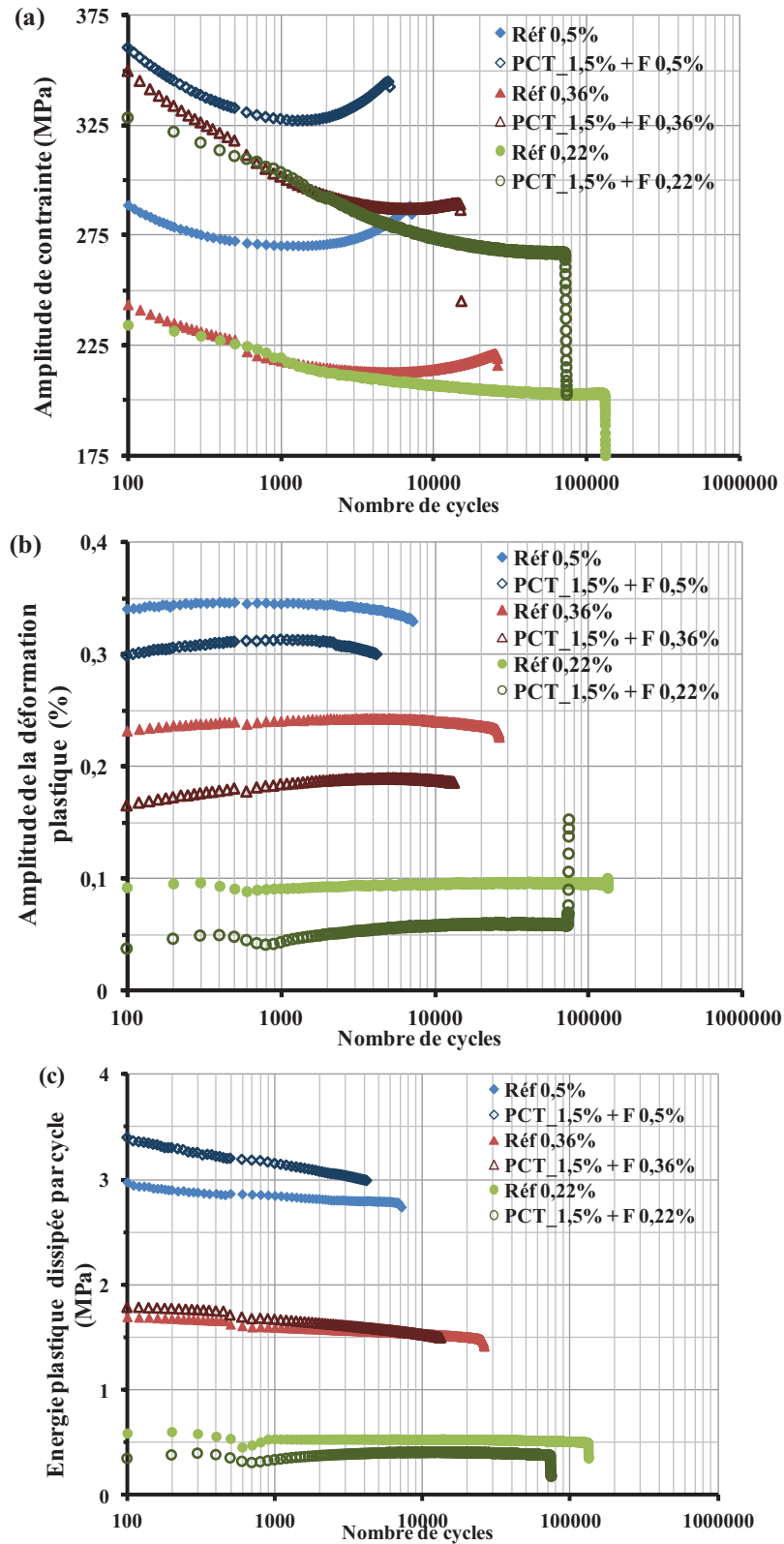


Fig III-27. Evolution en fonction du nombre des cycles de : (a) l'amplitude de contrainte, (b) l'amplitude de la déformation plastique et (c) l'énergie dissipée par cycle durant les essais avec pré-écrouissage en torsion à PCT_1,5% et comparaison par rapport aux essais de référence.

III.2.2.4 Effet de la direction du pré-écrouissage sur le comportement en fatigue de la nuance 304L-Com

Nous avons effectué dans cette partie du travail une comparaison de l'effet de la direction du pré-écrouissage axial (PCA_1,5%) ou en torsion (PCT_1,5%) sur le comportement et la durée de vie en fatigue du 304L sous une amplitude de déformation donnée. Pour chaque amplitude de déformation appliquée en fatigue, les figures Fig III-28, Fig III-29 et Fig III-30 présentent les évolutions des différents paramètres mécaniques discutés dans les sections précédentes.

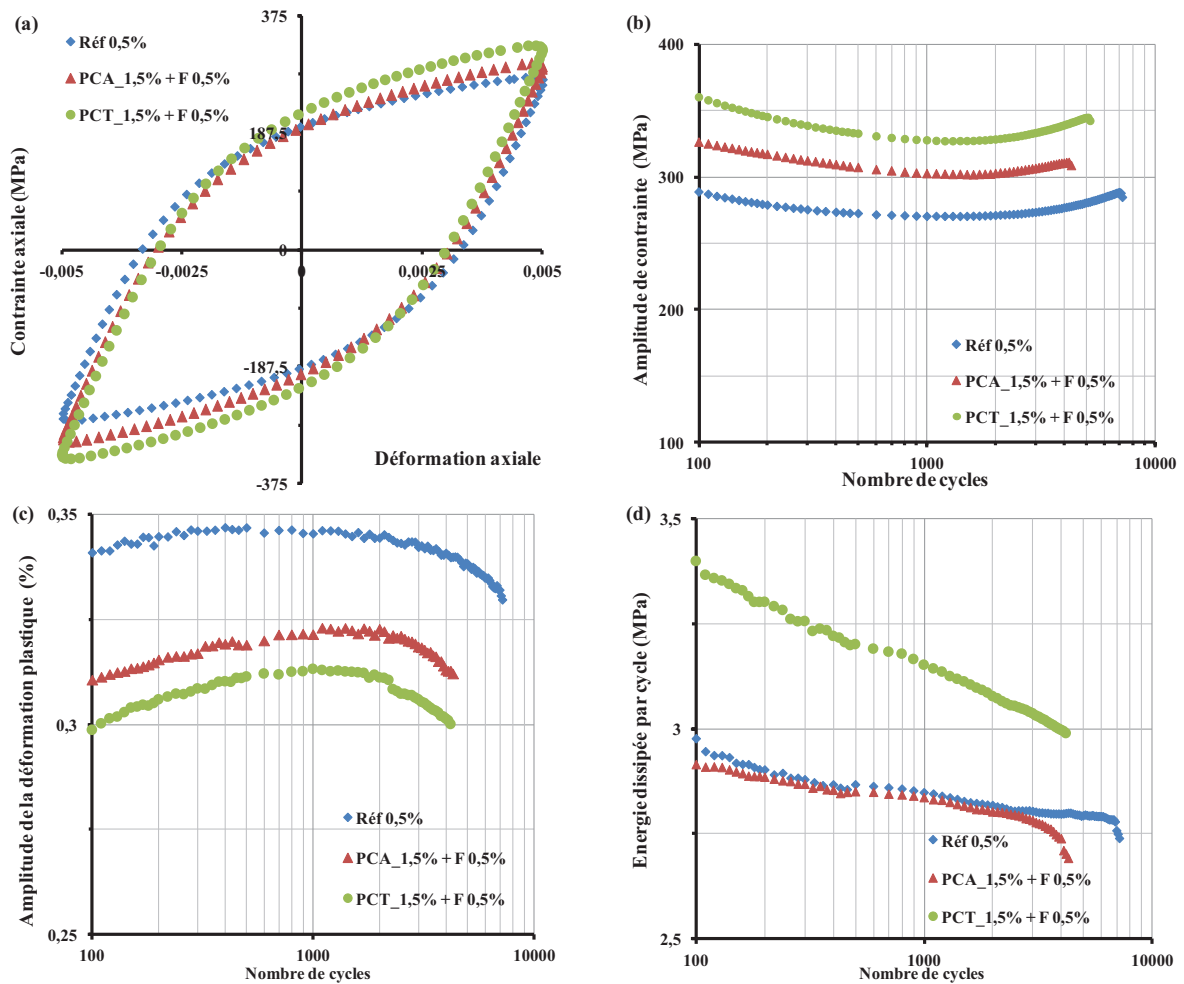


Fig III-28. Comparaison de l'effet du pré-écrouissage axial et en torsion à 1,5% sur les cycles de fatigue à 0,5% : (a) comparaison des boucles d'hystérésis à mi-durée de vie, (b) comparaison des évolutions d'amplitude de contrainte, (c) comparaison des évolutions d'amplitude de la déformation plastique et (d) comparaison des évolutions de l'énergie dissipée par cycle.

L'observation des évolutions de l'amplitude de contrainte sur les trois figures montre que les niveaux de contrainte enregistrés pour les éprouvettes pré-écrouies en torsion sont plus élevés par rapport à ceux constatés sur les éprouvettes pré-écrouies axialement. Ce sur-écrouissage cyclique est sans doute lié à l'effet du phénomène du durcissement croisé dû au changement de la direction de chargement.

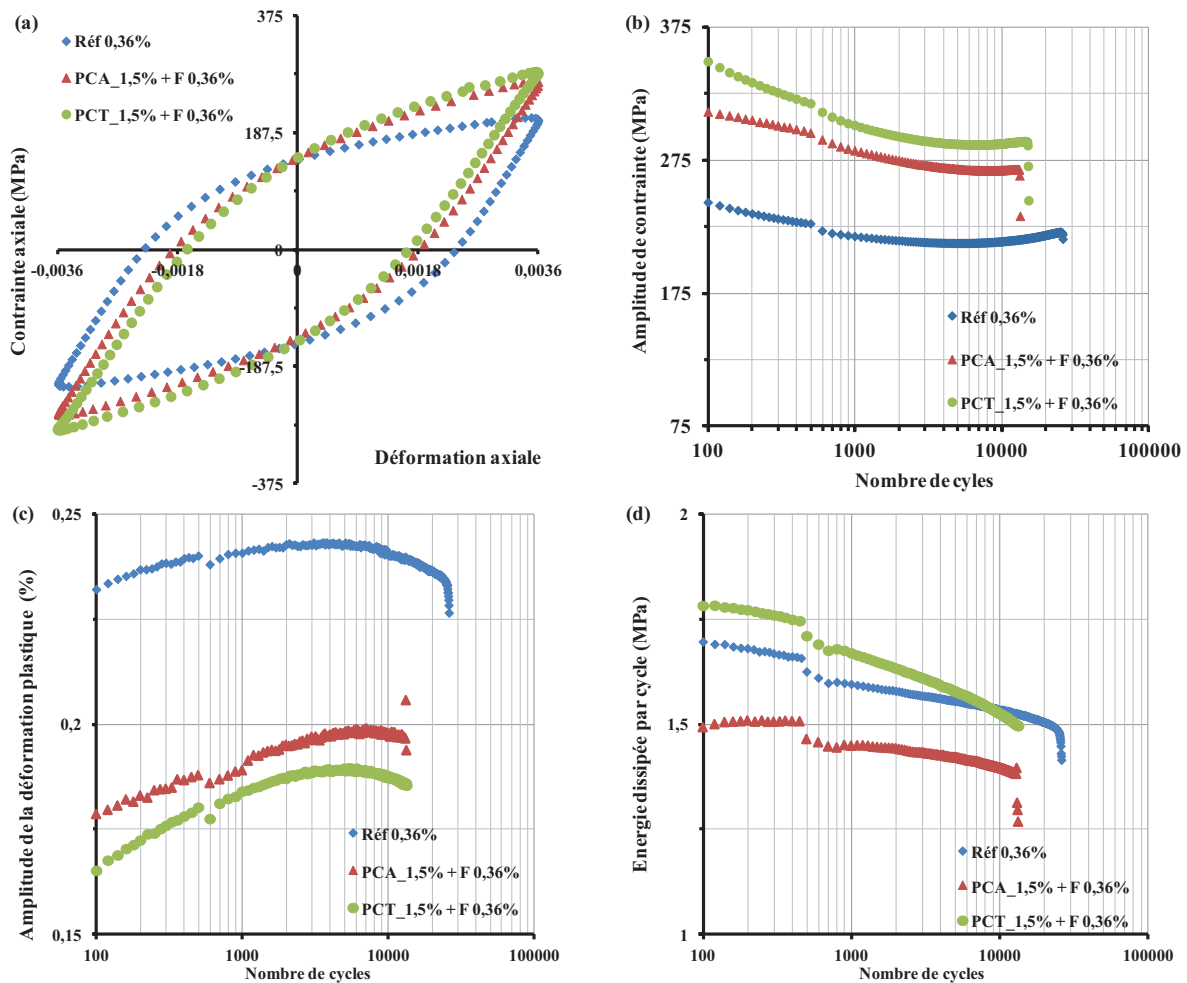


Fig III-29. Comparaison de l'effet du pré-écrouissage axial et en torsion à 1,5% sur les cycles de fatigue à 0,36% : (a) comparaison des boucles d'hystérésis à mi-durée de vie, (b) comparaison des évolutions d'amplitude de contrainte, (c) comparaison des évolutions d'amplitude de la déformation plastique et (d) comparaison des évolutions de l'énergie dissipée par cycle.

Pourtant, pour les deux niveaux de déformation 0,5% et 0,36%, et comme nous pouvons le constater sur la figure **Fig III-31**, le décalage des courbes de l'amplitude de déformation totale imposée en fonction du nombre de cycles à la rupture du matériau pré-écroui montre qu'à déformation élevée le pré-écrouissage axial semble plus endommageant que le pré-

écrouissage en torsion si nous ne tenons pas compte des recouvrements des écarts types observés. Les réductions en durée de vie révélées après pré-écrouissage axial sont plus élevées que celles obtenues après le deuxième type de pré-écrouissage.

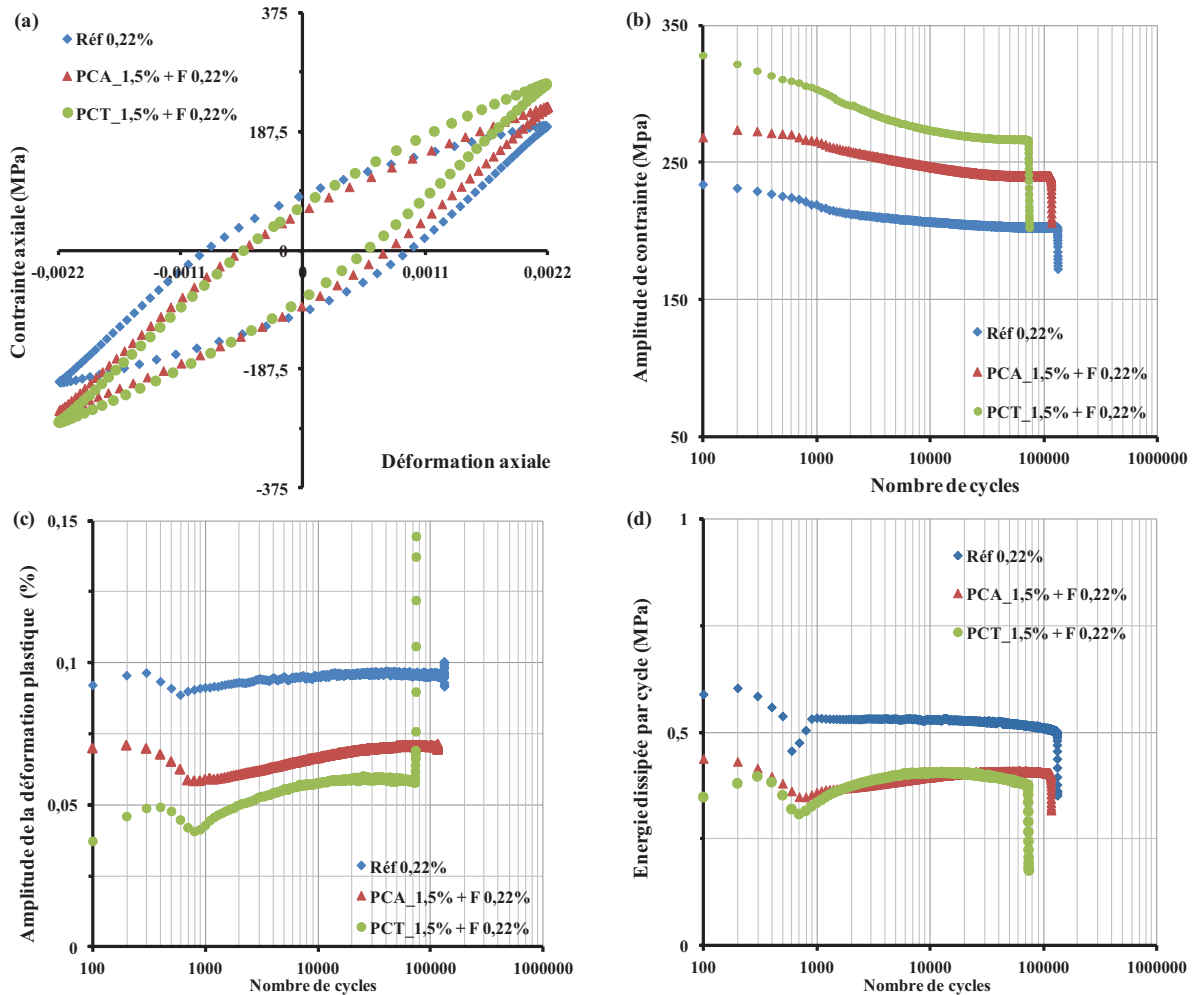


Fig III-30. Comparaison de l'effet du pré-écrouissage axial et en torsion à 1,5% sur les cycles de fatigue à 0,22% : (a) comparaison des boucles d'hystérésis à mi-durée de vie, (b) comparaison des évolutions d'amplitude de contrainte, (c) comparaison des évolutions d'amplitude de la déformation plastique et (d) comparaison des évolutions de l'énergie dissipée par cycle.

Cependant, lorsque nous regardons les évolutions de l'amplitude de la déformation plastique, cela donne des indications sur la nature de l'endommagement. En effet, à déformation imposée, l'accroissement de la contrainte permettrait à des fissures courtes de franchir les obstacles microstructuraux et de se propager. Toutefois, la réduction plus importante de l'amplitude de déformation plastique par le pré-écrouissage en torsion et en absence d'amorçage pourrait être bénéfique. De ce fait, le matériau pré-écroui en torsion a manifesté des durées de vie plus longue comparativement à celles évaluées après pré-

écrouissage axial. Par ailleurs, le pré-écrouissage axial semble être sans effet sur la durée de vie en fatigue à faible amplitude de déformation. La courbe correspondante converge vers la première.

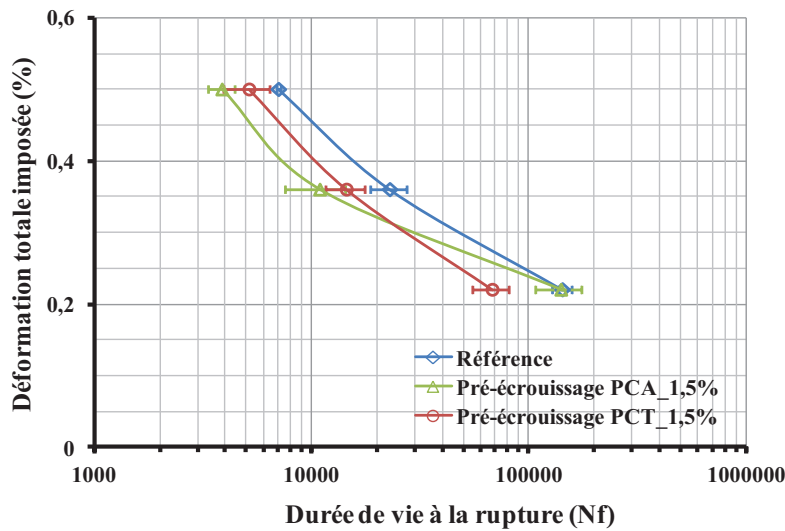


Fig III-31. Comparaison des courbes de l'amplitude de déformation totale imposée en fonction du nombre de cycles à la rupture du matériau vierge (courbe bleue) et du matériau pré-écroui en axial (courbe verte) et en torsion (courbe rouge).

L'observation des évolutions de l'énergie plastique dissipée par cycle montre un effet pénalisant observé pour les essais réalisés avec un pré-écrouissage axial. Les cycles de la phase de pré-écrouissage réduisent le capital énergétique du matériau, une baisse de la capacité dissipative du 304L est observée, les courbes se trouvent en dessous de celles du matériau vierge. Par contre, le pré-écrouissage en torsion semble être moins pénalisant notamment à amplitude de déformation élevée. Cependant, le matériau manifeste une quantité de dissipation considérable par rapport aux cycles appliqués sur le matériau vierge qui semble lié à la réduction de la durée de vie.

L'énergie plastique dissipée par cycle à mi-durée de vie est présentée en fonction du nombre de cycles à la rupture dans la figure **Fig III-32**. La difficulté de corrélation entre les durées de vie et l'évolution de l'énergie plastique dissipée par cycle semble indiquer que l'utilisation de ce paramètre pour la prédiction de l'effet du pré-écrouissage sur le comportement et la durée de vie en fatigue n'est pas fiable.

Le **Tableau III-2** synthétise les différents résultats et évolutions des paramètres mécaniques calculés pour les essais vierges et avec pré-écrouissage axial et torsion.

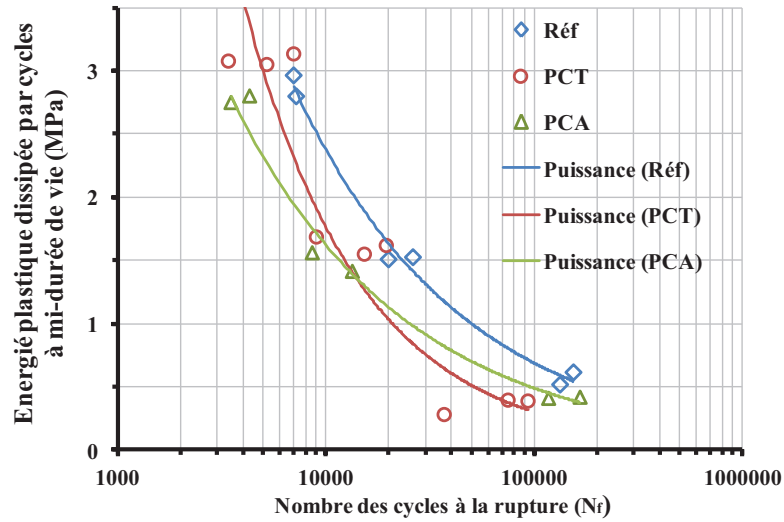


Fig III-32. Energie plastique dissipée par cycle à mi-durée de vie en fonction de nombre de cycles a la rupture des essais de fatigue réalises en déformation imposée.

ϵ_a (%)	Eprouvette	Mi-durée de vie ($N_f / 2$)			N_f	$N_{f_{moy}}$	Réduction
		$\Delta\sigma_a/2$ (MPa)	$\Delta\epsilon_p/2$ (%)	W (MPa)			
Références (sans pré-écrouissage)							
0,22	304L-Nov08- 87	176	0,11	0,61	154700	144050	/
	304L-Nov08- 91	203	0,10	0,51	133400		
0,36	304L-Nov08- 15	215	0,24	1,52	26200	23100	/
	304L-Nov08- 88	204	0,24	1,50	20000		
0,5	304L-Nov08- 13	296	0,33	2,96	7000	7100	/
	304L-Nov08- 86	275	0,34	2, 80	7200		
Pré-écrouissage Axial (PCA 1,5%)							
0,22	304L-Nov08- 81	233	0,05	0,41	166400	141950	1
	304L-Nov08- 82	240	0,07	0,40	117500		
0,36	304L-Nov08- 83	268	0,20	1,56	8600	11000	52
	304L-Nov08- 89	268	0,20	1,41	13400		
0,5	304L-Nov08- 84	303	0,32	2,80	4300	3900	45
	304L-Nov08- 90	299	0,31	2,75	3500		
Pré-écrouissage en torsion (PCT 1,5%)							
0,22	304L-Nov08- 16	297	0, 01	0,28	37000	68500	52
	304L-Nov08- 95	267	0,06	0,34	75000		
	304L-Nov08- 96	268	0,02	0,38	93500		
0,36	304L-Nov08- 17	313	0,17	1,68	9000	14600	37
	304L-Nov08- 94	287	0,19	1,55	15300		
	304L-Nov08- 97	288	0,19	1,61	19500		
0,5	304L-Nov08- 18	379	0,27	3,07	3400	5200	27
	304L-Nov08- 93	331	0,30	3,05	5200		
	304L-Nov08- 98	340	0,30	3,12	7000		

Tableau III-2. Résultats des essais de fatigue sur matériau vierge et avec pré-écrouissage.

III.3 CONCLUSION DU CHAPITRE

Les essais cycliques séquentiels réalisés sur la nuance EDF du 304L montrent que la courbe cyclique n'est pas unique. Cependant, le 304L-EDF tend vers une courbe cyclique asymptotique, les dernières courbes cycliques tendant à se superposer sur celle de la deuxième. La réduction de l'amplitude de la déformation maximale favorise cette stabilité des courbes cycliques avec l'existence d'un seuil de déformation en dessous duquel la courbe cyclique semble stable. La comparaison des courbes cycliques obtenues en chargement axial et en torsion montre que l'érouissage généré par les cycles de traction-compression est plus important que celui obtenu en torsion. Le comportement cyclique observé de la nuance 304L-EDF a montré une anisotropie entre les deux directions du chargement appliqué : axiale et en torsion.

Les résultats des essais de fatigue montrent que la durée de vie de l'acier inoxydable 304L EDF a été sensiblement réduite par le pré-érouissage. Par contre, la direction des cycles du pré-érouissage a un effet remarquable, le pré-érouissage axial était plus endommageant que celui en torsion.

Après les essais réalisés sur la nuance EDF de l'acier inoxydable 304L, une nouvelle campagne d'essais a été réalisée sur une nuance commerciale du 304L afin d'éviter l'effet de certains paramètres mis en évidence pour la nuance EDF (effet des aiguilles de ferrite, problèmes de contraintes internes liées à l'usinage...). Les résultats obtenus permettent de tirer les conclusions suivantes:

Les résultats des essais séquentiels à déformation contrôlée ont confirmé la non-unicité de la courbe cyclique du 304L après l'exécution de la deuxième séquence. La tendance à la stabilité de cette courbe est également confirmée pour cette deuxième nuance, les trois dernières courbes sont superposées. Néanmoins, la nuance 304L-Com manifeste une saturation plus marquée par rapport à la nuance EDF.

La comparaison des courbes cycliques obtenues pour deux directions de chargement différentes (axiale et en torsion) montre une quasi-parfaite superposition contrairement à la nuance EDF. Le comportement cyclique observé sur la nuance 304L-Com semble donc isotrope.

Les essais de fatigue réalisés sur éprouvettes vierges et pré-écrouies semblent montrer que pendant les cycles de fatigue à amplitude de déformation élevée, le pré-écrouissage axial est plus endommageant que le pré-écrouissage en torsion. Cependant, l'augmentation de l'amplitude de déformation en fatigue réduit l'effet du pré-écrouissage en torsion et en axial pour les deux amplitudes de déformation élevées, plus la différence entre l'amplitude de déformation en fatigue et l'amplitude de déformation maximale du pré-écrouissage est importante, plus la durée de vie est réduite. Les niveaux de contrainte enregistrés durant les essais sur éprouvettes pré-écrouies en torsion sont plus élevés par rapport à celles pré-écrouies en axial.

Au cours du chapitre suivant, les résultats obtenus seront discutés en termes de partition isotrope et cinématique de l'écrouissage cyclique ainsi qu'en termes de structure de dislocations. L'analyse conjointe de ces différents paramètres permettra de préciser les mécanismes responsables du pré-écrouissage. L'évolution du module d'élasticité sera aussi analysée afin de tenter d'estimer l'endommagement provoqué par les cycles de pré-écrouissage et l'effet de sa direction de chargement.

CHAPITRE IV DISCUSSIONS ET ANALYSES MICROSTRUCTURALES

Sommaire

CHAPITRE IV	Discussions et analyses microstructurales	129
IV.1	Comportement cyclique et en fatigue de la nuance 304L-EDF.....	131
IV.1.1	Contribution et évolution de l'écrouissage isotrope et cinématique.....	131
IV.1.1.1	Phase de pré-écrouissage.....	132
IV.1.1.2	Phase de fatigue.....	136
IV.1.2	Analyse microstructurale et corrélation macroscopique.....	139
IV.1.2.1	Microstructures de l'éprouvette de référence.....	139
IV.1.2.2	Microstructures des éprouvettes ayant subi le pré-écrouissage seul.....	139
IV.1.2.3	Microstructures des éprouvettes ayant subi le pré-écrouissage et la fatigue.....	141
IV.2	Comportement cyclique et en fatigue de la nuance 304L-Com.....	143
IV.2.1	Evolution du module d'élasticité au cours des cycles de fatigue.....	144
IV.2.2	Contribution et évolution de l'écrouissage isotrope et cinématique.....	147
IV.2.2.1	Phase de pré-écrouissage.....	147
IV.2.2.2	Phase de fatigue.....	149
IV.2.3	Analyses microstructurales.....	154
IV.2.3.1	Microstructures des éprouvettes de références.....	154
IV.2.3.2	Microstructures des éprouvettes pré-écrouies.....	156
IV.2.3.3	Microstructures des éprouvettes après les cycles de fatigue.....	158
IV.3	Discussion et synthèse.....	162

Les résultats du chapitre III ont permis de mettre en évidence les principaux effets du pré-écrouissage sur le comportement cyclique et la durée de vie des deux nuances EDF et commerciale du 304L. Dans un premier temps, le 304L a manifesté une courbe cyclique non unique dû à l'effet de mémoire de l'amplitude de déformation. La courbe cyclique ne retrouve donc pas sa position initiale et le 304L manifeste ainsi un durcissement cyclique additionnel.

Dans un second temps, le pré-écrouissage a remarquablement modifié le comportement en fatigue du 304L, les durées de vie ont été sensiblement réduites et les réponses en contrainte des éprouvettes pré-écrouies ont été supérieures par rapport à celles des éprouvettes de références. Ensuite, l'application des cycles de pré-écrouissage pour deux directions différentes a montré que le pré-écrouissage axial semble plus endommageant vis-à-vis de la durée de vie en traction-compression que le pré-écrouissage en torsion. Toutefois, l'augmentation de l'amplitude de déformation en fatigue tend à réduire cet effet.

D'après la littérature, l'effet de l'histoire de chargement sur le comportement des aciers inoxydables est grandement relié à leurs faibles énergies de faute d'empilement. A faible EFE, le glissement planaire est prépondérant pour les faibles amplitudes de déformation puis des structures denses de dislocations, essentiellement des murs et des cellules, tendent à se former avec une augmentation de l'amplitude de déformation. Compte tenu du lien entre les structures de dislocations et le comportement mécanique, l'effet du pré-écrouissage est sans doute relié à une évolution microstructurale particulière.

L'objectif de ce dernier chapitre est donc d'essayer de comprendre l'origine des effets du pré-écrouissage. Pour cela, l'évolution des composantes cinématique et isotrope de l'écrouissage cyclique ainsi que celle du module d'élasticité seront dans un premier temps étudiées. D'un point de vue macroscopique, l'évolution de l'écrouissage cinématique (contrainte interne) représente l'évolution du centre du domaine élastique et est reliée aux interactions à longue distance entre les dislocations mobiles et la microstructure (joints de grains, précipités incohérents, structures denses de dislocations). L'évolution de R représente, quant à elle, la variation de la taille du domaine élastique et est reliée aux interactions à courtes distances entre les dislocations mobiles et la microstructure (dislocations de la forêt, précipités cohérents...). Ces analyses devraient donc permettre d'entrevoir les évolutions microstructurales responsables de l'effet de pré-écrouissage. Ces analyses seront ensuite confrontées, dans un second temps, à des analyses en microscopie électronique à transmission

des structures de dislocations afin de préciser les mécanismes physiques en termes d'arrangements des structures de dislocations responsables de l'effet du pré-écrouissage sur le comportement cyclique et en fatigue de l'acier inoxydable 304L.

Cette analyse microstructurale sera effectuée sur les éprouvettes de référence, les éprouvettes ayant subi le pré-écrouissage seul et les éprouvettes ayant subi en plus du pré-écrouissage les cycles de fatigue.

IV.1 COMPORTEMENT CYCLIQUE ET EN FATIGUE DE LA NUANCE 304L-EDF

IV.1.1 CONTRIBUTION ET EVOLUTION DE L'ECROUISSAGE ISOTROPE ET CINEMATIQUE

Dans cette partie, la contribution de la part isotrope et cinématique de l'écrouissage généré durant les quatre essais séquentiels PCA_1,8%, PCA_1,5% et PCA_1% pour le chargement en traction-compression et l'essai PCT_1,5% pour le chargement en torsion sera analysée. Nous mettrons ensuite en évidence l'évolution de ces parts d'écrouissage au cours des essais de fatigue réalisés sur les éprouvettes vierges et pré-écrouies.

La procédure adoptée pour cette analyse a été décrite à plusieurs reprises dans la littérature [Dickson et al., 1984; Feugas, 1999; Taleb & Hauet, 2009] en traction-compression et plus récemment dans [Taleb & Hauet, 2009] pour des conditions de chargement biaxial. Elle consiste à identifier la partie linéaire (domaine d'élasticité) dans les boucles contrainte-déformation plastique équivalente pour chaque type de chargement axial ou torsion. Une faible déformation plastique de décalage est admise (offset de l'ordre de 0,0001), σ_{offset} est la contrainte correspondante à cette déformation plastique obtenue lors du déchargement. On définit σ_{max} comme étant la contrainte maximale atteinte dans le cycle, cependant, la valeur de σ_{max} ne correspond pas forcément à la valeur de la déformation maximale imposée ϵ_{max} , et cela à cause de l'intervention de la viscosité. On définit aussi σ_y comme étant la limite d'élasticité estimée lors de la décharge durant le premier cycle (Fig IV-1). Les variables d'écrouissage, isotrope (R) et cinématique (X) sont données par les relations:

$$R = \frac{\sigma_{\text{max}} - \sigma_{\text{offset}}}{2} - \sigma_y \quad \text{EQ IV-1}$$

$$X = \frac{\sigma_{\text{max}} + \sigma_{\text{offset}}}{2} \quad \text{EQ IV-2}$$

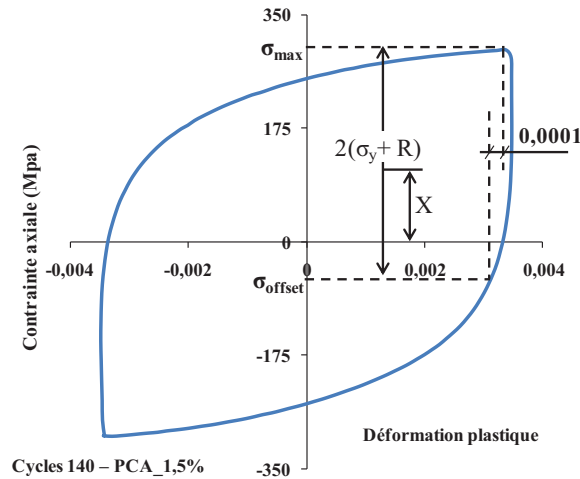


Fig IV-1. Procédé d'identification des variables d'écrouissage R et X (chargement axial).

Cependant, cette méthode présente quelques limites. Le choix de la valeur de l'offset a une importante influence sur les valeurs des variables cinématique et isotrope de l'écrouissage. Une augmentation de la valeur de l'offset augmente la valeur de la variable isotrope et diminue celle de la variable cinématique de l'écrouissage. De plus, la variation du module d'élasticité au cours de chargement joue aussi un rôle important notamment sur l'estimation de la déformation plastique. Cette variation du pseudo module d'élasticité est présentée en détails dans la section **IV.2.1**.

IV.1.1.1 Phase de pré-écrouissage

Les évolutions des composantes cinématique (X) et isotrope (R) pour les trois essais séquentiels axiaux PCA_1,8%, PCA_1,5% et PCA_1% réalisés sur la nuance EDF sont présentées figure **Fig IV-2**. Nous avons pu faire les constatations suivantes :

L'écrouissage cyclique cinématique est plus important que l'écrouissage isotrope. Ce dernier présente des valeurs très faibles au cours des quatre premiers paliers de déformation (amplitude de déformation totale imposée de 0,2% à 0,5%) de la première séquence pour les trois essais effectués. Cependant, une augmentation significative est observée pour les niveaux à amplitude de déformation élevée (1%, 1,5% et 1,8%). En outre, l'écrouissage cyclique cinématique est fortement dépendant de l'histoire du chargement appliqué, il augmente pendant la première et la troisième séquence à amplitudes de déformation croissante, tandis qu'une diminution est observée pendant la deuxième et la quatrième séquence à amplitude de déformation décroissante. Cependant, la part isotrope est peu

dépendante de l'effet de la mémoire de déformation. Nous constatons aussi que le niveau d'érouissage cinématique enregistré pour les niveaux d'amplitude de déformation maximale (les points sommets) durant la troisième séquence de l'essai PCA_1,5% est supérieur à celui enregistré durant la première contrairement à l'essai PCA_1% où les deux sommets sont équivalents.

L'effet de mémoire des amplitudes de déformation maximale sur la réponse du 304L durant les essais séquentiels est clairement visible à travers la différence des niveaux de saturation de l'érouissage cinématique et isotrope. En effet, après l'application de la deuxième séquence, les niveaux de saturation de R et X ne retrouvent pas leurs niveaux de saturation initiaux enregistrés au cours de la première séquence. ΔX et ΔR représentent la différence entre les niveaux de saturation constatés entre différentes séquences à amplitude de déformation donnée.

La comparaison entre les deux premières séquences montre, par exemple pour l'amplitude de déformation la plus faible 0,2%, que ΔX est égale à 45 MPa pour PCA_1,8%, 30 MPa pour PCA_1,5% et 25 MPa pour PCA_1%. Les mêmes constatations peuvent être faites pour l'écart ΔR observés pour les trois essais, sa valeur passe de 27 MPa pour PCA_1,8% à 19 MPa pour PCA_1,5% et 9 MPa pour PCA_1%. Cependant, la comparaison des niveaux d'érouissage obtenus durant la troisième et la quatrième séquence par rapport à la deuxième montre que ΔX et ΔR sont très faibles. Nous constatons alors que ΔX et ΔR sont respectivement de l'ordre de 10 MPa et 5 MPa pour l'essai PCA_1,5% et 5 MPa et 2 MPa en ce qui concerne l'essai PCA_1%.

Ces résultats semblent donc montrer, dans un premier temps, qu'une augmentation d'amplitude de déformation durant la première séquence agit principalement sur la contrainte cinématique durant les niveaux à faible amplitude de déformation et sur les deux composantes pour les niveaux d'amplitude de déformation élevée. Ensuite, la diminution de l'amplitude de déformation permet de restaurer partiellement le niveau de contrainte cinématique, tandis que la contrainte isotrope présente une très légère diminution. L'effet de mémoire sur la courbe cyclique est donc lié en grande partie, à cette restauration incomplète de la contrainte interne.

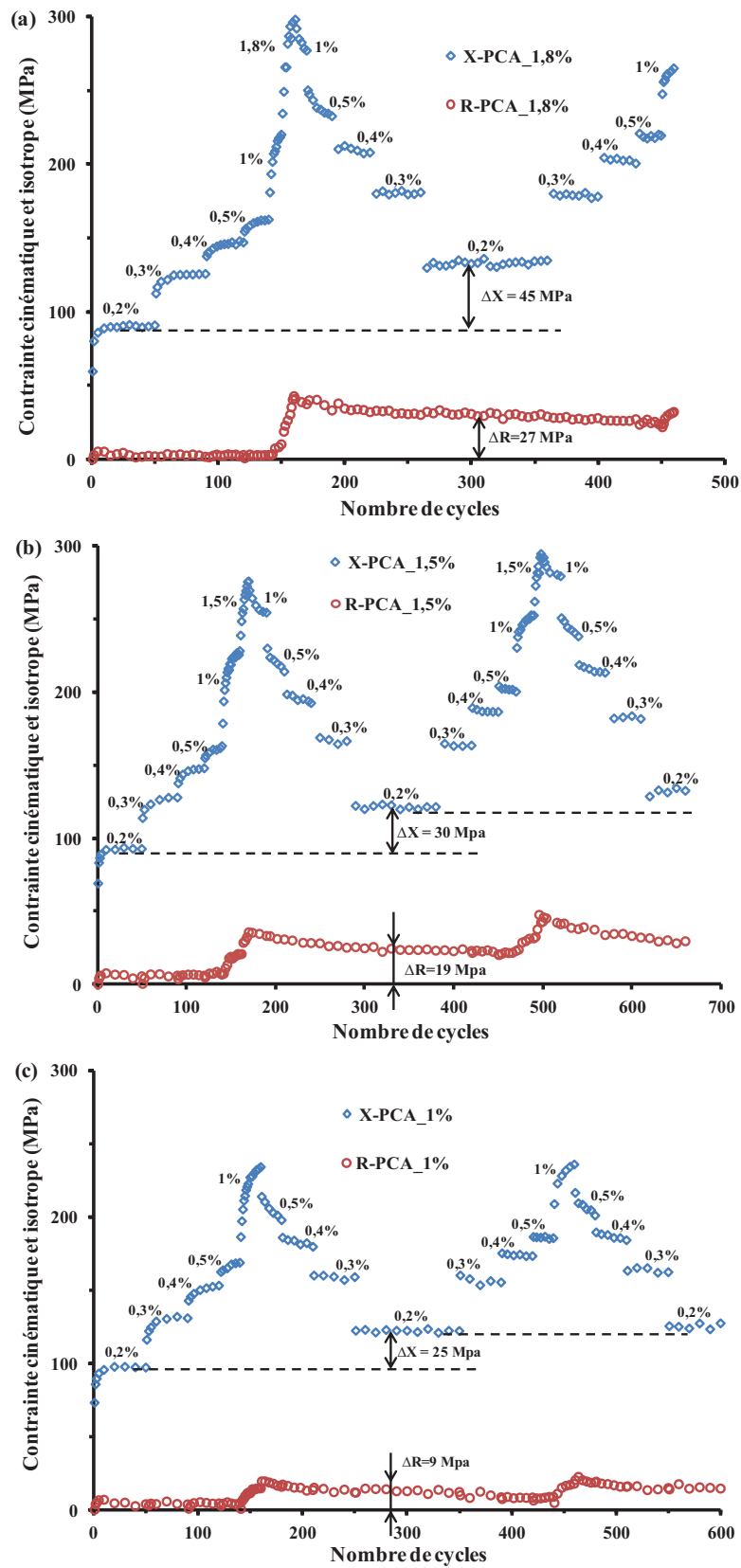


Fig IV-2. Evolution des composantes cinématique et isotrope de l'écroutissage en fonction du nombre de cycles pour les essais séquentiels en traction-compression: (a) PCA_{1,8%}, (b) PCA_{1,5%} et (c) PCA_{1%}.

Nous pouvons par ailleurs constater que la diminution de l'amplitude de déformation maximale diminue l'écart entre les niveaux de saturation de l'érouissage cinématique (X) et/ou l'érouissage isotrope (R) (Fig III-6). Dans le cas des faibles amplitudes de déformation, la restauration de la contrainte cinématique est plus importante. Cela explique la tendance observée dans le chapitre III concernant l'unicité de la courbe cyclique pour les faibles amplitudes.

Concernant l'effet de la direction du chargement de pré-érouissage, la comparaison de R et X calculés pour les deux essais axial PCA_1,5% et en torsion PCT_1,5% permet d'évaluer la différence d'effet de mémoire de la déformation entre les directions de chargements (Fig IV-3). Dans les deux cas, l'évolution de l'érouissage est essentiellement de nature cinématique notamment pour les paliers à faible amplitude de déformation. Le chargement en torsion développe néanmoins un érouissage cinématique plus important par rapport à la direction axiale durant les cinq premiers paliers de la première séquence en accord avec les résultats observés concernant les courbes cycliques (Fig III-12).

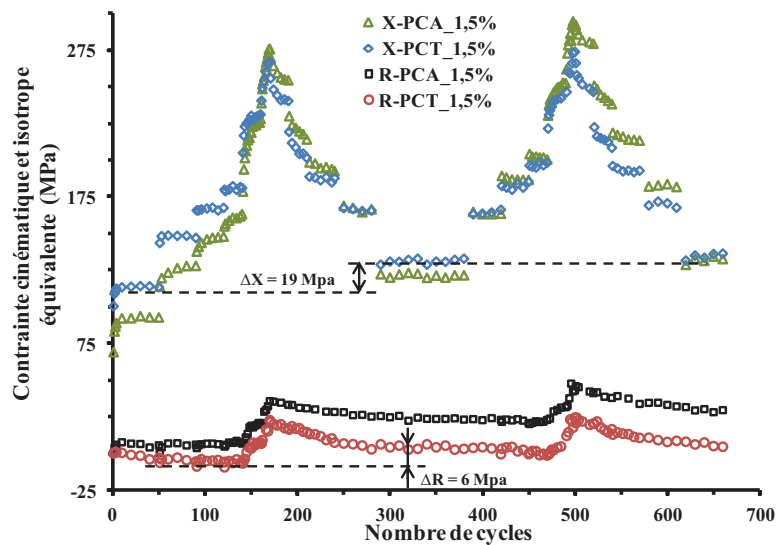


Fig IV-3. Comparaison des évolutions des composantes cinématique et isotrope de l'érouissage pour les essais PCA_1,5% et PCT_1,5%.

Durant la deuxième séquence, pour un même niveau de X maximal (environ 275 MPa à la fin de la première séquence), les niveaux de saturation de l'érouissage cinématique pour l'essai axial PCA_1,5% sont supérieurs par rapport à l'essai en torsion sauf pour le niveau de déformation le plus faible (0,2%). Cependant, l'effet de mémoire de déformation pour l'essai

en torsion PCT_1,5% est moins important par rapport à la direction axiale. Le ΔX observée pour le niveau de déformation le plus faible (0,2%) est égal à 19 MPa en torsion contre 30 MPa pour l'essai axial. Il semble donc que le chargement en torsion favorise la restauration de la contrainte cinématique lié à l'effet de mémoire de déformation. Durant la troisième séquence, l'érouissage cinématique pour les deux directions de chargement garde plus ou moins des niveaux de saturation équivalents. Toutefois, les niveaux de saturation de l'érouissage cinématique restent supérieurs pour les cycles axiaux durant la dernière séquence.

En ce qui concerne l'évolution de l'érouissage isotrope, nous constatons que ce dernier est en faveur des cycles axiaux tout au long des cycles. Contrairement aux cycles axiaux, l'érouissage isotrope des cycles en torsion a présenté une diminution continue dès les premiers cycles jusqu'à une valeur minimale (négative) correspondant à la fin du niveau de déformation 0,5% de la première séquence. Une augmentation de l'érouissage isotrope est ensuite observée durant les deux paliers à déformation équivalente élevée (1% et 1,5%) jusqu'à une valeur maximale positive. Cependant, cette valeur reste inférieure à celle observée pour le pré-érouissage axial (**Fig IV-3**). Cela peut expliquer le niveau de durcissement moins important observé sur les courbes cycliques en torsion. Ces dernières étaient en dessous des courbes axiales.

Pour l'ensemble des essais séquentiels réalisés en traction-compression sous différentes amplitudes de déformation maximale ou en torsion à l'amplitude de déformation équivalente 1,5%, la variation de l'érouissage isotrope R est largement inférieure à la variation de l'érouissage cinématique démontrant le caractère essentiellement cinématique de l'érouissage. Pour la suite de l'analyse, la contrainte effective ($\sigma_y + R$) a été étudiée au détriment de R car cette dernière est liée directement aux mécanismes locaux de déformation et permet donc d'obtenir des informations supplémentaires concernant les mécanismes de pré-érouissage.

IV.1.1.2 Phase de fatigue

L'évolution de la contrainte interne (X) et de la contrainte effective (σ_{eff}) au cours des essais de fatigue sur éprouvettes vierges et pré-érouies est présentée dans les figures **Fig IV-4.a-d**. Il faut noter que ces résultats comparatifs sont naturellement liés au choix de l'offset.

L'évolution des deux partitions de la contrainte est similaire pour l'essai de référence comme pour les essais avec pré-écrouissage. Les valeurs de la contrainte effective sont plus élevées que celles de la contrainte interne. Concernant σ_{eff} un adoucissement continu est observé jusqu'à la rupture. Dans le cas du pré-écrouissage en torsion, la contrainte effective est beaucoup plus élevée par rapport à X comparativement aux deux autres états (vierge et PCA).

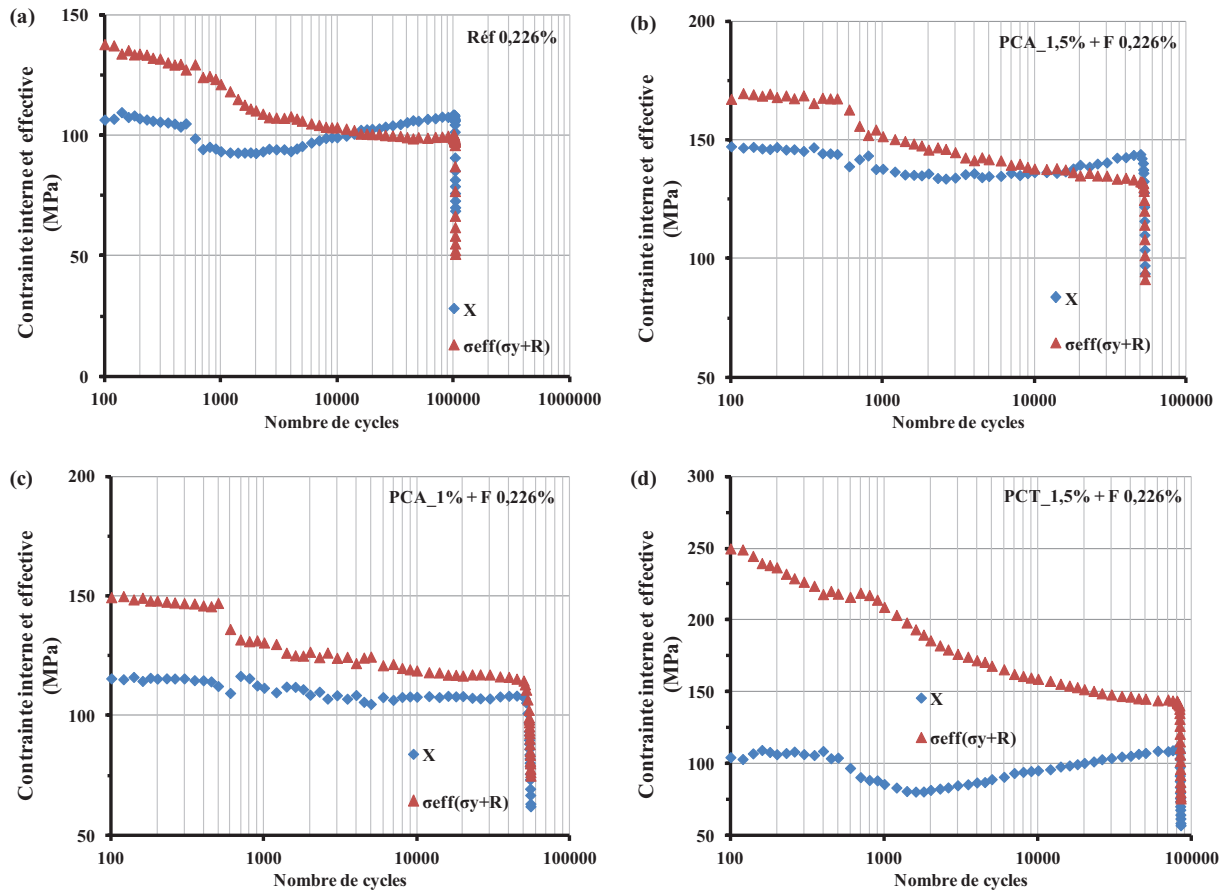


Fig IV-4. Evolution de la contrainte interne (X) et de la contrainte effective (σ_{eff}) en fonction du nombre de cycles au cours des essais de fatigue à 0,226% : (a) essai de référence, (b) essai sur éprouvette pré-écrouie à PCA_1,5%, (c) essai sur éprouvette pré-écrouie à PCA_1% et (d) essai sur éprouvette pré-écrouie à PCT_1,5%.

Pour la contrainte interne, une augmentation est observée au cours des premiers cycles suivie par une diminution puis une nouvelle phase d'augmentation jusqu'à la rupture pour l'essai de référence ainsi que les essais avec pré-écrouissage à 1,5% en axial et en torsion. Cette dernière phase d'augmentation semble correspondre au durcissement cyclique secondaire (DCS), néanmoins, la compensation des évolutions de X et σ_{eff} empêche l'apparition du DCS, au niveau de la contrainte d'écoulement (voir section III.1.2.1 et

III.1.2.2). Une évolution stable de X est constatée pour l'essai avec pré-écrouissage axial à 1% (Fig IV-4.c).

La comparaison de l'évolution de X et de σ_{eff} obtenue au cours des essais avec et sans pré-écrouissage permet d'évaluer l'effet de l'amplitude et de la direction du pré-écrouissage. Les niveaux moyens de l'écrouissage cinématique (X) observés au cours des essais de référence et du PCT sont équivalents. Cependant, le niveau de X observé pour l'essai avec pré-écrouissage axial à PCA_1% et PCA_1,5% est significativement plus élevé par rapport aux niveaux enregistrés pour l'essai de référence (Fig IV-5.a), le niveau pour PCA_1,5% étant le plus élevé.

En ce qui concerne l'effet du pré-écrouissage sur l'évolution de la contrainte effective, on observe au cours des premiers cycles un niveau très important pour l'essai avec pré-écrouissage en torsion, l'effet de pré-écrouissage axial sur σ_{eff} étant beaucoup moins important. La contrainte effective est 77% plus élevée après le pré-écrouissage en torsion, 19% après pré-écrouissage axial à 1,5% et seulement 6% après pré-écrouissage axial à 1% (Fig IV-5.b). Ensuite, la composante effective de la contrainte manifeste une diminution très marquée dans le cas du pré-écrouissage en torsion pour atteindre un niveau sensiblement équivalent à celui observé pour le pré-écrouissage axial.

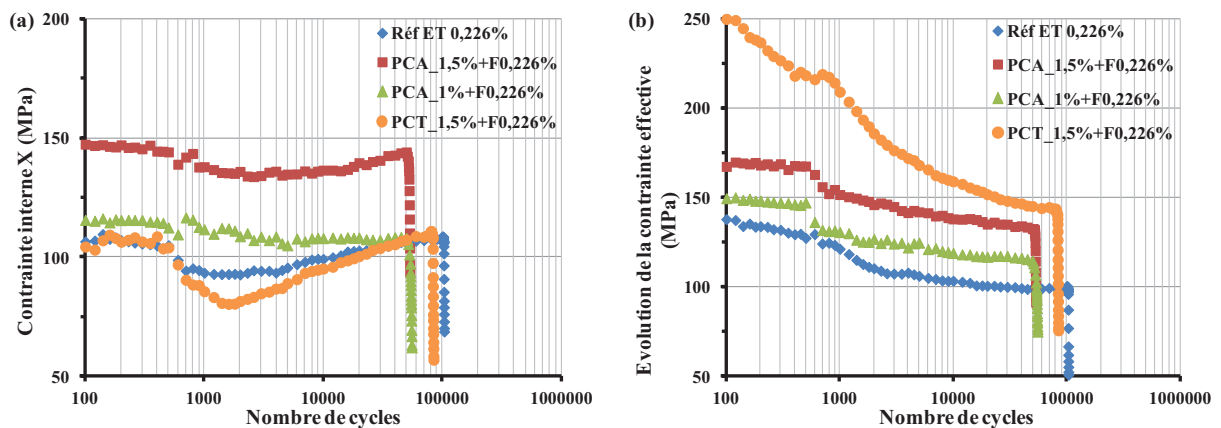


Fig IV-5. Comparaison de l'effet du pré-écrouissage sur l'évolution de (a) la contrainte interne (X) et (b) la contrainte effective (σ_{eff}) en fonction du nombre de cycles de fatigue.

Il semble ainsi que le pré-écrouissage axial affecte essentiellement la partie cinématique de la contrainte alors que le pré-écrouissage en torsion à amplitude équivalente affecte sensiblement la partie isotrope de la contrainte. Pour ce type d'essais avec pré-écrouissage en

torsion, le changement de trajet de chargement entre la phase de pré-écrouissage et la phase de fatigue risque d'engendrer un phénomène d'écrouissage croisé [Aubin et al., 2003; Hassan et al., 2008; Taleb & Hauet, 2009]. Les résultats obtenus montrent donc que cet écrouissage croisé semble être porté par la contrainte effective [Taleb & Cailletaud, 2010].

IV.1.2 ANALYSE MICROSTRUCTURALE ET CORRELATION MACROSCOPIQUE

Afin de mieux comprendre le comportement macroscopique présenté par cette nuance de 304L, des observations microscopiques ont été réalisées par microscopie électronique à transmission (MET). six états ont été étudiés: deux échantillons ayant subi le pré-écrouissage seul à PCA_1,5% et PCA_1% et les autres échantillons ayant subi en plus du pré-écrouissage des cycles de fatigue en traction-compression à amplitude de déformation de 0,226%.

IV.1.2.1 Microstructures de l'éprouvette de référence

L'étude des microstructures d'éprouvettes ayant subi les cycles de fatigue en traction-compression à 0,226% a montré que les dislocations forment essentiellement des enchevêtrements, des veines et canaux, des murs qui tendent à évoluer en bandes de glissement persistantes (BGP), et très rarement des cellules. En outre, dans certains grains d'orientation favorable on trouve des accumulations de mâcles et de fautes d'empilement [Hauet et al., 2010].

IV.1.2.2 Microstructures des éprouvettes ayant subi le pré-écrouissage seul

Deux caractéristiques sont clairement observées sur les éprouvettes ayant subi le pré-écrouissage seul: tout d'abord, une densité de dislocations assez élevée dans les deux échantillons, et d'autre part, de nombreux arrangements de dislocations intermédiaires.

a. Eprouvette pré-écrouie à PCA_1,5%

Après la réalisation des cycles de pré-écrouissage à PCA_1,5%, on observe dans beaucoup de grains plusieurs systèmes de fautes d'empilement et mâcles avec des lamelles de martensite ϵ et aussi des îlots de la martensite α' (Fig IV-6.a) aux intersections des fautes. Les échantillons présentent des structures intermédiaires, principalement des murs et des cellules (Fig IV-6.b) et des mélanges d'arrangements de dislocations avec des structures en échelle et

labyrinthes (**Fig IV-6.c**). Les structures en murs sont irrégulières et l'espacement entre eux est hétérogène. Les structures observées indiquent, qu'à ce niveau de pré-écrouissage, de nombreux glissements multiples sont activés.

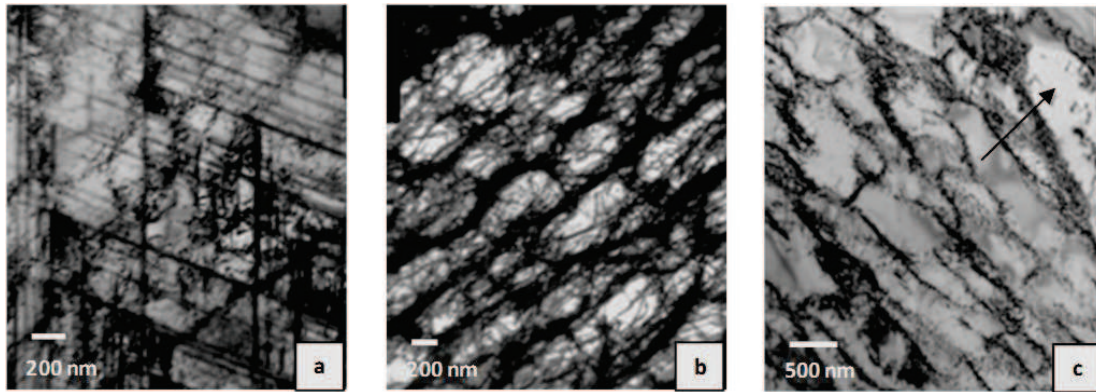


Fig IV-6. Microstructure après la phase pré-écrouissage à PCA_1,5% : (a) micromâcles et martensite α' , (b) murs et cellules et (c) structures de dislocations mixtes avec des structures en échelles (voir la flèche).

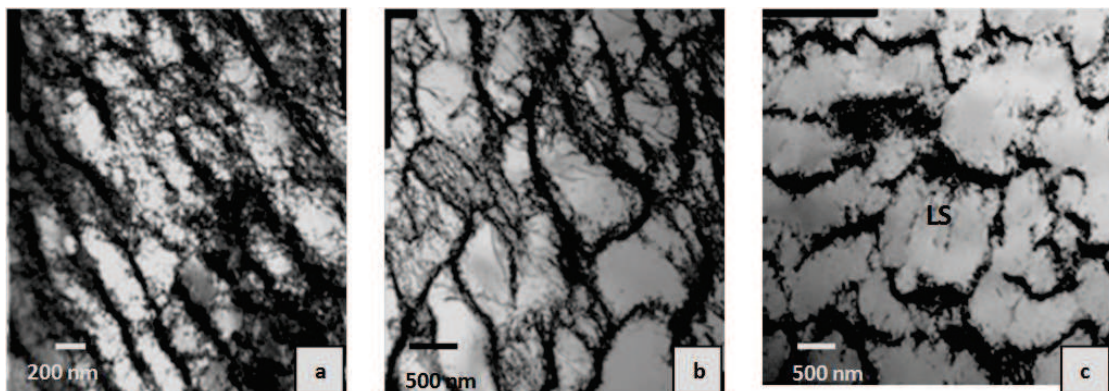


Fig IV-7. Microstructure après la phase pré-écrouissage à PCA_1% : (a) veines et murs, (b) cellules et labyrinthes et (c) structures en échelles (LS) dans une matrice de veines.

b. Eprouvette pré-écrouie à PCA_1%

À la suite des séquences de pré-écrouissage PCA_1%, la plupart des grains présentent des structures intermédiaires entre veines et murs (**Fig IV-7.a**), mais aussi des labyrinthes, des cellules allongées (**Fig IV-7.b**) et certaines structures en échelle (**Fig IV-7.c**) sont également souvent observées. L'espacement entre les murs ainsi que la taille des cellules est fortement hétérogène. De faibles quantités de fautes d'empilement et de mâcles ont été observées, avec des îlots de martensite α' formés aux intersections de deux systèmes de mâclage.

c. Eprouvette pré-écrouie à PCT_1,5%

On observe sur les échantillons pré-écrouis en torsion PCT_1,5%, des structures intermédiaires entre veines et murs (**Fig IV-8.a et c**). Des bandes de glissement persistantes (BGP) sont aussi observées (**Fig IV-8.b**), cette structure semblant constituer ici la structure majoritaire. De plus, des défauts, mâcles et ilots de martensite en très faible quantité sont également observés. Par contre, peu de labyrinthes et aucune structure en cellule n'ont été analysés. Cela semble indiquer que, contrairement au pré-écrouissage axial, l'état microstructural après pré-écrouissage en torsion à amplitude équivalente correspond aux structures de dislocations de la deuxième région sur la courbe contrainte – déformation plastique discutée dans le chapitre I (section I.4.2).

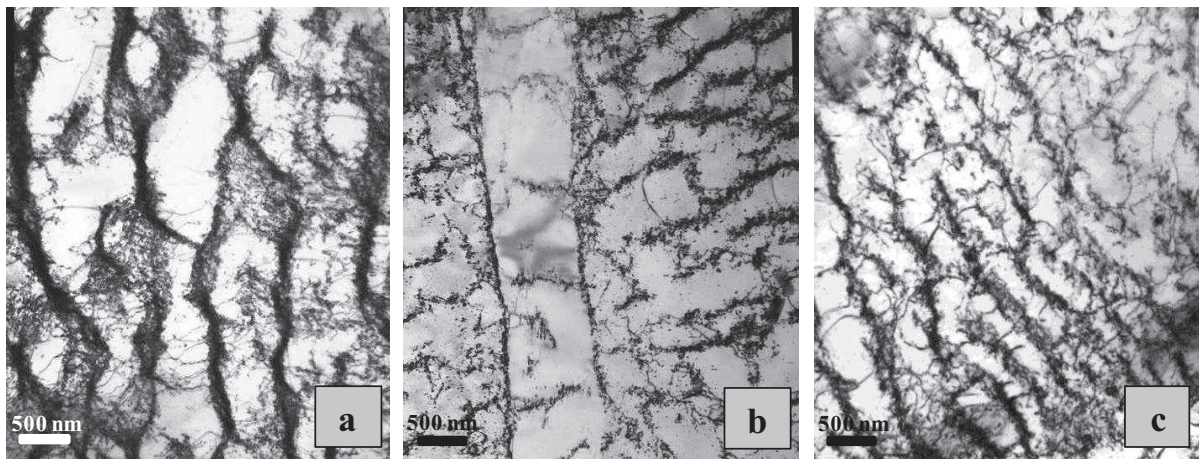


Fig IV-8. Microstructure après la phase pré-écrouissage à PCT_1,5% : (a) structures intermédiaires entre veines et murs, (b) bandes de glissement persistantes et (c) structures de dislocations mixtes.

IV.1.2.3 Microstructures des éprouvettes ayant subi le pré-écrouissage et la fatigue

a. Eprouvette ayant subi PCA_1,5% et la fatigue à 0,226%

A la rupture, l'échantillon présente de nombreuses fautes d'empilement, mâcles et martensite α' (**Fig IV-9.a**). On observe essentiellement des cellules de dislocations (**Fig IV-9, b et c**) qui semblent être plus nombreuses qu'après l'application du pré-écrouissage seul. Cela indique que de nouvelles cellules ont été formées durant la phase de fatigue. Ces structures sont souvent bien dessinées, isotrope, avec des parois affinées. Dans certains grains, un

contraste d'orientation est apparu (Fig IV-9.c), indiquant l'existence de joints géométriquement nécessaires. On note cependant l'absence de structures en murs observées après la phase de pré-écrouissage, ces derniers ont été partiellement détruits ou parfois affinés durant les cycles de fatigue permettant ainsi la formation des labyrinthes et des nouvelles cellules (Fig IV-9).

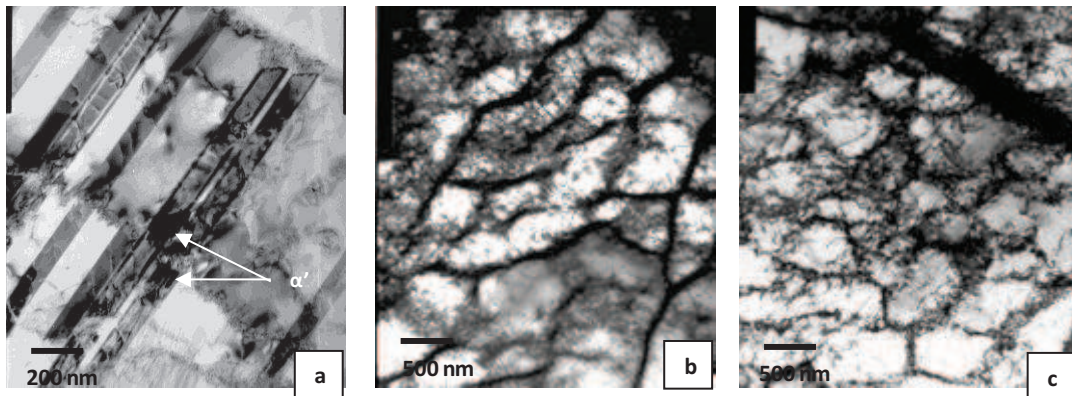


Fig IV-9. Microstructure après fatigue à 0,226% de l'éprouvette pré-écrouie à PCA_1,5% : (a) mâcles et martensite α' , (b) labyrinthes et cellules et (c) structures en cellules affinées.

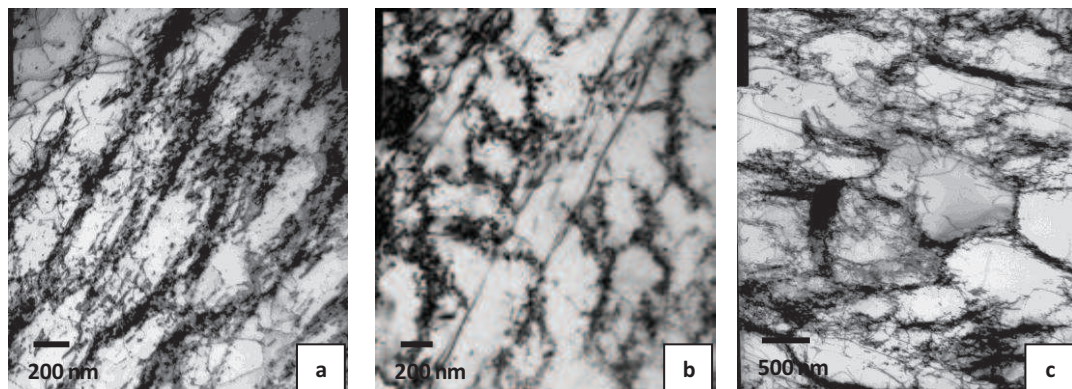


Fig IV-10. Microstructure après fatigue à 0,226% de l'éprouvette pré-écrouie à PCA_1% : (a) murs, (b) cellules et structures en échelle et (c) cellules en formation.

b. Eprouvette ayant subi PCA_1% et la fatigue à 0,226%

A la rupture, la structure majoritaire est formée de murs et canaux (Fig IV-10, a et b). Cependant, des cellules ont également été observées ainsi que des structures en échelle (Fig IV-10, b et c) et de rares labyrinthes. Dans certaines régions, les murs et les cellules semblent avoir été affinés au cours de l'essai de fatigue. Une petite quantité de fautes d'empilement et mâcles ont été encore observés. Il semble donc, dans ce cas, que la microstructure évolue peu au cours de l'essai de fatigue par rapport à celle observée après la phase de pré-écrouissage.

c. Eprouvette ayant subi PCT_1,5% et la fatigue à 0,226%

En raison de changement de la direction de chargement entre les cycles de pré-écrouissage et les cycles de fatigue et de l'effet du phénomène croisé, de nombreuses dislocations sont observées au niveau des zones molles (intérieur de cellules, espace inter-murs). On observe de plus (Fig IV-11.a) la destruction d'anciens murs formés après la phase de pré-écrouissage puis la formation de nouveaux murs perpendiculaires aux premiers. On observe également l'émergence des cellules à partir des anciennes structures de veines (Fig IV-11.b) ou à partir des anciennes structures de dislocations détruites (Fig IV-11.c).

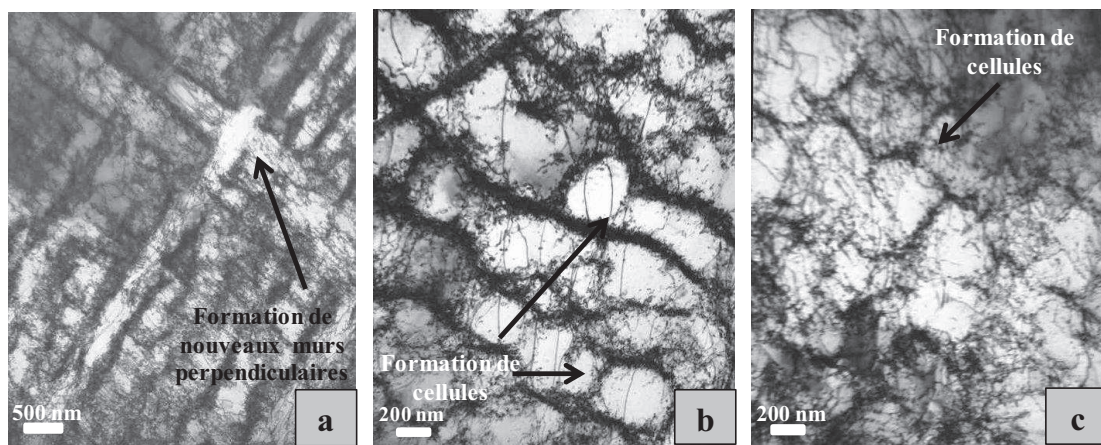


Fig IV-11. Microstructure après fatigue à 0,226% de l'éprouvette pré-écrouie à PCT_1,5% : (a) formation de nouveaux murs perpendiculaires aux premiers, (b) et (c) formation de cellules.

IV.2 COMPORTEMENT CYCLIQUE ET EN FATIGUE DE LA NUANCE 304L-COM

Au cours de cette deuxième partie de ce chapitre, les résultats macroscopiques obtenus pour les différents essais réalisés sur la nuance commerciale de l'acier inoxydable 304L seront analysés à travers, premièrement, les évolutions du module d'élasticité afin de voir la possibilité de quantifier un éventuel endommagement du matériau lié à la phase de pré-

écrouissage et deuxièmement à travers les évolutions de la contrainte interne et de la contrainte effective liées à l'évolution de la microstructure du matériau au cours des cycles de pré-écrouissage et de fatigue.

IV.2.1 EVOLUTION DU MODULE D'ELASTICITE AU COURS DES CYCLES DE FATIGUE

Une première approximation du module d'élasticité effectif a été estimée au cours de la décharge sur chaque boucle d'hystérésis durant la phase pré-écrouissage et/ou fatigue des essais réalisés. En cours de décharge et sur un domaine linéaire d'une taille en contrainte déterminée selon la procédure présentée dans la figure (Fig IV-12), un pseudo module d'élasticité a été déterminé par la pente d'une droite de régression. Ce dernier évolue au cours des cycles ce qui peut être, d'après Lemaître et Chaboche [Lemaître et al., 2009], un indicateur de l'endommagement du matériau par fatigue. Cette évolution est liée sans doute aux changements microstructuraux apparus au cours du chargement du matériau. Le module d'élasticité effectif de l'acier inoxydable 304L vierge a été estimé à environ 190 GPa tandis que le module de cisaillement a été estimé à environ 73 GPa (estimé sur un intervalle de 60% au lieu de 40% de la contrainte maximale fixé pour le module d'élasticité).

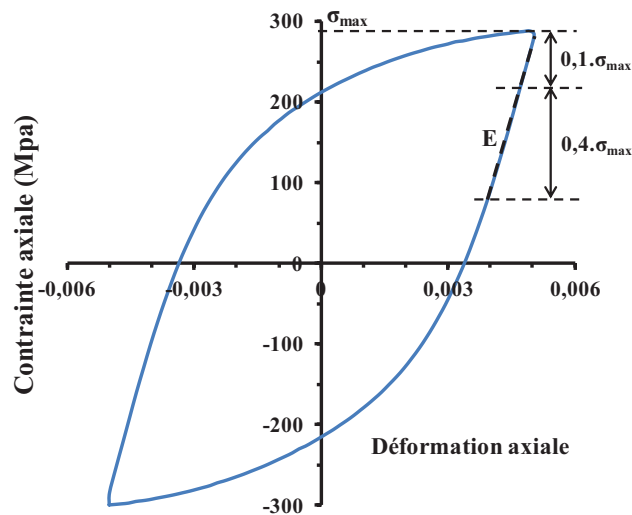


Fig IV-12. Procédure d'identification de pseudo module d'élasticité.

Lors des cycles de pré-écrouissage axial à PCA_1,5% ou de pré-écrouissage PCT_1,5%, l'évolution du pseudo module d'élasticité ou du pseudo module de cisaillement G présente une forte dépendance à l'histoire de chargement (Fig IV-13.a et b). Dans le cas des essais

axiaux, le pseudo module d'élasticité décroît durant toute la première séquence jusqu'à une valeur minimale (170 GPa) avec une réduction d'environ 10% par rapport à la valeur initiale. Durant la deuxième séquence, le pseudo module d'élasticité augmente jusqu'à une valeur maximale (180 GPa) mais qui reste inférieure à la valeur initiale du module d'élasticité, la réduction dans ce cas est de 5%. Pendant la troisième et la quatrième phases du chargement, l'évolution du pseudo module d'élasticité présente à nouveau une diminution puis une augmentation. Cependant, à la fin de chacune de ces séquences cette pente est légèrement inférieure à celle enregistrée à la fin de la première (167 GPa au lieu de 170 GPa) et la deuxième séquence (177 GPa au lieu de 180 GPa). La dépendance de l'évolution de la pente à la décharge vis-à-vis d'une pré-déformation a été observée auparavant par [Yamaguchi et al., 1998] sur un acier à faible teneur de carbone et un acier inoxydable austénitique 304 et par [Yoshida et al., 2002] sur des aciers à haute et à moyenne résistance. D'après Yamagushi et al. [Yamaguchi et al., 1998], la pente à la décharge de l'acier inoxydable 304 décroît avec l'augmentation de l'amplitude de déformation.

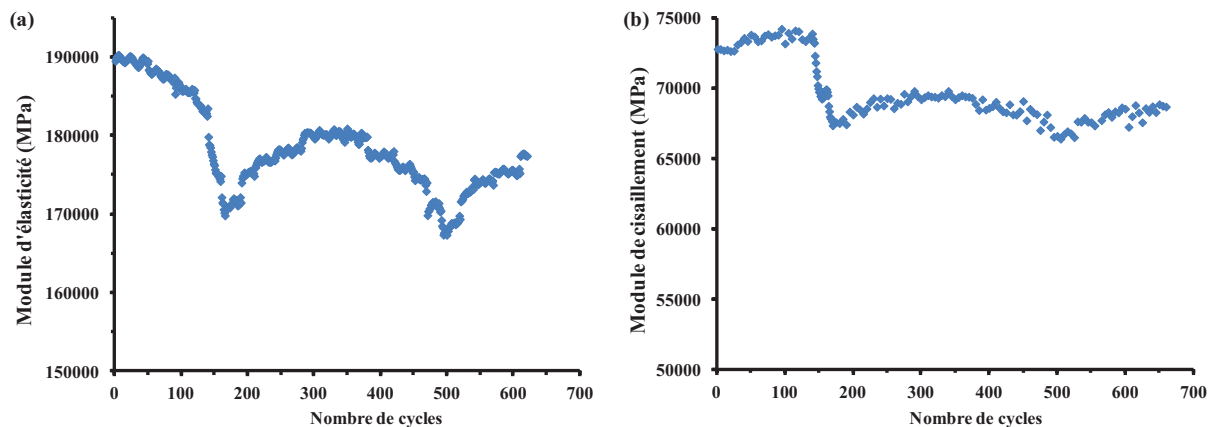


Fig IV-13. Evolution (a) du module d'élasticité durant le pré-écrouissage axial PCA_1,5% et (b) du module de cisaillement durant le pré-écrouissage en torsion PCT_1,5%.

Au cours des essais de fatigue, l'évolution du pseudo module d'élasticité pour le matériau vierge comme pour le matériau pré-écroui présente en général trois régimes (Fig IV-14) pour les trois niveaux de déformation appliqués. Une forte décroissance du pseudo module d'élasticité est observée durant les premiers cycles jusqu'à une valeur asymptotique puis une phase de saturation est constatée suivie par une nouvelle phase de décroissance.

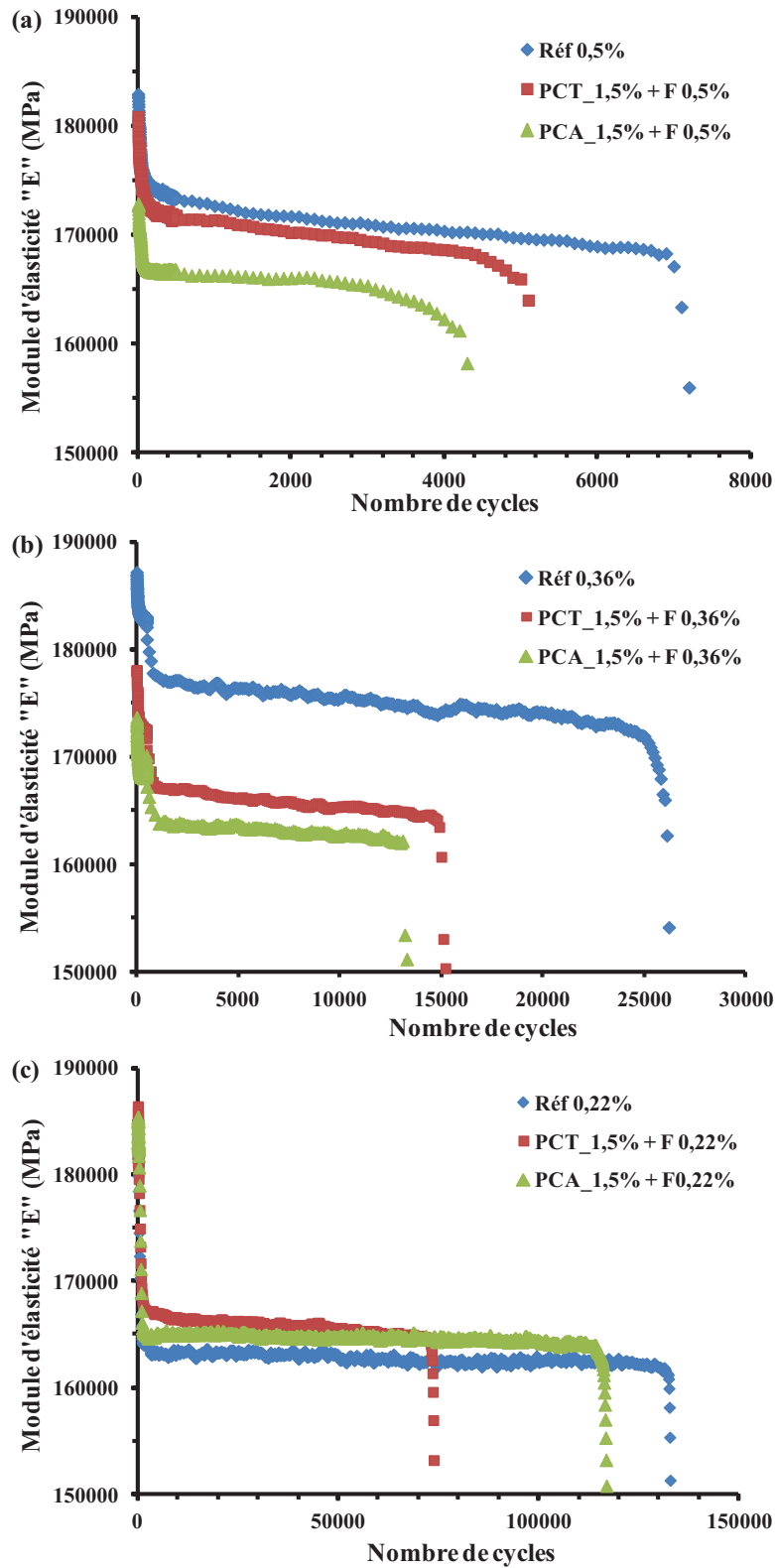


Fig IV-14. Evolution du module d'élasticité durant les cycles de fatigue avec et sans pré-écrouissage à amplitude de déformation : (a) 0,5%, (b) 0,36% et (c) 0,22%.

Le pré-écrouissage axial et en torsion réduisent le module d'élasticité E pour les essais de fatigue à 0,36% et essais à 0,5% (**Fig IV-14.a et b**), cependant, le pré-écrouissage axial et en torsion l'augmente légèrement pour les 0,22% (**Fig IV-14.c**). La difficulté de corrélation entre les réductions de durée de vie due au pré-écrouissage et la réduction des modules d'élasticité rend difficile l'estimation de l'endommagement suivant le mode du pré-écrouissage. Des investigations microstructurales semblent nécessaires pour permettre ainsi de comprendre les différents mécanismes physiques liés au mode de pré-écrouissage et l'endommagement induit par ces cycles.

IV.2.2 CONTRIBUTION ET EVOLUTION DE L'ECROUISSAGE ISOTROPE ET CINEMATIQUE

Cette partie a pour but de présenter les évolutions de la contrainte effective et de la contrainte interne déterminées sur la nuance commerciale de l'acier inoxydable austénitique 304L pour la phase de pré-écrouissage cyclique réalisée en traction-compression ou en torsion et la phase de fatigue réalisée sous différentes amplitudes de déformation.

IV.2.2.1 Phase de pré-écrouissage

Tout comme pour le cas de la nuance EDF, l'évolution de la contrainte interne est fortement dépendante de l'histoire du chargement appliqué dans les deux cas de chargement axial et en torsion (**Fig IV-15**). La contrainte interne augmente pendant la première et la troisième séquences à amplitude de déformation croissante et diminue pendant la deuxième et la quatrième séquences à amplitude de déformation décroissante. Nous observons une parfaite correspondance avec l'évolution de la contrainte maximale durant les deux essais axial et en torsion.

En ce qui concerne l'évolution de la composante effective, nous constatons que cette dernière est peu dépendante de l'évolution de la contrainte maximale au cours des cycles des deux essais. Durant la première séquence de chargement, la contrainte effective présente une décroissance continue dès les premiers cycles du premier palier à déformation faible (0,2%) puis une croissance irrégulière correspondant aux passages de l'amplitude de déformation jusqu'à une valeur maximale. Par ailleurs, nous constatons que la contrainte effective est supérieure à la contrainte interne au cours des trois premiers paliers de faible amplitude de déformation de cette séquence de chargement.

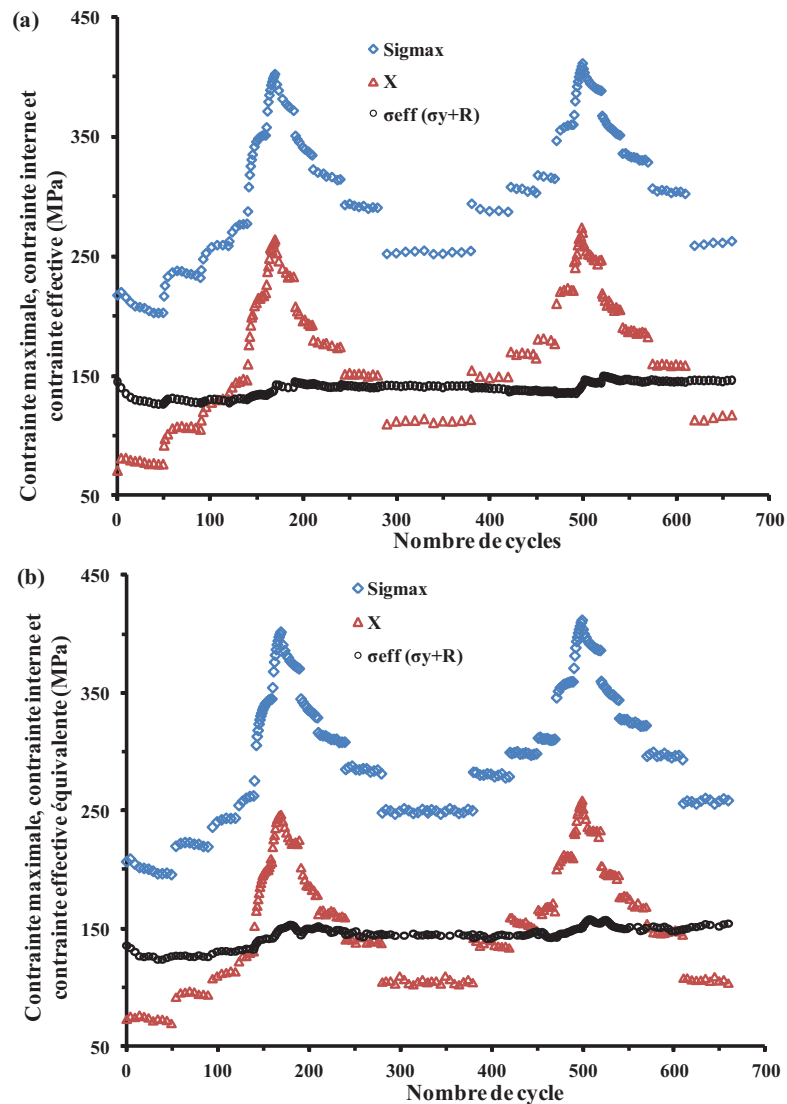


Fig IV-15. Evolution des contraintes maximale, interne et effective durant les essais séquentiels (a) chargement axial PCA_1,5% et (b) chargement en torsion PCT_1,5%.

Durant la deuxième séquence, une légère diminution de la contrainte effective est constatée durant les paliers d'amplitude de déformation élevée (supérieure à 0,3%) puis une quasi saturation est observée jusqu'à la fin de cette séquence. On note que la contrainte effective garde des niveaux équivalents à la contrainte interne durant le palier à amplitude de déformation 0,3% et supérieur durant le palier à amplitude de déformation à 0,2%. Au début la troisième séquence, l'évolution de la contrainte effective présente à nouveau une diminution pour des amplitudes de déformation comprises entre 0,3% et 0,5% puis une augmentation correspondant aux paliers à amplitude de déformation élevée. L'évolution au

cours de la quatrième séquence est caractérisée par une quasi saturation de la contrainte effective jusqu'à la fin des deux essais.

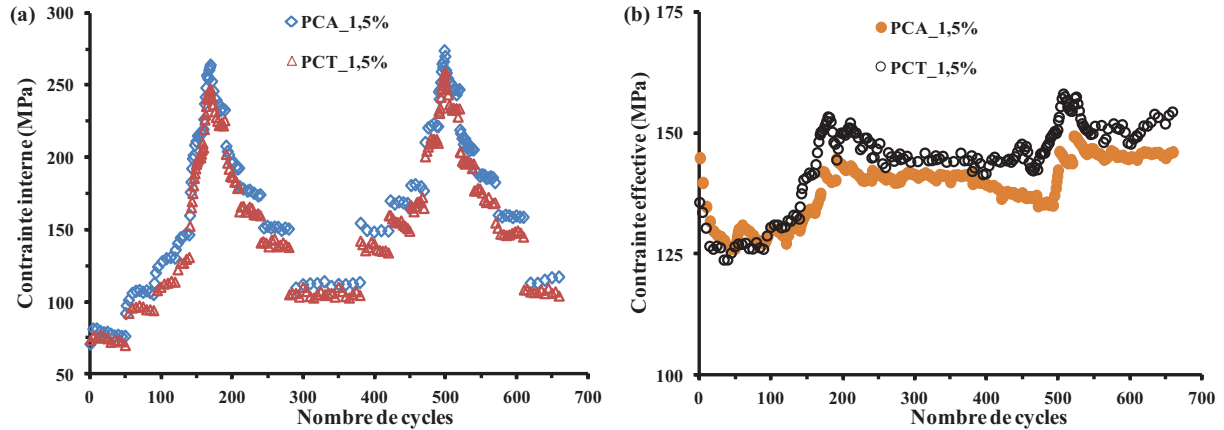


Fig IV-16. Comparaison des évolutions des contraintes (a) interne et (b) effective pour les essais PCA_1,5% et PCT_1,5%.

L'effet de mémoire de déformation est confirmé sur les deux composantes de la contrainte, les niveaux de saturation de X et σ_{eff} ne retrouvent pas leurs niveaux de saturation initiaux enregistrés au cours de la première séquence. L'écart ΔX entre les niveaux de la contrainte interne en première et en deuxième séquence pour l'amplitude de déformation la plus faible 0,2% est estimé à 36 MPa (soit 48% de la contrainte interne initiale) pour l'essai axial PCA_1,5% et 37 MPa (soit 53% de la contrainte interne initiale) pour l'essai en torsion PCT_1,5%. Cependant, l'écart $\Delta\sigma_{\text{eff}}$ entre ces deux niveaux est estimé à 14 MPa (soit 11% de la contrainte effective initiale) pour l'essai axial PCA_1,5% et 17 MPa (soit 13% de la contrainte effective initiale) pour l'essai en torsion PCT_1,5%. Cela confirme que l'effet de la mémoire est porté essentiellement par la contrainte interne au cours des essais séquentiels.

La comparaison de la contrainte interne et effective estimées pour les deux essais axial PCA_1,5% et en torsion PCT_1,5% a permis de confirmer l'effet de mémoire équivalent de la déformation dans les deux directions de chargement (Fig IV-16) en accord avec les résultats observés concernant les courbes cycliques présentées par le 304L-Com (Fig III-21). Dans les deux cas, les niveaux de contrainte sont globalement équivalents.

IV.2.2.2 Phase de fatigue

Nous présentons dans cette partie l'évolution de la contrainte interne et de la contrainte effective au cours des essais de fatigue à amplitude de déformation de 0,22%, 0,36% et 0,5%

sur éprouvette vierge et sur éprouvettes pré-écrouies en axial à PCA_1,5% et en torsion à PCT_1,5%.

En ce qui concerne les essais de référence, nous observons que la contrainte effective est supérieure à la contrainte interne pour l'essai à amplitude de déformation de 0,22% et 0,36%, cependant, l'écart entre les courbes diminue avec l'augmentation de l'amplitude de déformation (Fig IV-17.a et Fig IV-18.a). En effet, durant l'essai de référence à 0,5% la contrainte interne est supérieure à la contrainte effective contrairement aux deux précédents essais (Fig IV-19.a). Nous constatons aussi une augmentation de la contrainte interne jusqu'à la rupture, tandis que, la contrainte effective garde une évolution quasi stable. Cette augmentation de la contrainte interne correspond au durcissement cyclique secondaire présenté par la nuance commerciale de l'acier inoxydable 304L durant cet essai, mais aussi durant l'essai de référence à 0,36%.

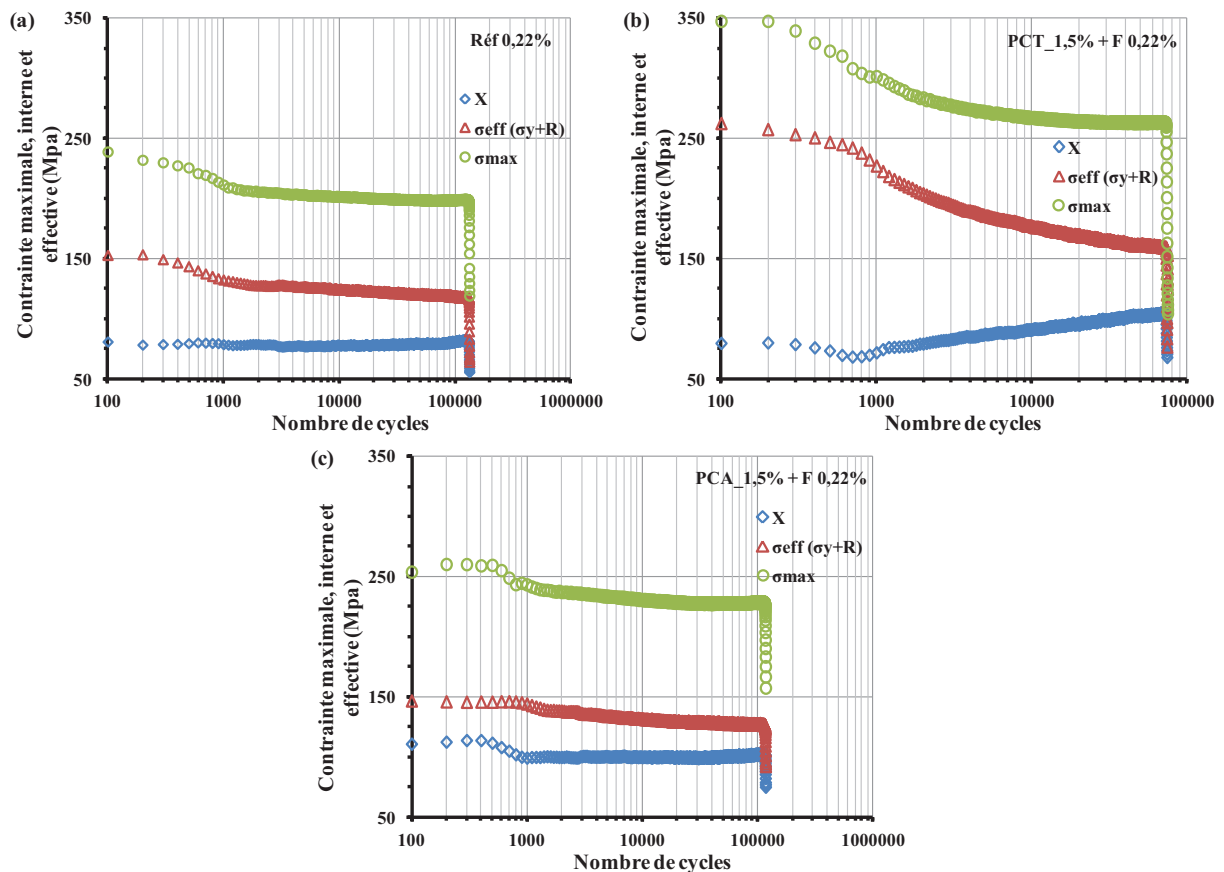


Fig IV-17. Evolution des contraintes maximale, interne et effective durant les essais de fatigue à 0,22%: (a) essai de référence, (b) essai avec pré-écrouissage axial PCT_1,5% et (c) essai avec pré-écrouissage en torsion PCA_1,5%.

Après pré-écrouissage en torsion, les niveaux de contrainte effective sont toujours supérieurs par rapport aux niveaux observés pour la contrainte interne, notamment, pour les essais à amplitude de déformation 0,22% et 0,36%. Pour l'essai à amplitude de déformation élevée (0,5%), la contrainte interne présente des valeurs supérieures à la fin de l'essai à cause de l'apparition du durcissement secondaire porté par l'évolution de la composante interne de la contrainte.

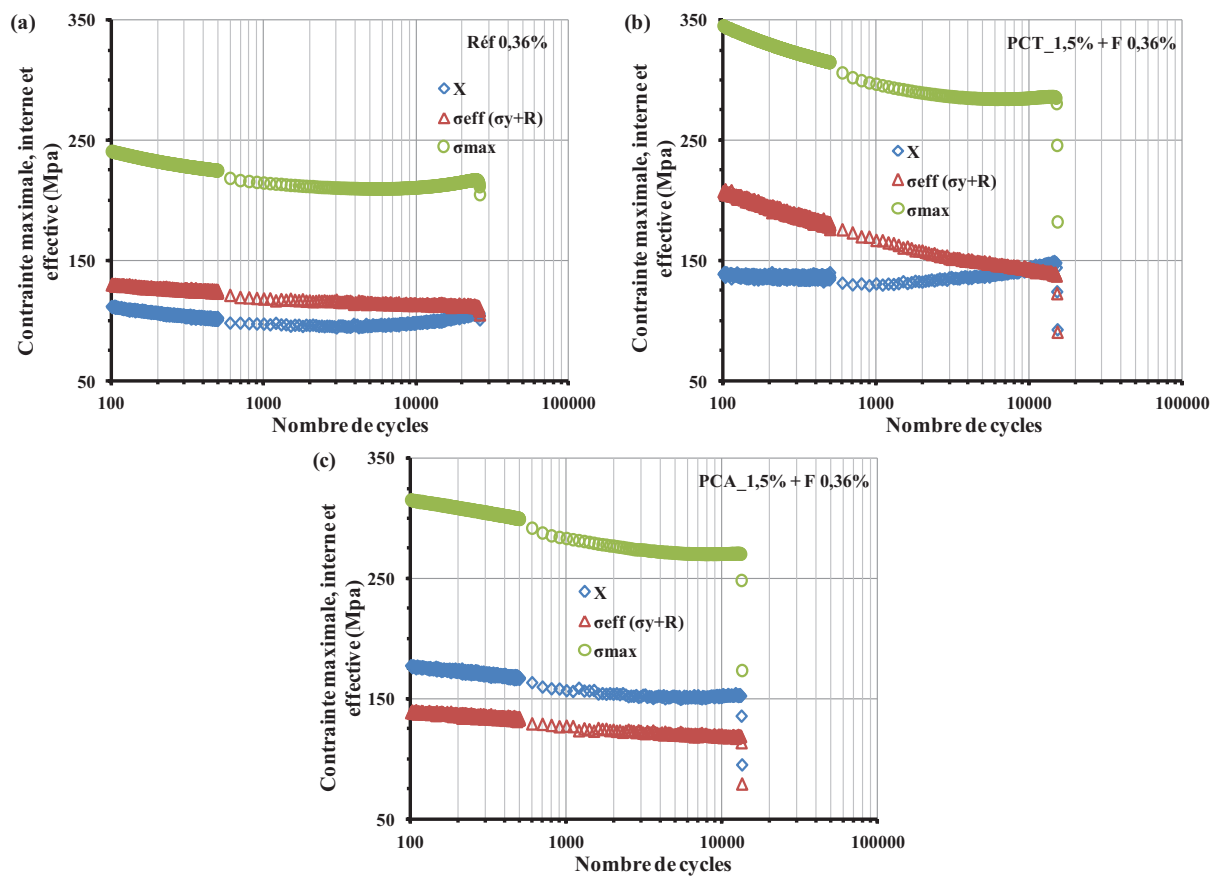


Fig IV-18. Evolution des contraintes maximale, interne et effective durant les essais de fatigue à 0,36%: (a) essai de référence, (b) essai avec pré-écrouissage axial PCT_1,5% et (c) essai avec pré-écrouissage en torsion PCA_1,5%.

Cependant, l'effet du pré-écrouissage en torsion affecte essentiellement la partie effective de la contrainte, les niveaux observés de cette dernière sont beaucoup plus élevés par rapport aux niveaux observés durant les essais de référence. Cet effet augmente avec la diminution de l'amplitude de déformation des cycles de fatigue. L'effet du phénomène d'écrouissage croisé dû au changement de direction de chargement sur la contrainte effective est confirmé, cet effet croisé est porté donc par la contrainte effective. Comparativement aux essais de référence, la

réalisation de la phase de pré-écrouissage en torsion n'augmente pas néanmoins la contrainte interne de manière significative.

Contrairement à l'effet du pré-écrouissage en torsion observé sur l'évolution des parties interne et effective de la contrainte, le pré-écrouissage axial affecte essentiellement l'évolution de la contrainte interne notamment pour les essais à amplitude de déformation 0,2% et 0,36%. Les niveaux de cette dernière sont supérieurs par rapport aux niveaux de la contrainte effective pour les essais à 0,5% et à 0,36%. Cependant, le niveau de contrainte interne reste toujours inférieur à celui de la contrainte effective pour l'essai à faible amplitude de déformation (0,22%). Dans ce dernier cas, l'augmentation de la contrainte interne sous l'effet du pré-écrouissage n'a pas permis d'atteindre les niveaux de la partie effective.

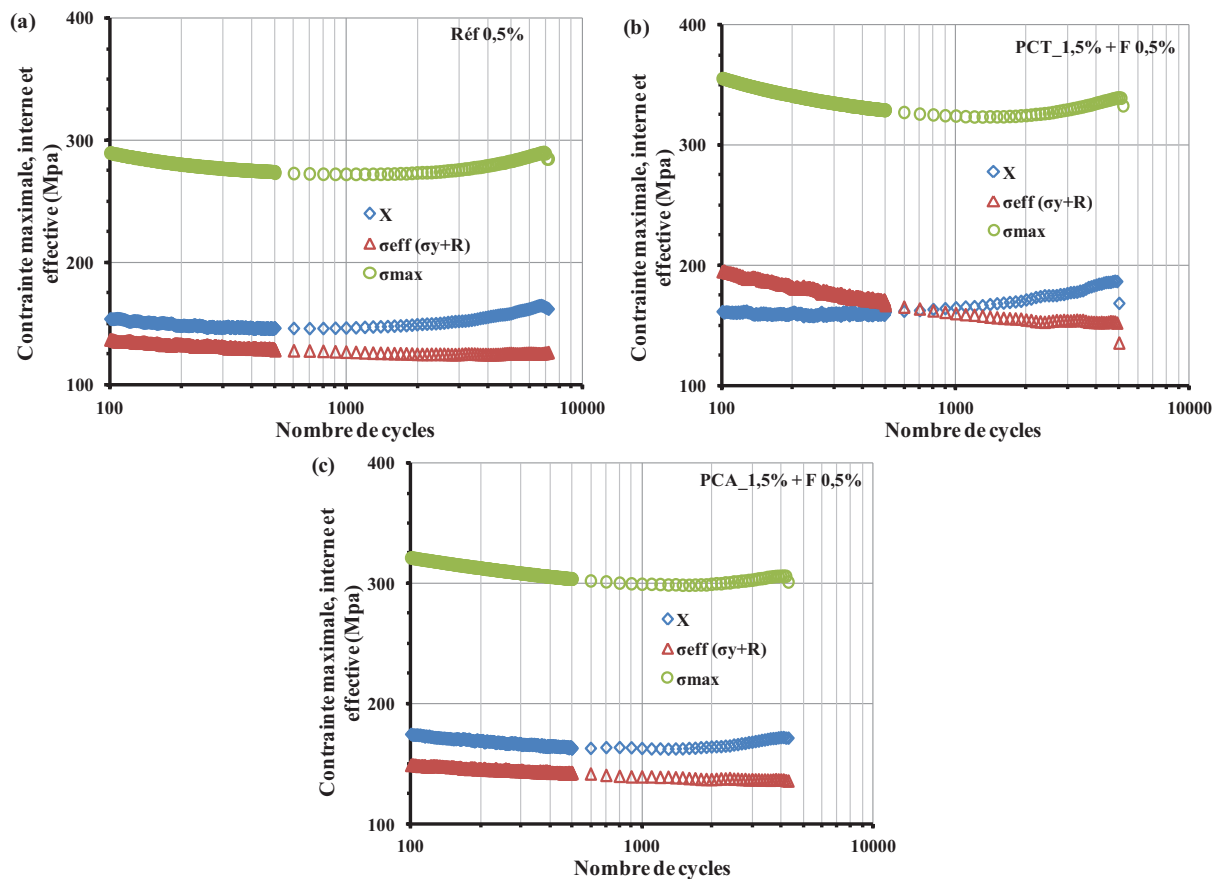


Fig IV-19. Evolution des contraintes maximale, interne et effective durant les essais de fatigue à 0,5%: (a) essai de référence, (b) essai avec pré-écrouissage axial PCA_1,5% et (c) essai avec pré-écrouissage en torsion PCA_1,5%.

Pour pouvoir quantifier précisément l'effet du pré-écrouissage sur le comportement, les figures **Fig IV-20.a, b** et **c** présentent respectivement la comparaison des niveaux de

contribution de la contrainte interne et la contrainte effective par rapport à la contrainte maximale pour les différents essais de référence, avec pré-écrouissage en torsion et avec pré-écrouissage axial pour l'amplitude de déformation en fatigue 0,36%.

Durant l'essai de référence, la contribution de la contrainte effective par rapport à la contrainte maximale est plus élevée par rapport à celle de la contrainte interne (**Fig IV-20.a**). Elle représente une moyenne de 55% pour la contrainte effective contre environ 45% pour la contrainte interne (valeurs liées au choix de l'offset).

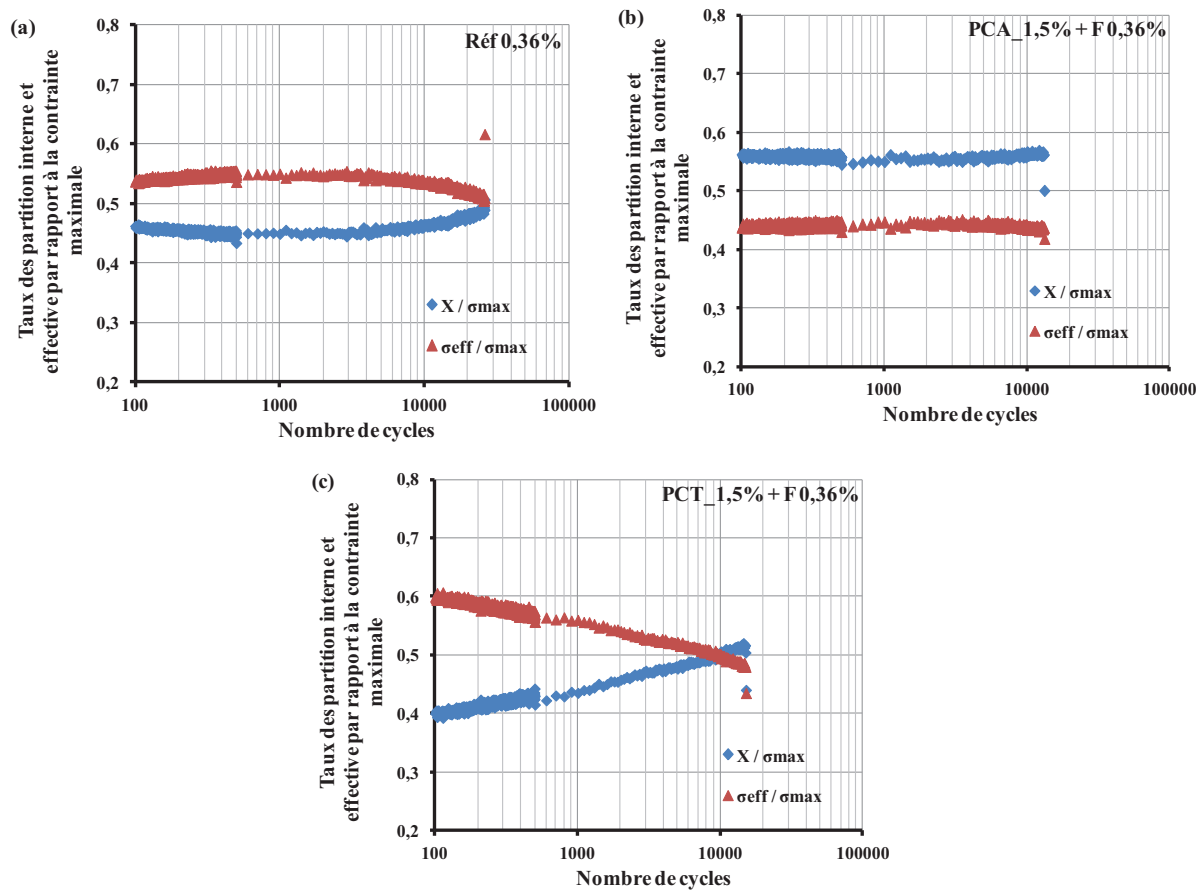


Fig IV-20. Contribution de la contrainte interne et la contrainte effective par rapport à la contrainte maximale pour les essais de fatigue à 0,36% : (a) essais de référence, (b) essais avec pré-écrouissage axial et (c) essais avec pré-écrouissage en torsion.

La réalisation de la phase de pré-écrouissage axial augmente la contribution de la contrainte interne par rapport à la contribution de la contrainte effective (**FIG IV-20.b**). La partie cinématique représente ainsi 55% contre 45% pour la partie effective. Cela indique que l'effet du pré-écrouissage sur le comportement en fatigue est porté essentiellement par la contrainte interne.

Après le pré-écrouissage en torsion et à cause de l'effet croisé, la contribution de la contrainte effective est augmentée au cours des premiers cycles de la phase de fatigue, représentant environ 60% de la contrainte maximale (FIG IV-20.c). Ensuite, on observe une diminution très importante de la contribution de la contrainte effective jusqu'à rupture au profit de la contribution cinématique de la contrainte. Cela atteste que l'effet du pré-écrouissage en torsion est porté essentiellement par la partie effective du fait de l'effet croisé. L'augmentation de la contribution de la contrainte interne mis en évidence pour le pré-écrouissage axial est ici masquée par effet de changement de direction.

IV.2.3 ANALYSES MICROSTRUCTURALES

Des analyses microstructurales sur les éprouvettes de références, les éprouvettes ayant subi le pré-écrouissage seul (axial et en torsion) ainsi que les éprouvettes pré-écrouies ayant subi les cycles de fatigue à différentes amplitudes de déformation ont été effectuées en microscopie électronique à transmission afin de corréler les résultats macroscopiques à la microstructure. L'ensemble des échantillons observés représente donc onze états. Pour chaque état, quinze grains au minimum ont été analysés afin d'obtenir des observations représentatives du comportement. Pour chaque grain observé, une projection stéréographique a été effectuée afin de déterminer l'axe de chargement ainsi que les orientations des systèmes de glissement par rapport aux structures observées. L'examen des différents axes de sollicitations pour les grains observés a montré que ces derniers se répartissent de manière aléatoire pour chaque état. Les observations réalisées sont donc représentative du comportement du matériau et non d'une population de grains possédant une orientation donnée. Nous présentons une illustration de l'orientation des grains analysés dans les essais PCA_1,5% et PCT_1,5% seulement.

IV.2.3.1 Microstructures des éprouvettes de références

L'observation des éprouvettes de référence déformées en fatigue à 0,22%, à 0,36% et à 0,5% a montré une grande différence de structures de dislocations à rupture entre chaque niveau de déformation. Les microstructures observées évoluent en accord avec la courbe contrainte-déformation plastique [Bayerlein et al., 1989; Obertlík et al., 1994] discutée dans la section I.4.2. En effet, les dislocations forment essentiellement des structures planaires, des

amas et des dislocations isolées sous chargement à 0,22% (**Fig IV-21**) correspondant aux structures observées dans la première région de la courbe. Des fautes d'empilements ont été également observées en grande quantité pour cet état de chargement.

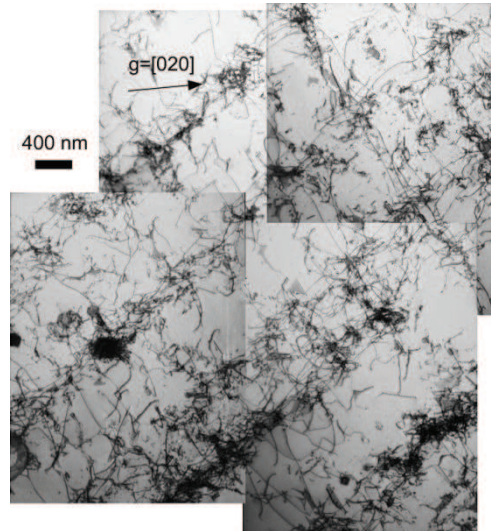


Fig IV-21. Exemple de structures de dislocations obtenues après fatigue à 0,22%.

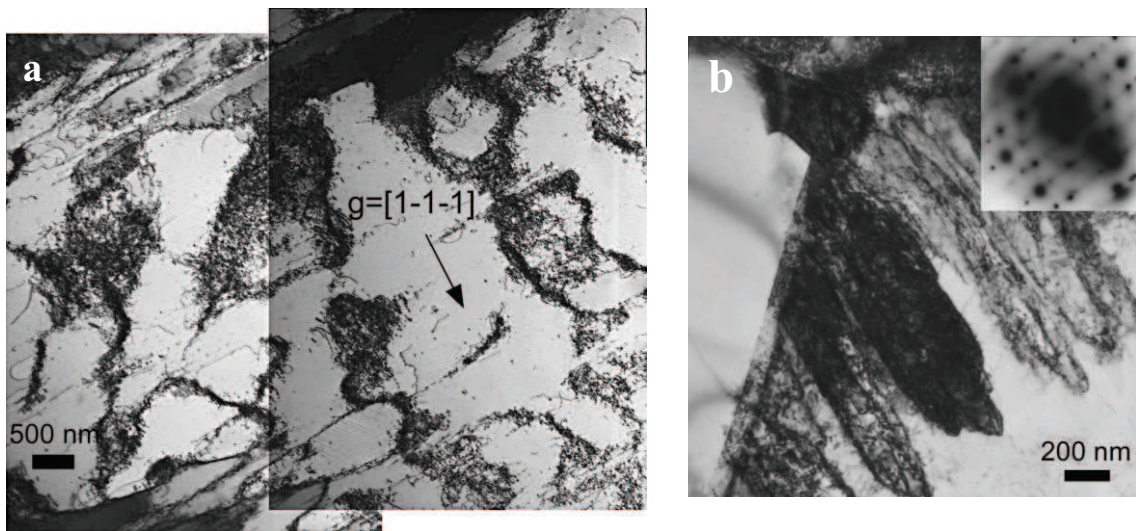


Fig IV-22. Exemple de structures de dislocations obtenues après fatigue à 0,36% (a) structures de dislocations intermédiaires et (b) martensite à partir de joint de grain.

Cependant, dans le cas de chargement à 0,36%, l'acier inoxydable 304L présente des structures de dislocations intermédiaires, avec quelques structures en veines (**Fig IV-22.a**), beaucoup de fautes d'empilement mais aussi la présence des blocs de martensite à partir des

jointes de grains comme illustré figure **Fig IV-22.b**, là où la contrainte est la plus importante. En ce qui concerne l'essai de fatigue réalisé à amplitude de déformation élevée de 0,5%, nous avons constaté que les structures de dislocations présentes sont formées essentiellement de microstructures de fatigue en veines, murs bien dessinés avec une densité de dislocations élevée au niveau des parois. Un début de formation de cellules de fatigue (**Fig IV-23.a**) a été observé ainsi que des bandes de glissement persistantes et des îlots de martensite (**Fig IV-23.b**).

On remarque que les structures observées pour le niveau de déformation à 0,36% correspondent aux structures de dislocations situées dans une zone entre la première et la deuxième région du quasi-plateau de la courbe contrainte-déformation plastique. Cependant, les structures de dislocations analysées pour le niveau de déformation à 0,5% correspondent à une zone située plutôt entre le quasi-plateau et la dernière région de la courbe.

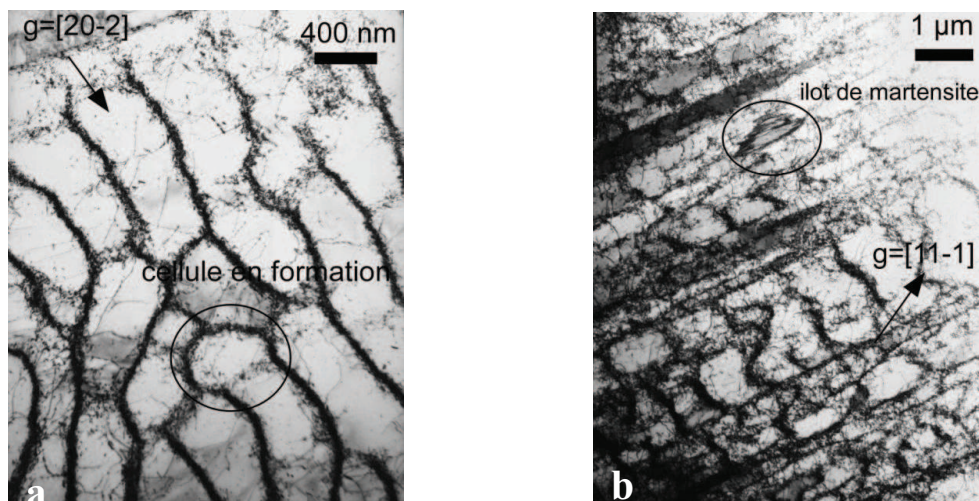


Fig IV-23. Exemple de structures de dislocations obtenues après fatigue à 0,5% (a) structures en veines et cellules en formation (b) bandes de glissement persistantes et martensite.

IV.2.3.2 Microstructures des éprouvettes pré-écrouies

Après la réalisation des cycles de pré-écrouissage en torsion à PCT_1,5%, les microstructures majoritaires sont des veines (35% des grains observés) (**Fig IV-24.a**) avec la présence de martensite dans 20% des grains (sous forme de lamelles ϵ pour la figure **Fig IV-24.a**). Dans certains grains, des bandes de glissement persistantes sont également observées (8% des

grains) avec des murs bien alignés (Fig IV-24.b). Des structures en labyrinthe et des enchevêtrements sont aussi observés dans environ 20% des grains.

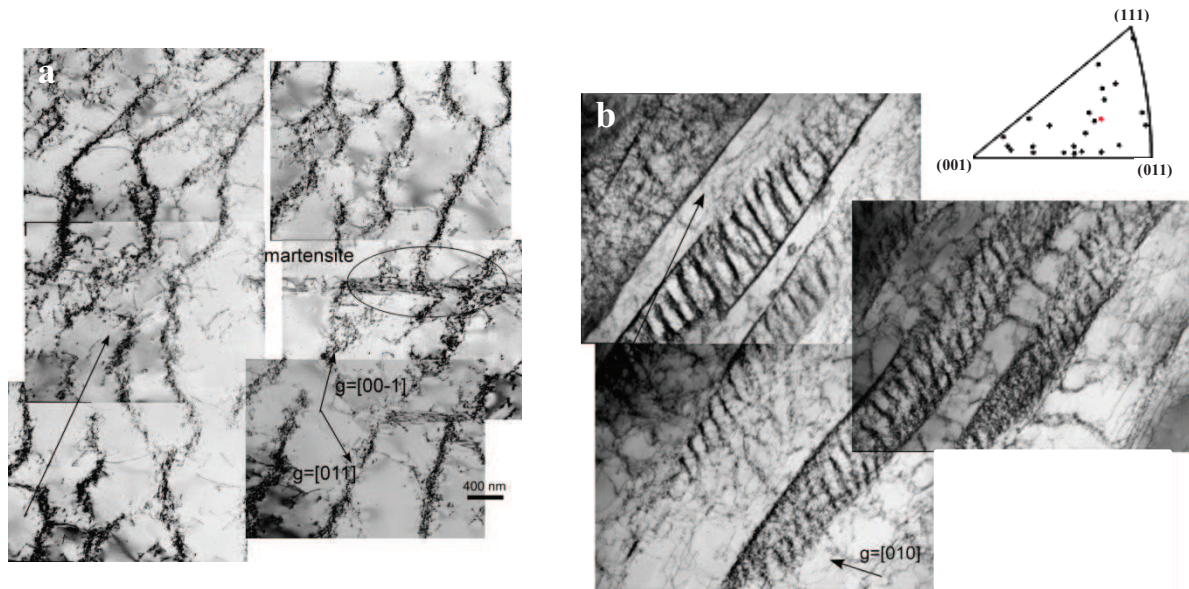


Fig IV-24. Exemple de structures de dislocations obtenues après la phase pré-écrouissage à PCT_1,5% : (a) structures en veines et martensite ϵ , (b) bandes de glissement persistantes.

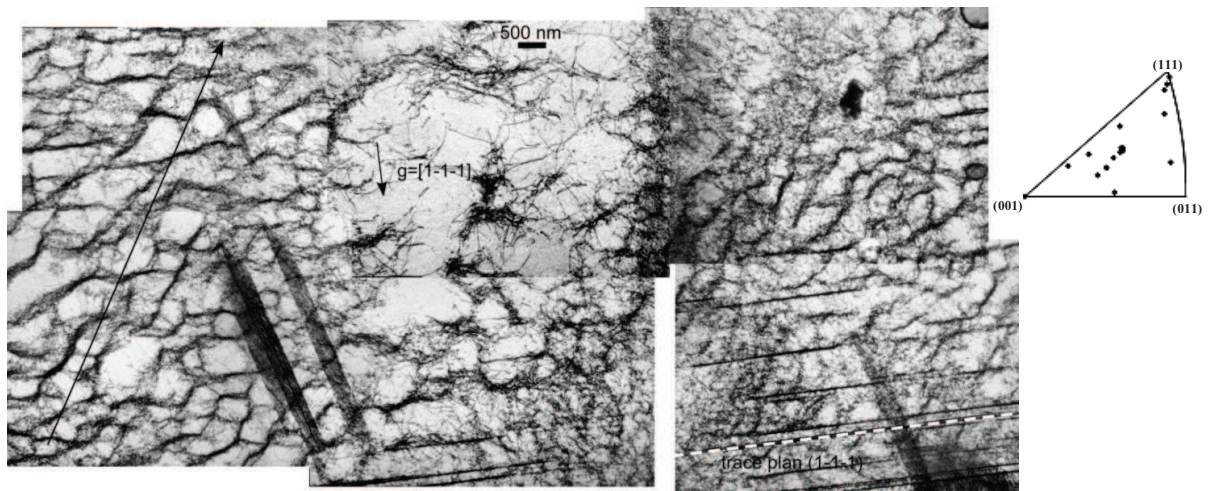


Fig IV-25. Exemple de structures de dislocations obtenues après la phase pré-écrouissage axial à PCA_1,5%.

En ce qui concerne les microstructures observées pour le pré-écrouissage axial à PCA_1,5%, nous avons constaté une structure similaire à celle obtenue après l'essai PCT_1,5%. Cette structure de dislocations est fortement hétérogène comme illustré figure Fig IV-25 avec des veines qui tendent à former des petites cellules et des murs (correspondant au

plan (1-1-1) pour la figure **Fig IV-25**). Contrairement à la microstructure obtenue après pré-écrouissage en torsion, 25% des grains présentent des structures en cellules (contre 5% dans le cas PCT_1,5%). Des mélanges d'arrangements de dislocations dans des zones molles avec des gros amas et dislocations isolées sont également observés. Certains grains présentent aussi des fautes d'empilement mais aucun ne présente de martensite. La direction de chargement pour la phase de pré-écrouissage semble donc induire des structures de dislocations différentes.

IV.2.3.3 Microstructures des éprouvettes après les cycles de fatigue

a. Essais de fatigue à 0,22%

L'observation des échantillons pré-écrouis en torsion et sollicités en fatigue à 0,22% montre que la structure majoritaire est formée essentiellement de veines au sein desquelles apparaissent des bandes parallèles dépeuplées où la densité de dislocations est très faible (**Fig IV-26**). Cependant, des cellules allongées avec parois affinées et ilots de martensite α' issues de la phase du pré-écrouissage sont également observés au niveau des bandes dépeuplées.

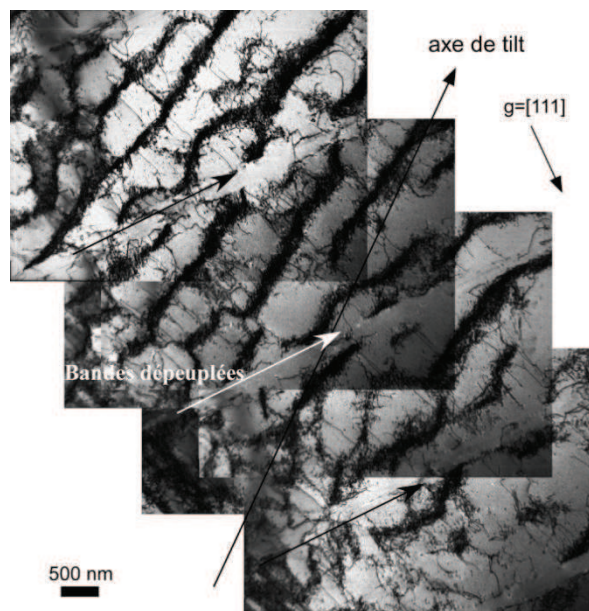


Fig IV-26. Exemple de structure de dislocations obtenues après fatigue à 0,22% de l'éprouvette pré-écrouie en torsion à PCT_1,5%.

L'analyse de l'échantillon préalablement pré-écroui en traction-compression a montré une structure de dislocations similaire à celle obtenue pour l'échantillon précédent pré-écroui en

torsion. Cette structure est formée essentiellement de veines avec quelques cellules (Fig IV-27). Des bandes dépeuplées parallèles avec des grands blocs de martensite sont également observés comme dans le cas précédent. Nous constatons par contre la présence de nombreuses fautes d'empilement non observées dans le cas de l'échantillon pré-écroui en torsion.

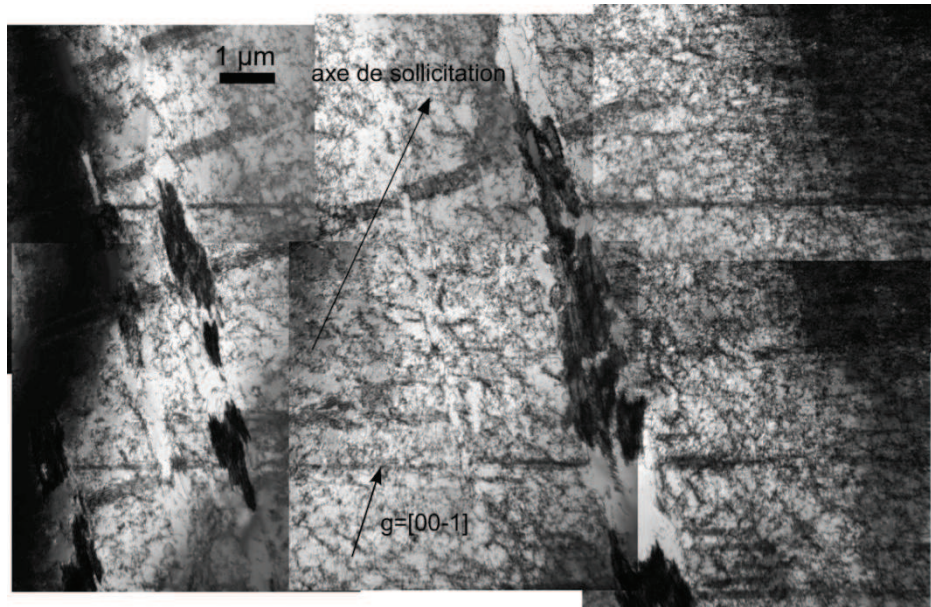


Fig IV-27. Exemple de structures de dislocations obtenues après fatigue à 0,22% de l'éprouvette pré-écrouie en traction-compression à PCA_1,5%.

Les structures observées pour ces deux états pré-écrouis en axial et en torsion montrent une importante évolution par rapport à l'essai de référence où les structures étaient de type planaire avec quelques arrangement denses. Ces structures complexes sont donc héritées principalement de la phase du pré-écrouissage et ne sont pas détruites durant la phase de fatigue.

b. Essais de fatigue à 0,36%

Les structures de dislocations observées pour les essais de fatigue réalisés à ce niveau de déformation après le pré-écrouissage en torsion montrent une microstructure de dislocations formée essentiellement de veines et de cellules issues des cycles de pré-écrouissage comme dans le cas de l'amplitude de déformation de 0,22%.

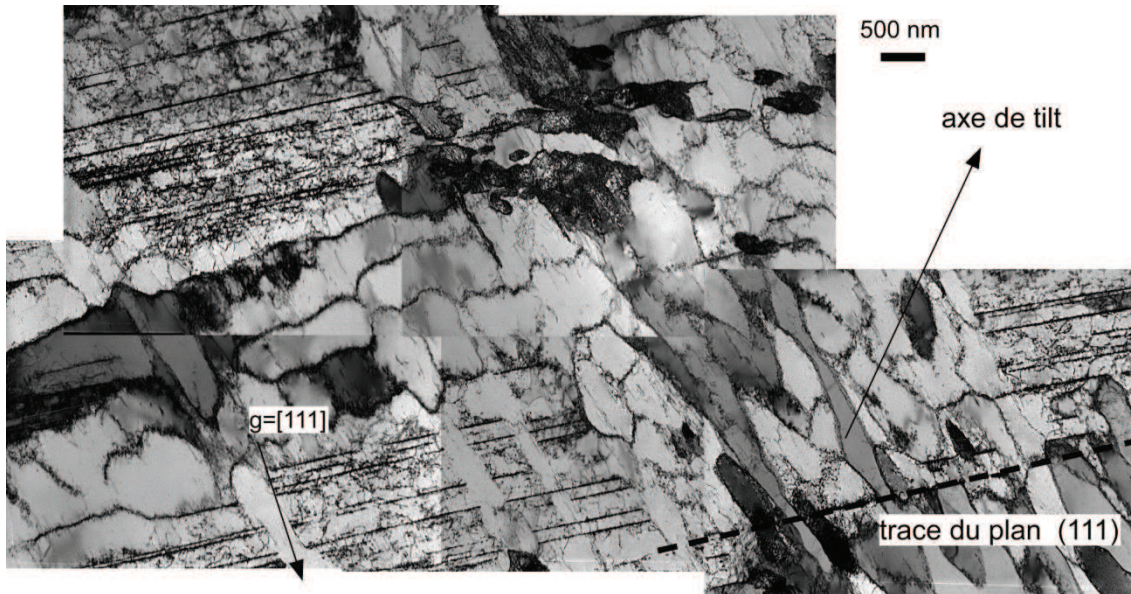


Fig IV-28. Exemple de structures de dislocations obtenues après fatigue à 0,36% de l'éprouvette pré-écrouie en torsion à PCT_1,5%.

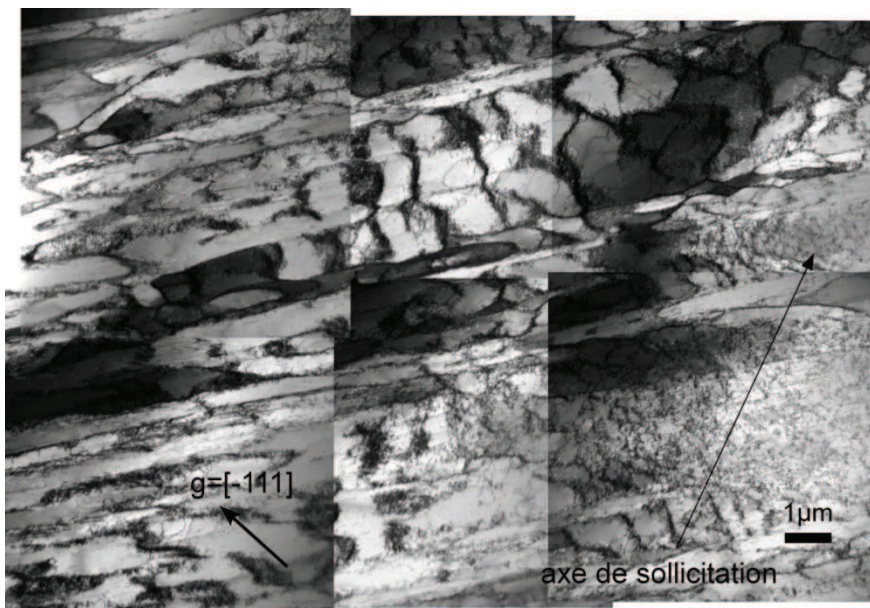


Fig IV-29. Exemple de structures de dislocations obtenues après fatigue à 0,36% de l'éprouvette pré-écrouie en traction-compression à PCA_1,5%.

Cependant, comme illustré figure Fig IV-28, il semble que l'amplitude de déformation de 0,36% permettent dans le cas présent de détruire en partie la microstructure de dislocations issue de la phase de pré-écrouissage. En effet, nous observons sur cette figure la destruction au

niveau de la partie centrale de murs correspondent au plan (111) qui semblent se réarranger sous forme de cellules allongées. Cet effet est sans doute lié au changement de trajet de chargement entre la phase de pré-écrouissage et la phase de fatigue. On note aussi la présence de bandes dépeuplées en grande quantité avec des blocs de martensite.

Par ailleurs, l'observation de l'échantillon pré-écroui en traction-compression montre des structures de dislocations plus complexes avec apparition des bandes de glissement persistantes (**Fig IV-29**). L'ensemble des grains présente essentiellement des structures intermédiaires entre veines et cellules.

c. Essais de fatigue à 0,5%

L'analyse microstructurale effectuée sur les échantillons sollicités à ce dernier niveau de déformation montre une structure dominante en BGP sur l'ensemble des grains pour le cas du pré-écrouissage en torsion (**Fig IV-30**). Ces structures en BGP sont souvent séparées par des bandes dépeuplées correspondent au plan (-111) dans le cas de la figure **Fig IV-30** avec la présence d'une importante quantité de martensite. L'échantillon présente également dans certains grains des structures en cellules de petite taille et des veines avec parois affinées ainsi que des macles.

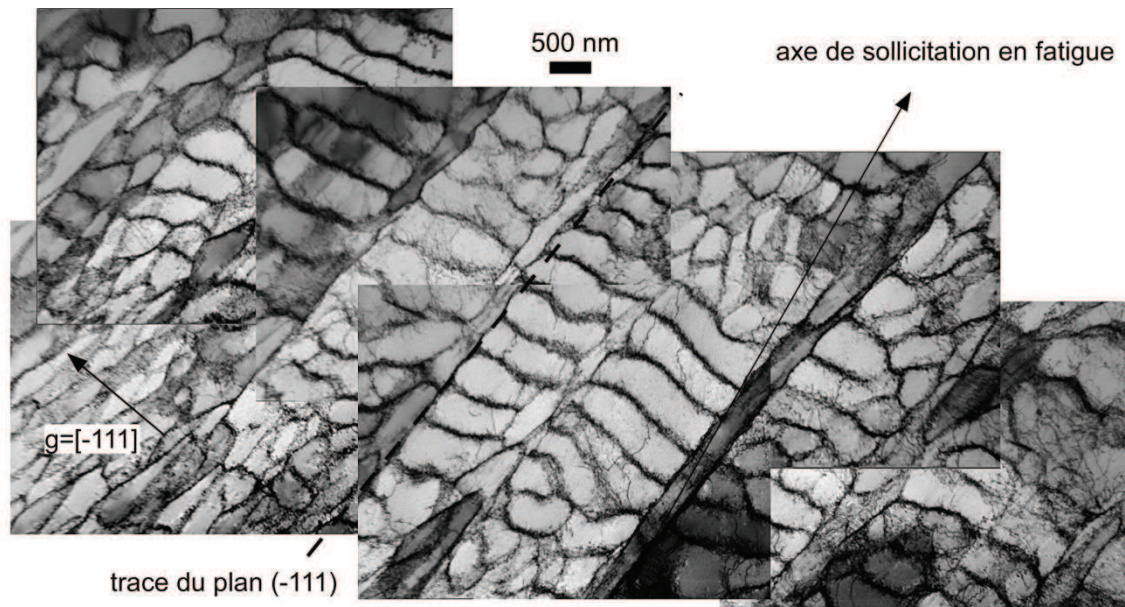


Fig IV-30. Exemple de structures de dislocations obtenues après fatigue à 0,5% de l'éprouvette pré-écrouie en torsion à PCT_1,5%.

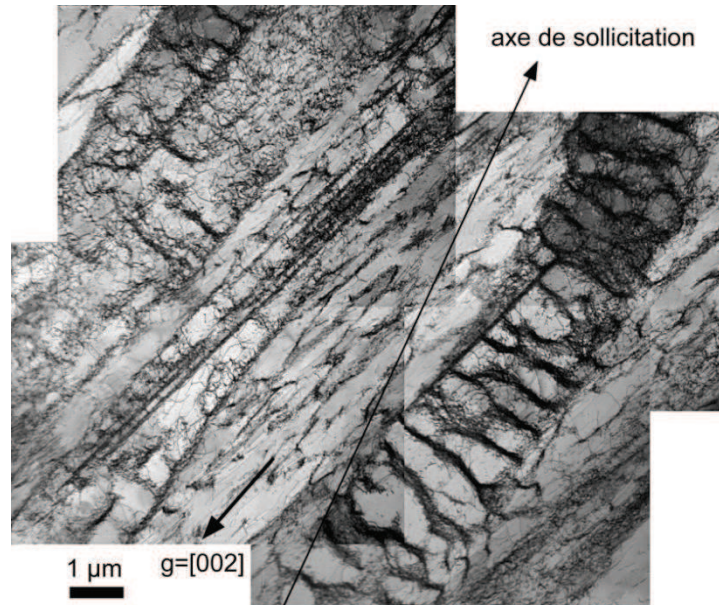


Fig IV-31. Exemple de structures de dislocations obtenues après fatigue à 0,5% de l'éprouvette pré-écrouie en traction-compression à PCA_1,5%.

L'échantillon pré-écroui en traction-compression présente principalement des structures de dislocations proches de celles observées sur l'échantillon de référence affinées par les cycles de fatigue. On observe dans beaucoup de grains des structures en veines et cellules mais très peu de structures en BGP (**Fig IV-31**). On remarque aussi la présence de très nombreux îlots de martensite au niveau de bandes dépeuplées.

IV.3 DISCUSSION ET SYNTHÈSE

a. Non-unicité de la courbe cyclique

Sous chargements séquentiels de déformation croissante et décroissante, les deux nuances du 304L ont montré un effet de mémoire de déformation sous sollicitation axiale comme sous sollicitation en torsion. En effet, après l'application de la deuxième séquence la courbe cyclique n'a pas retrouvé sa position initiale. Cet effet de mémoire de déformation est visible sur l'évolution des partitions interne et effective de la contrainte. Ces évolutions des composantes de la contrainte peuvent donner des informations sur l'évolution des microstructures au cours du chargement. En suivant le modèle initialement proposé par Mughrabi [**Mughrabi**, 1983], les contraintes interne et effective peuvent être évaluées à partir des densités de dislocations, en se basant sur l'hypothèse selon laquelle les structures hétérogènes des dislocations, à forte densité de dislocations localisée, telles que veines, murs et cellules sont liées à l'évolution de la contrainte interne tandis que la matrice molle avec une

densité de dislocations faible, est liée à l'évolution de la contrainte effective. D'après les travaux de Feugas [Feugas, 1999; Feugas & Haddou, 2003], la contrainte interne peut elle-même être divisée en deux parties, l'une liée aux incompatibilités de déformation entre grains (composante intergranulaire) et l'autre liée à la présence de structures de dislocations hétérogènes (contrainte intragranulaire). Ainsi, les deux contributions de la contrainte peuvent être calculées à partir des relations suivantes [Feugas, 1999; Feugas & Haddou, 2003]:

$$\sigma_{eff} = \alpha\mu bM\sqrt{\rho_s} \quad \text{EQ IV-3}$$

Où μ est le module de cisaillement, b est le vecteur de Burgers, M est le facteur de Taylor, α est une valeur moyenne qui tient compte des interactions entre dislocations et ρ_s est la densité de dislocations des zones molles.

Et

$$X_{intragranulaire} = Mf_Gf_W\alpha\mu b(\sqrt{\rho_W} - \sqrt{\rho_s}) \quad \text{EQ IV-4}$$

Où f_G et f_W sont respectivement la fraction des grains représentant des structures de dislocations hétérogènes et la fraction volumique des zones dures, avec ρ_W est la densité de dislocations dans les zones dures et ρ_s est la densité de dislocations dans les zones molles.

Avec :

$$X = X_{intergranulaire} + X_{intragranulaire} \quad \text{EQ IV-5}$$

Pour la plage d'amplitude de déformation utilisée dans cette étude, des résultats obtenus par Feugas et al [Feugas & Gaudin, 2001] montrent que la contrainte interne intergranulaire est constante. On peut donc émettre l'hypothèse que l'évolution de X au cours des chargements de pré-écrouissage est liée à l'évolution de sa composante intragranulaire.

Dès les premiers cycles de la première séquence de chargement, la contrainte interne augmente jusqu'à un niveau maximum correspondant à l'amplitude de déformation élevée (**Fig IV-15**). Ce résultat traduit donc l'apparition de structures hétérogènes de dislocations avec des zones denses de forte densité de dislocations et des zones molles de faible densité de dislocations (EQ IV-4). Ces résultats sont en accord avec l'observation des structures de dislocations telles que cellules, veines, murs et BGP pour les échantillons après pré-écrouissage (**Fig IV-24** et **Fig IV-25**). Ensuite, l'augmentation de l'amplitude de déformation

engendre une augmentation de la contrainte effective et donc, d'après l'équation (EQ IV-3) de la densité de dislocations au niveau des zones molles.

Durant l'application de la deuxième séquence, les niveaux de saturation de la contrainte interne et effective n'ont pas retrouvé leurs niveaux de saturation initiaux enregistrés au cours de la première séquence avec un écart ΔX et $\Delta\sigma_{\text{eff}}$. Cet effet de mémoire de déformation semble donc traduire que l'état microstructural généré pendant les cycles d'amplitude de déformation maximale de la première séquence n'a pas pu être complètement restauré par les amplitudes de déformation inférieures appliquées durant la deuxième séquence. Concernant la contrainte effective, on peut constater que la diminution au cours de la deuxième séquence stagne à partir de l'amplitude de déformation de 0,2%.

Durant la troisième séquence, des structures de dislocations denses se reforment (augmentation de X) mais cette microstructure semble complètement restaurée pendant la quatrième séquence permettant ainsi au matériau de retrouver les mêmes niveaux de contrainte interne. La densité de dislocations au sein des zones molles ne semble guère évoluer, la contrainte effective ne variant que peu au cours de la troisième et quatrième séquence. Cela explique ainsi l'apparition de courbes cycliques stables après le premier aller retour correspondant à la première et seconde séquence comme observé **Fig III-5** pour la nuance EDF et **FIG III-21** pour la nuance commerciale.

De plus, la comparaison des courbes cycliques des deux premières séquences pour les trois essais (**Fig III-6**) dans le cas de la nuance EDF a montré que l'effet de mémoire de l'amplitude de déformation maximale diminue avec la diminution de cette l'amplitude (de 1,8% à 1%), la courbe cyclique à tendance à être unique à faible amplitude de déformation maximale. Il semble donc qu'il existe un seuil d'amplitude de déformation en dessous duquel la microstructure de dislocations peut être restaurée. Cette amplitude est sans doute reliée aux types de structures de dislocations générées au cours des cycles et à l'activation du glissement multiple et dévié (eux mêmes liés à l'énergie de faute d'empilement). A faible amplitude de déformation, les microstructures formées sont essentiellement des structures de dislocations planaires facile à restaurer. Avec l'augmentation de l'amplitude de déformation, des structures denses tridimensionnelles se forment et ces dernières ne peuvent être restaurées complètement pour redonner des structures planaires expliquant ainsi le décalage entre les deux premières courbes cycliques. Dans le cas de la phase suivante d'amplitude croissante et décroissante, la

microstructure de départ de la séquence croissante est déjà de type tridimensionnel. L'augmentation de la contrainte durant la deuxième phase est ainsi réversible.

b. Effet du pré-écrouissage sur le comportement en fatigue

Durant les essais de fatigue de référence à 0,22% et à 0,36%, les niveaux de contrainte effective sont supérieurs à ceux observés pour la contrainte interne. Sous faible amplitude de déformation (0,22%), des amas et des dislocations isolées (**Fig IV-21**) sont observées sans structures denses expliquant ainsi le niveau assez faible de la composante interne par rapport à la composante effective de la contrainte. Avec l'augmentation de l'amplitude de déformation à 0,36%, des structures intermédiaires denses (**Fig IV-22**) sont formées augmentant ainsi le niveau de la contrainte interne par rapport à la contrainte effective. Ensuite, avec l'application d'un niveau de déformation plus élevé (0,5%), des structures de dislocations denses comme les murs, cellules et BGP sont formées (**Fig IV-23**). La contrainte interne est supérieure que la contrainte effective (**Fig IV-19**). La formation de la martensite pour ces deux dernières amplitudes de déformation est liée à l'apparition du durcissement cyclique secondaire porté par l'augmentation de la contrainte interne à la fin des deux essais.

Après pré-écrouissage axial, les microstructures observées sont majoritairement des arrangements de dislocations denses principalement en cellules et BGP. Ces structures sont à l'origine de l'augmentation de la contrainte interne par rapport à la contrainte effective au cours de la phase de fatigue par rapport aux éprouvettes vierges. Cependant, l'effet du pré-écrouissage en torsion sur le comportement en fatigue du 304L est porté par la contrainte effective du fait de l'écrouissage croisé. Les grains observés semblent montrer des zones molles avec des densités de dislocations importantes.

La tendance à l'adoucissement de la contrainte interne et de la contrainte effective observée sur les éprouvettes pré-écrouies en torsion est liée à la stabilisation en fin d'essais des microstructures formées (cas de X) et à une diminution des interactions à courte distance entre les nouveaux systèmes de glissement activés par les cycles de fatigue axiaux et les anciens systèmes activés durant la phase de pré-écrouissage. De plus, il semble que la phase de pré-écrouissage en torsion favorise la formation de martensite en quantité plus importante par rapport à la direction axiale (pas de grains présentant de la martensite observés dans le cas de l'essai PCA_1,5%). L'apparition du durcissement cyclique secondaire sur les éprouvettes pré-écrouies en torsion puis sollicitées en fatigue intervient donc plus tôt en terme de nombre cycles comme semble le montrer les figures **Fig IV-18** et **Fig IV-19**.

c. Effet du pré-écrouissage sur la durée de vie en fatigue

Les mécanismes de rupture par fatigue dans le cas des matériaux métalliques sont liés à la localisation de la déformation au niveau de la microstructure. Cette localisation arrive généralement à travers les BGP mais aussi à travers les structures denses de dislocations de type murs, veines ou cellules qui peuvent, en surface, conduire à l'amorçage de fissure par concentration de contrainte [Polák et al., 1988; Ma & Laird, 1989; Ellyin, 1997; Man et al., 2003]. Dans le cas des échantillons pré-écrouis, les structures de dislocations obtenues à rupture sont en grande partie héritées de la phase de pré-écrouissage, ces dernières ne pouvant être restaurées complètement au cours des cycles. L'endommagement par fatigue est ainsi accéléré par les cycles de pré-écrouissage, les microstructures fragilisantes caractéristiques de la fatigue ayant été induites dès cette première phase de chargement conduisant ainsi à une rupture plus précoce.

De plus, les bandes dépeuplées avec des gros blocs de martensite peuvent, en surface, représenter des concentrations de contrainte et par conséquent des sites fragiles favorisant l'amorçage des fissures. On comprend dès lors la forte tendance à la diminution du nombre de cycles à rupture observée macroscopiquement pour les échantillons ayant subi une phase de pré-écrouissage avant les cycles de fatigue. Cette tendance est d'autant plus forte que la différence d'amplitude de déformation entre la phase de fatigue et la phase de pré-écrouissage est grande. Dans le cas de la fatigue à 0,22%, les structures denses obtenues après la phase de pré-écrouissage ne sont jamais observées dans les cas des essais de référence contrairement à l'amplitude de 0,5%. Il est donc logique de voir, dans ce deuxième cas, une réduction plus faible de la durée de vie par rapport à l'amplitude 0,22% où le niveau d'endommagement issu de la phase de pré-écrouissage n'est jamais atteint lors de la phase de fatigue seule. Par ailleurs, les structures obtenues après la phase de pré-écrouissage axial reflètent une localisation plus importante de la déformation par rapport à la direction de torsion (cellules observées majoritairement dans le cas PCA contre veines dans le cas PCT). L'endommagement issu du pré-écrouissage axial est donc légèrement supérieur, ce qui semble être confirmé par les analyses de diminution des durées de vie (tableau III-2). Dans le cas de la fatigue à 0,36%, la réduction de durée de vie liée à la phase de pré-écrouissage est de 52% dans le cas axial contre 37% dans le cas de la torsion. Des analyses statistiques du nombre de cycles à rupture sont néanmoins nécessaires pour confirmer ces résultats.

CONCLUSION GENERALE

La réalisation de ce travail de thèse a permis l'étude de l'effet de pré-écrouissage sur le comportement cyclique et la durée de vie en fatigue de deux nuances de l'acier inoxydable austénitique type 304L à température ambiante. Ce sujet a fait appel à plusieurs domaines de la mécanique des matériaux tels que le comportement cyclique, la fatigue des matériaux et la caractérisation microstructurale. Les travaux menés ont permis de faire les principales conclusions résumées ci-dessous.

Les essais cycliques séquentiels à déformation imposée réalisés avec des amplitudes de déformation croissante et décroissante montrent que la courbe cyclique n'est pas unique pour les deux nuances étudiées, EDF et commerciale du 304L, après l'application de la deuxième séquence. La non-unicité de la courbe cyclique du 304L est liée au fait que l'état microstructural généré pendant les cycles d'amplitude de déformation maximale de la première séquence formé essentiellement de cellules, veines, murs et BGP n'a pas pu être complètement restauré par les amplitudes de déformation inférieures appliquées durant la deuxième séquence. Toutefois, cette non-unicité de la courbe cyclique semble liée à l'existence d'un seuil de déformation en dessous duquel la courbe cyclique est unique à faible amplitude de déformation. Ce comportement est sans doute lié aux types de structures de dislocations planaires faciles à restaurer générées au cours des cycles et à l'activation du glissement multiple et dévié eux même liés à l'énergie de faute d'empilement.

En augmentant le nombre des séquences de chargement, le 304L a tendance à obtenir une courbe cyclique asymptotique. L'écrouissage semblant se stabiliser et les courbes cycliques sont superposées à celles de la deuxième séquence. En effet, des structures de dislocations denses se reforment, cependant, cette microstructure semble complètement restaurée pendant la quatrième séquence permettant ainsi au matériau de retrouver les mêmes niveaux de contrainte.

La comparaison des courbes cycliques obtenues dans les deux directions de chargement différentes axiale et en torsion montre une anisotropie de la nuance 304L-EDF entre les deux directions du chargement appliqué. L'écrouissage généré par la direction axiale est plus important que celui obtenu en torsion. Cette anisotropie peut être liée à la présence des

aiguilles de ferrite et inclusions résiduelles, aux procédés de fabrication ou à un facteur de forme des éprouvettes. Cependant, la comparaison des courbes cycliques obtenues pour la deuxième nuance commerciale du 304L pour les deux directions de chargement (axiale et en torsion) montre une parfaite superposition, le comportement cyclique observé sur cette nuance est donc parfaitement isotrope.

Les essais de fatigue réalisés sur éprouvettes vierges et pré-écrouies montrent que l'acier inoxydable 304L est très sensible aux effets du pré-écrouissage. Les durées de vie du matériau pré-écroui ont été sensiblement réduites par rapport au matériau non-écroui.

En ce qui concerne les essais réalisés sur la nuance EDF, les résultats obtenus montrent que l'augmentation de l'amplitude du pré-écrouissage de 1% à 1,5% semble avoir un effet très faible sur la durée de vie en fatigue pour les niveaux étudiés. Par contre, la direction des cycles du pré-écrouissage a un effet remarquable sur le comportement du matériau durant les cycles de fatigue. Cependant, le pré-écrouissage axial était plus endommageant que celui en torsion.

La méthode simplifiée du cumul d'endommagement proposée par Taheri n'a pas permis de prédire précisément la durée de vie des échantillons ayant été soumis à une phase de pré-écrouissage, la méthode étant plutôt conservative. Toutefois, cette conclusion est à nuancer étant donné la dispersion généralement constatée dans ce type d'essais.

En ce qui concerne les essais réalisés sur la nuance commerciale, les résultats montrent que pendant les cycles de fatigue à amplitude de déformation élevée, le pré-écrouissage axial est plus endommageant que le pré-écrouissage en torsion. Cependant, l'augmentation de l'amplitude de déformation en fatigue réduit l'effet du pré-écrouissage en torsion et en axial pour les deux amplitudes de déformation les plus élevées parmi celles considérées dans ce travail. Il semble que plus la différence entre l'amplitude de déformation en fatigue et l'amplitude de déformation maximale du pré-écrouissage est importante, plus la durée de vie est réduite.

Les niveaux de contrainte enregistrés en torsion sur les éprouvettes pré-écrouies sont plus élevés par rapport à celles pré-écrouies en axial. Toutefois, l'effet du pré-écrouissage axial est porté par la contrainte interne et par la contrainte effective dans le cas de pré-écrouissage en torsion du fait de l'écrouissage croisé.

Les éprouvettes pré-écrouies 304L puis sollicitées en fatigue à amplitude de déformation élevée présentent un durcissement cyclique secondaire. Cependant, le pré-écrouissage en torsion favorise son l'apparition plus tôt en termes de nombre cycles par rapport au pré-écrouissage axial.

La réduction de la durée de vie en fatigue observée après pré-écrouissage est liée a la formation les structures de dislocations denses héritées en grande partie de cette première phase de chargement. Ces microstructures ne peuvent pas être complètement restaurées au cours des cycles de fatigue. L'endommagement par fatigue est ainsi accéléré par les cycles de pré-écrouissage, l'apparition des microstructures fragilisantes caractéristiques de la fatigue et des bandes dépeuplées avec la présence de la martensite induites dès cette première phase de chargement conduisent ainsi à une rupture précoce.

A l'issue de cette thèse, plusieurs perspectives peuvent être envisagées :

Evaluer les modèles de comportement (et notamment le modèle multi-mécanismes) vis-à-vis de la prédiction du comportement cyclique avec mémoire mis en évidence.

Evaluer la capacité des méthodes existantes de prévision de la durée de vie.

Elargir l'investigation microstructurale in situ des essais séquentiels afin de comprendre le mécanisme de l'effet mémoire et la restauration des structures de dislocation durant les séquences de chargement.

L'étude et la quantification de la quantité de la martensite par évolution des propriétés magnétiques ou par diffraction des rayons X peuvent également donner plus d'information concernant l'effet de l'intensité et de la direction du pré-écrouissage ainsi que l'aspect de la transformation et sa liaison avec le phénomène de durcissement cyclique secondaire doit encore être expliqué.

Une étude plus approfondie du mécanisme d'amorçage et de propagation des microfissures serait d'un grand intérêt dans la compréhension de la formation et de l'évolution des réseaux de fissures sous effet du pré-écrouissage. L'influence du polissage ou de l'état de surface des éprouvettes pourraient aider à la compréhension et à la prévention de la formation de réseau de fissures.

Annexes

Annexe A

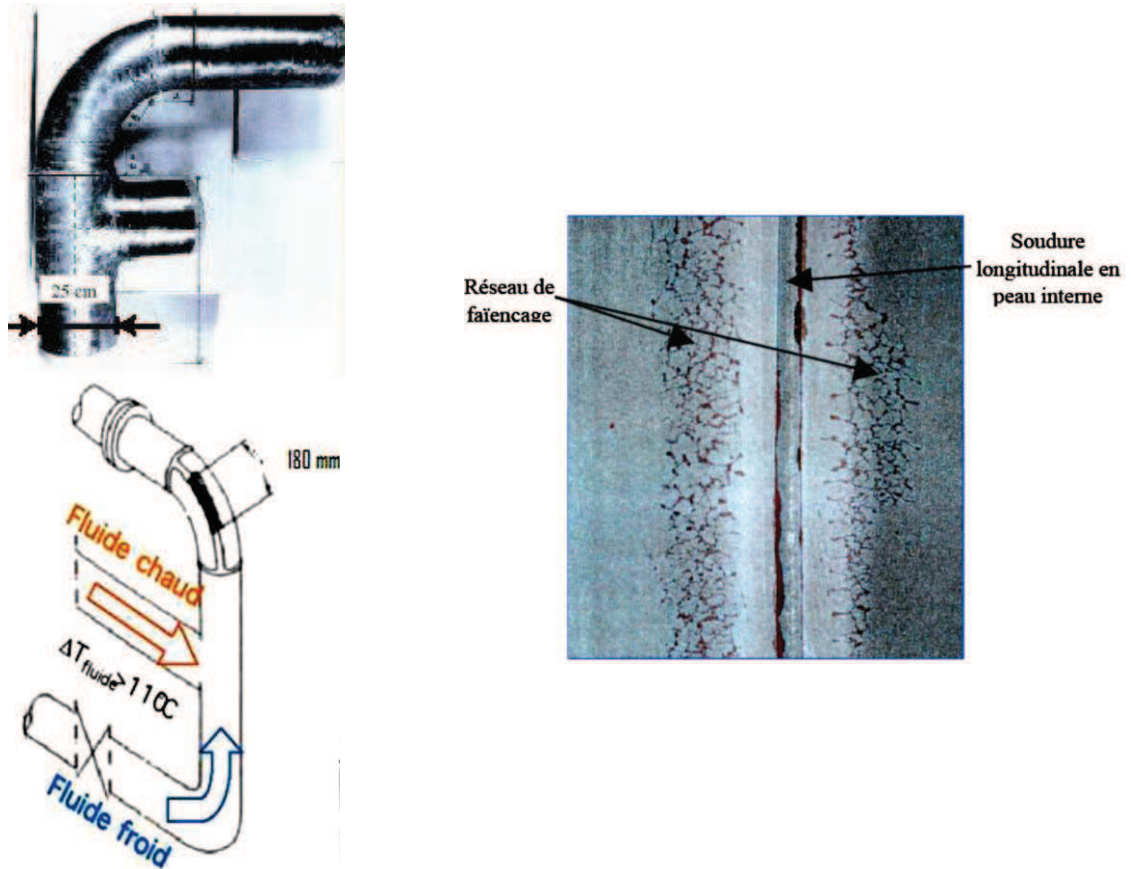


Fig A- 1. Té du mélange du circuit de refroidissement du réacteur à l'arrêt (RRA) fissuré du réacteur nucléaire de Civaux [FAIDY, 2002].

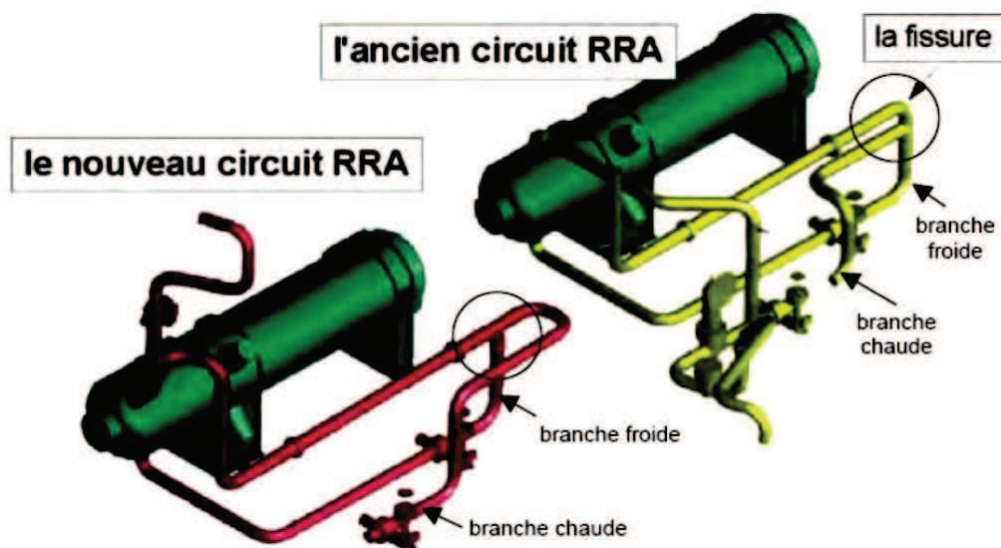


Fig A- 2. Modifications effectuées sur le circuit RRA dans les zones de mélange après l'incident de Civaux.

Annexe B

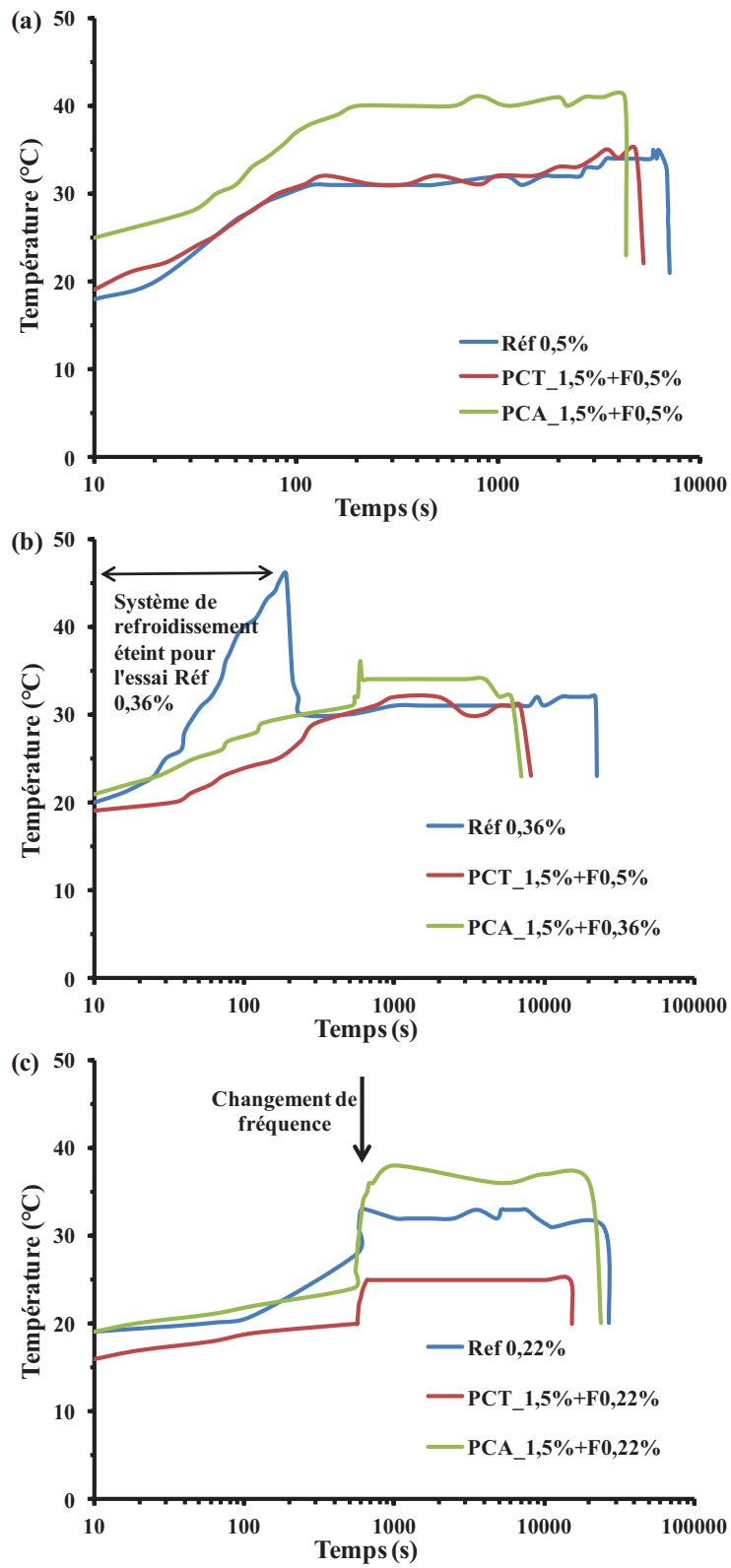


Fig B- 1. Evolution de la température au cours des essais de fatigue à : (a) 0,5%, (b) 0,36% et (c) 0,22%.

Annexe B

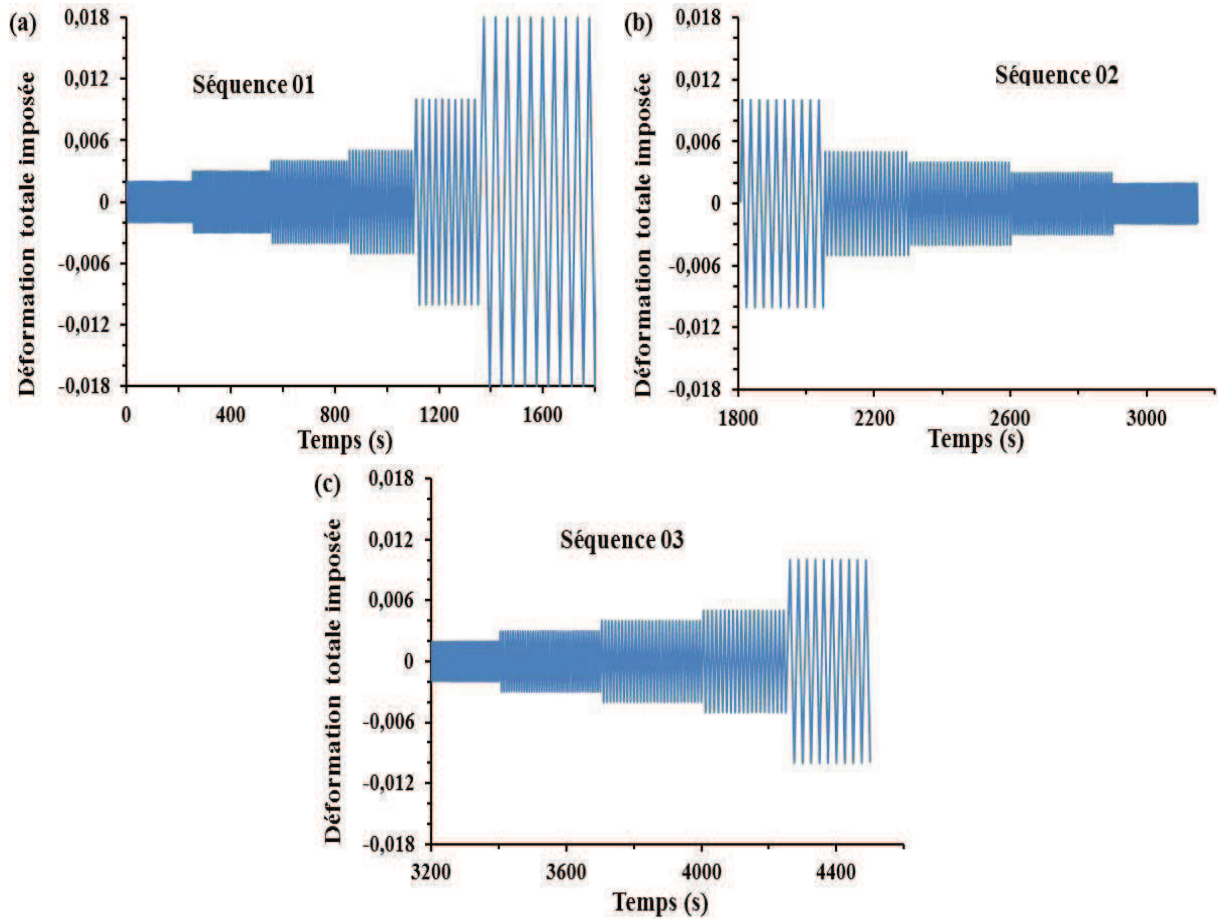


Fig B- 2. Evolution de la déformation totale imposée en fonction du temps durant l'essai PCA_1,8% (a) la première séquence, (b) la deuxième séquence et (c) la troisième séquence.

Annexe B

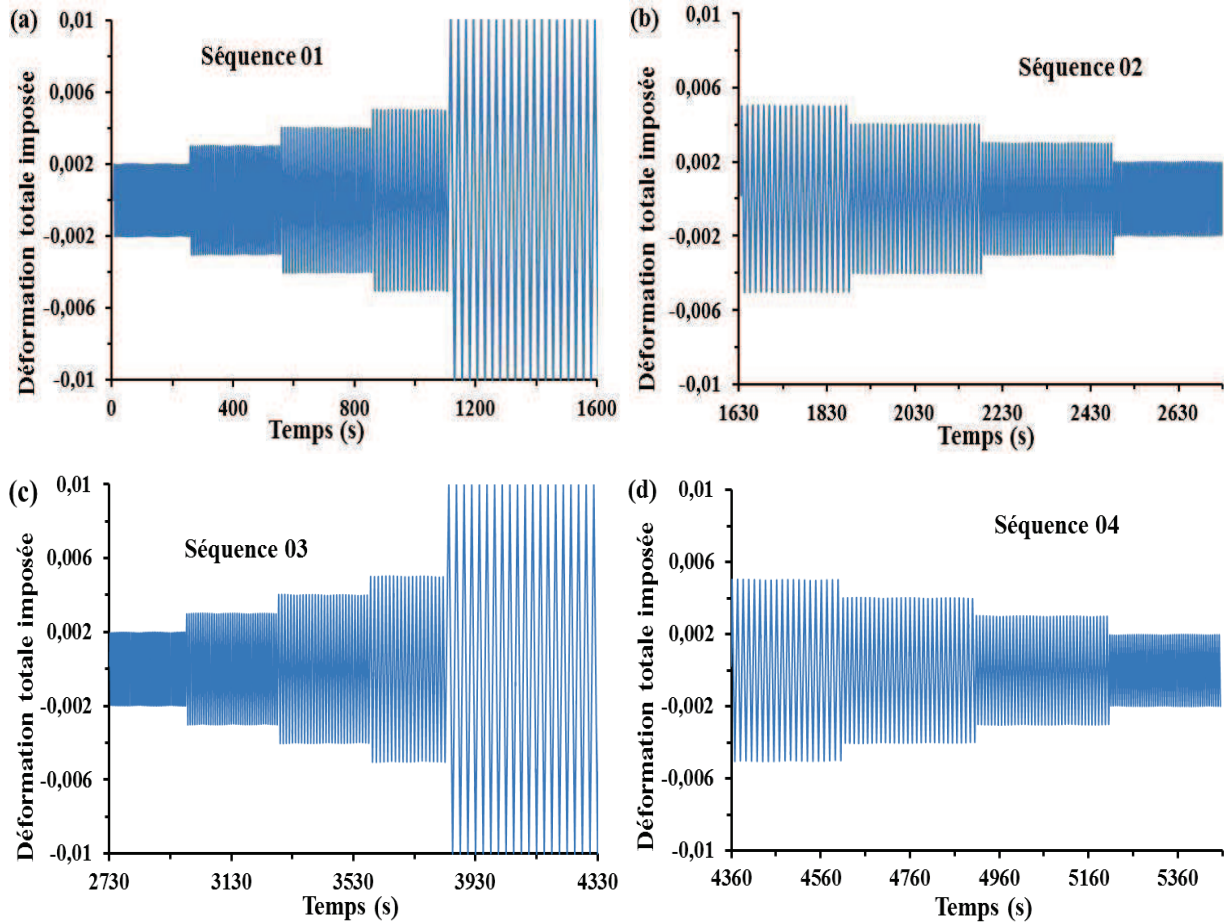


Fig B- 3. Evolution de la déformation totale imposée en fonction du temps durant l'essai PCA_1% (a) la première séquence, (b) la deuxième séquence, (c) la troisième séquence et (d) la quatrième séquence.

Annexe C

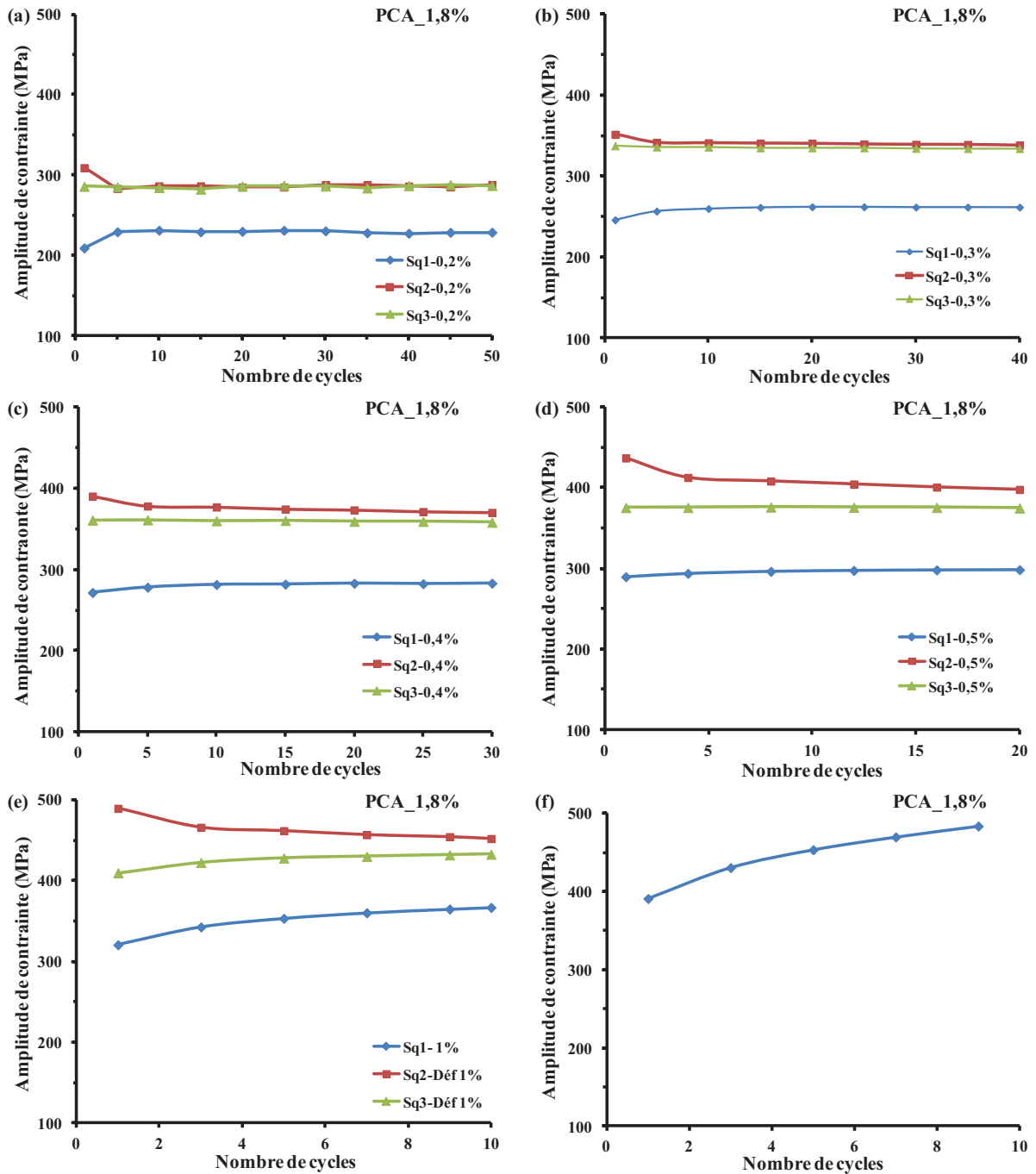


Fig C- 1. Comparaison entre les niveaux de saturation des amplitudes de contrainte en fonction du nombre de cycles obtenus pour chaque niveau de déformation, (a) $\pm 0,2\%$ (b) $\pm 0,3\%$ (c) $\pm 0,4\%$ (d) $\pm 0,5\%$ (e) $\pm 1\%$ (f) $\pm 1,5\%$.

Annexe C

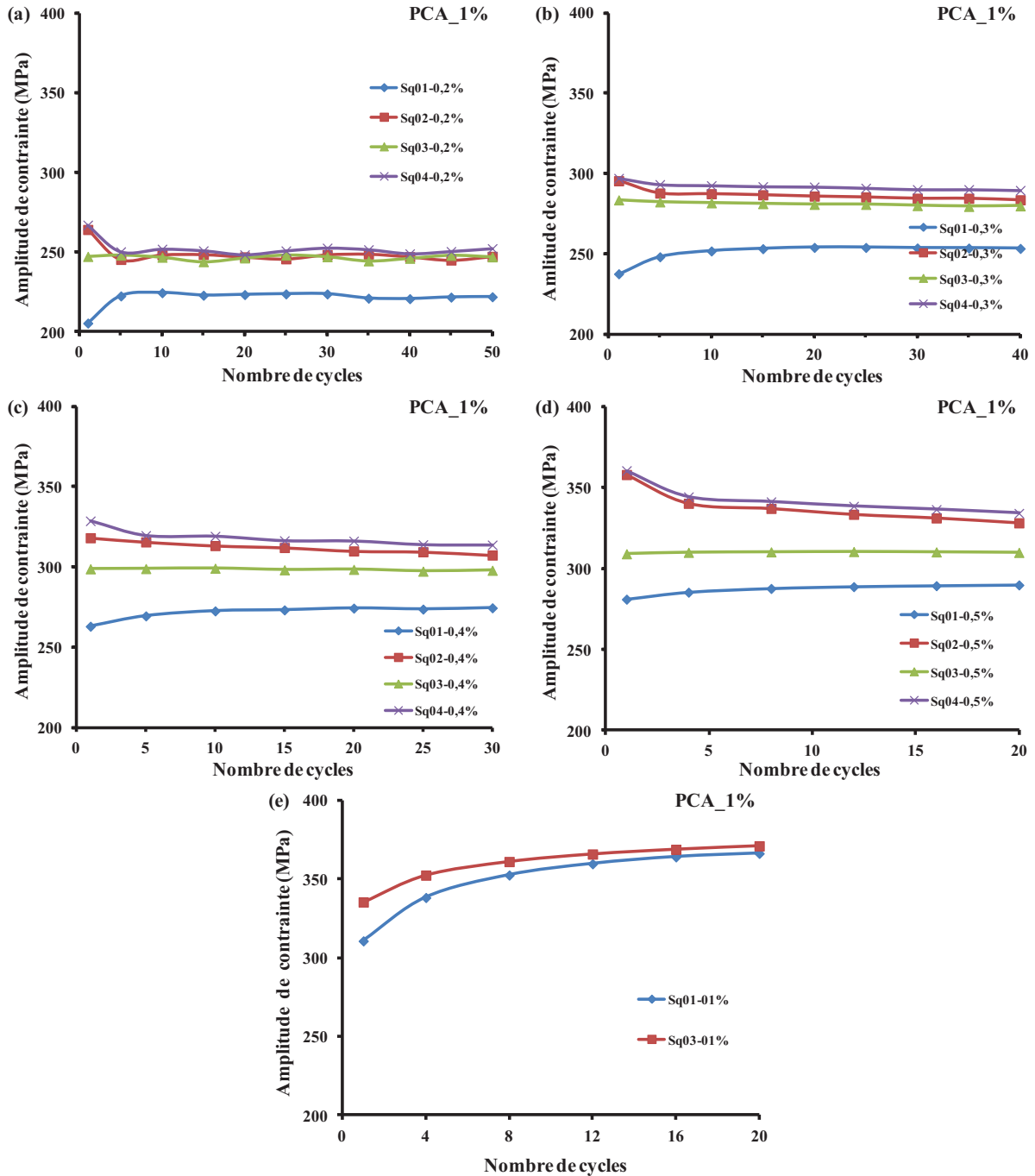


Fig C- 2. Comparaison entre les niveaux de saturation des amplitudes de contrainte en fonction du nombre de cycles obtenus pour chaque niveau de déformation, (a) $\pm 0,2\%$ (b) $\pm 0,3\%$ (c) $\pm 0,4\%$ (d) $\pm 0,5\%$ (e) $\pm 1\%$ (f) $\pm 1,5\%$.

REFERENCES

- Ackermann, F., L. P. Kubin, J. Lepinoux & H. Mughrabi** (1984). "The dependence of dislocation microstructure on plastic strain amplitude in cyclically strained copper single crystals." *Acta Metallurgica* **32**(5): 715-725.
- Aid, A., A. Amrouche, B. B. Bouiadjra, M. Benguediab & G. Mesmacque** (2011). "Fatigue life prediction under variable loading based on a new damage model." *Materials & Design* **32**(1): 183-191.
- Alain, R., P. Violan & J. Mendez** (1997). "Low cycle fatigue behavior in vacuum of a 316L type austenitic stainless steel between 20 and 600°C Part I: Fatigue resistance and cyclic behavior." *Materials Science and Engineering: A* **229**(1-2): 87-94.
- Aubin, V., P. Quaegebeur & S. Degallaix** (2003). Cyclic behaviour of a duplex stainless steel under multiaxial loading: Experiments and modelling. European Structural Integrity Society. M. d. F. Andrea Carpinteri and S. Andrea, Elsevier. **Volume 31**: 401-422.
- Aubin, V., P. Quaegebeur & S. Degallaix** (2003). "Cyclic plasticity of a duplex stainless steel under non-proportional loading." *Materials Science and Engineering: A* **346**(1-2): 208-215.
- Banvillet, A.** (2001). "Prévision de durée de vie en fatigue multiaxiale sous chargement réels: vers des essais accélérés". Thèse de doctorat. *L'Ecole Nationale Supérieure d'Art et Métiers*.
- Bathias & Bailon** (1997). La fatigue des matériaux et des structures. Paris, Hermes.
- Baudry, G. & A. Pineau** (1977). "Influence of strain-induced martensitic transformation on the low-cycle fatigue behavior of a stainless steel." *Materials Science and Engineering* **28**(2): 229-242.
- Bavay, J. C.** (1990). Les aciers inoxydables austénitiques. Les aciers inoxydables, Les Editions de Physique: 564-610.
- Bayerlein, M., H. J. Christ & H. Mughrabi** (1989). "Plasticity-induced martensitic transformation during cyclic deformation of AISI 304L stainless steel." *Materials Science and Engineering: A* **114**(0): L11-L16.
- Benallal, A., P. Le Gallo & D. Marquis** (1989). "An experimental investigation of cyclic hardening of 316 stainless steel and of 2024 aluminium alloy under multiaxial loadings." *Nuclear Engineering and Design* **114**(3): 345-353.
- Benallal, A. & D. Marquis** (1987). "Constitutive Equations for Nonproportional Cyclic Elasto-Viscoplasticity." *Journal of Engineering Materials and Technology* **109**(4): 326-336.
- Bocher, L. & P. Delobelle** (1997). "Étude expérimentale du comportement cyclique d'un acier du type 316 L sous chargement multiaxial complexe en traction-torsion-pressions interne et externe." *J. Phys. III France* **7**(9): 1755.
- Bocher, L., P. Delobelle, P. Robinet & X. Feugas** (2001). "Mechanical and microstructural investigations of an austenitic stainless steel under non-proportional loadings in tension-torsion-internal and external pressure." *International Journal of Plasticity* **17**(11): 1491-1530.

- Bracke, L., L. Kestens & J. Penning** (2007). "Transformation mechanism of α' -martensite in an austenitic Fe–Mn–C–N alloy." *Scripta Materialia* **57**(5): 385-388.
- Breidis, J. F. & W. D. Robertson** (1962). "The martensitic transformation in single crystals of iron-chromium-nickel alloys." *Acta Metallurgica* **10**(11): 1077-1088.
- Bui-Quoc, T., J. Dubuc, A. Bazergui & A. Biron** (1971). "Cumulative fatigue damage under strain controlled conditions." *Journal of Materials* **6**(3): 718-737.
- Burlet, H. & G. Cailletaud** (1987). Modeling of cyclic plasticity in finite element codes. *2nd International Conference on Constitutive Laws for Engineering Materials: Theory and Applications*, 1157–1164.
- Cailletaud, G. & K. Saï** (1995). "Study of plastic/viscoplastic models with various inelastic mechanisms." *International Journal of Plasticity* **11**(8): 991-1005.
- Calloch, S.** (1997). "Essais triaxiaux non proportionnels et ingénierie des modèles de plasticité". *Ecole Nationale Supérieure de Cachan*.
- Chaboche J. L., G. R.** (1981). On the plastic and viscoplastic constitutive equations based on the internal variables concept. *SMIRT 6*, Paris.
- Chaboche J. L., K. D.-V., G. Cordier** (1979). Modelisation of the strain memory effect on the cyclic hardening of 316 stainless steel. *SMIRT5*, Berlin, L11/13.
- Chopra, O. K., H. M. Chung, T. F. Kassner, J. H. Park, W. J. Shack, J. Zhang, F. W. Brust & P. Dong** (1999). "Current research on environmentally assisted cracking in light water reactor environments." *Nuclear Engineering and Design* **194**(2–3): 205-223.
- Chopra, O. K. & D. J. Gavenda** (1998). "Effects of LWR Coolant Environments on Fatigue Lives of Austenitic Stainless Steels." *Journal of Pressure Vessel Technology* **120**(2): 116-121.
- Christ, H. J. & H. Mughrabi** (1992). Microstructure and low-cycle fatigue. Third. Int. Conf. on Low Cycle Fatigue and Elasto-Plastic Behaviour of Materials. Berlin, K.-T. Rie et al., Elsevier Applied Science: 56.
- Colin, J. & A. Fatemi** (2010). "Variable amplitude cyclic deformation and fatigue behaviour of stainless steel 304L including step, periodic, and random loadings." *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* **33**(4): 205-220.
- Colin, J., A. Fatemi & S. Taheri** (2010). "Fatigue Behavior of Stainless Steel 304L Including Strain Hardening, Prestraining, and Mean Stress Effects." *Journal of Engineering Materials and Technology* **132**(2): 021008-021013.
- Colin, J., A. Fatemi & S. Taheri** (2011). "Cyclic hardening and fatigue behavior of stainless steel 304L." *Journal of Materials Science* **46**(1): 145-154.
- Cunat, P. J.** (2000). "Aciers inoxydables - Propriétés. Résistance à la corrosion Propriétés. Résistance à la corrosion." *Techniques de l'ingénieur Aciers inoxydables, aciers réfractaires et aciers résistant au fluage base documentaire : TIB346DUO*(ref. article : m4541).
- Cunat, P. J.** (2000). "Aciers inoxydables Critères de choix et structure." *Techniques de l'ingénieur Aciers inoxydables, aciers réfractaires et aciers résistant au fluage base documentaire : TIB346DUO*(ref. article : m4540).
- De Baglion, L.** (2011). "Comportement et endommagement en fatigue oligocyclique d'un acier inoxydable austénitique 304l en fonction de l'environnement (vide, air, eau primaire

REP) à 300°C". Thèse de doctorat. *L'Ecole nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique*.

De Baglion, L. & J. Mendez (2010). "Low cycle fatigue behavior of a type 304L austenitic stainless steel in air or in vacuum, at 20 °C or at 300 °C: Relative effect of strain rate and environment." *Procedia Engineering* **2**(1): 2171-2179.

Delobelle, P. (1993). "Synthesis of the elastoviscoplastic behavior and modelization of an austenitic stainless steel over a large temperature range, under uniaxial and biaxial loadings, part I: Behavior." *International Journal of Plasticity* **9**(1): 65-85.

Diani, J. M. & D. M. Parks (1998). "Effects of strain state on the kinetics of strain-induced martensite in steels." *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* **46**(9): 1613-1635.

Dickson, J. I., J. Boutin & L. Handfield (1984). "A comparison of two simple methods for measuring cyclic internal and effective stresses." *Materials Science and Engineering* **64**(1): L7-L11.

Doquet, V. (1989). "comportement et endommagement de deux acier à structure cubique centrée et cubique faces centrées en fatigue oligocyclique". Thèse de doctorat. *L'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris*.

Doquet, V. & S. Taheri (2000). "Effet d'un précrouissage ou d'un surécrouissage sur la durée de vie en fatigue de divers aciers à contrainte ou déformation imposées." *Revue Française de Mécanique*: 28-33.

Durand-Charre, M. (2003). La microstructure des aciers et des fontes, genèse et interprétation. Sirpe. Paris: 400.

Ellyin, F. (1997). Fatigue damage, crack growth and life prediction, Chapman & Hall.

Ellyin, F. & D. Kujawski (1984). "Plastic Strain Energy in Fatigue Failure." *Journal of Pressure Vessel Technology* **106**(4): 342-347.

Faidy, C. (2002). "La fatigue thermique dans les centrales nucléaires : enseignement du retour d'expérience." *Note EDF/DIS/SEPTEN*.

Fatemi, A. & L. Yang (1998). "Cumulative fatigue damage and life prediction theories: a survey of the state of the art for homogeneous materials." *International Journal of Fatigue* **20**(1): 9-34.

Feaugas, X. (1999). "On the origin of the tensile flow stress in the stainless steel AISI 316L at 300 K: back stress and effective stress." *Acta Materialia* **47**(13): 3617-3632.

Feaugas, X. & C. Gaudin (2001). "Different levels of plastic strain incompatibility during cyclic loading: in terms of dislocation density and distribution." *Materials Science and Engineering: A* **309–310**(0): 382-385.

Feaugas, X. & C. Gaudin (2004). "Ratchetting process in the stainless steel AISI 316L at 300 K: an experimental investigation." *International Journal of Plasticity* **20**(4–5): 643-662.

Feaugas, X. & H. Haddou (2003). "Grain-Size Effects On Tensile Behaviour Of Nickel and AISI 316L Stainless Steel." *Metallurgical Transactions A* **34**: 2329 – 2340.

Feltner, C. E. & J. D. Morrow (1961). "Microplastic Strain Hysteresis Energy as a Criterion for Fatigue Fracture." *Journal of Basic Engineering* **83**(1): 15-22.

- Fissolo, A. & J. M. Stelmaszyk** (2009). "A First Investigation on Cumulative Fatigue Life for a Type 304-L Stainless Steel Used for Pressure Water Reactor." *ASME Conference Proceedings* **2009**(43666): 263-272.
- Ganesh Sundara Raman, S. & K. A. Padmanabhan** (1995). "A comparison of the room-temperature behaviour of AISI 304LN stainless steel and Nimonic 90 under strain cycling." *International Journal of Fatigue* **17**(4): 271-277.
- Ganesh Sundara Raman, S. & K. A. Padmanabhan** (1996). "Effect of prior cold work on the room-temperature low-cycle fatigue behaviour of AISI 304LN stainless steel." *International Journal of Fatigue* **18**(2): 71-79.
- Ganesh Sundara Raman, S., Padmanabhan, K. A.** (1992). "Determination of the room-temperature cyclic stress—strain curve of AISI 304LN austenitic stainless steel by two different methods." *International Journal of Fatigue* **14**(5): 295-304.
- Gerland, M., R. Alain, B. Ait Saadi & J. Mendez** (1997). "Low cycle fatigue behaviour in vacuum of a 316L-type austenitic stainless steel between 20 and 600°C—Part II: Dislocation structure evolution and correlation with cyclic behaviour." *Materials Science and Engineering: A* **229**(1–2): 68-86.
- Gil Sevillano, J.** (1993). "Flow stress and work hardening." *Material Science and Technology* **6**(VCH Publishers Inc): 18 – 88.
- Hall, E. O.** (1951). "The deformation and ageing of mild steel: III discussion of results." *Physical Society of London* **64**: 747 - 753.
- Hassan, T. & S. Kyriakides** (1994). "Ratcheting of cyclically hardening and softening materials: II. Multiaxial behavior." *International Journal of Plasticity* **10**(2): 185-212.
- Hassan, T., L. Taleb & S. Krishna** (2008). "Influence of non-proportional loading on ratcheting responses and simulations by two recent cyclic plasticity models." *International Journal of Plasticity* **24**(10): 1863-1889.
- Hauet, A., L. Taleb & S. Taheri** (2010). Correlations between microstructures at failure and LCF life time of 304L pre-strained steel. 16th International symposium on plasticity and its current applications. St. Kitts: 3–8.
- Hennessy, D., Steckel, G., and Altstetter, C.** (1976). "Phase Transformation of Stainless Steel During Fatigue." *Metallurgical Transactions A* **7**: 415-424.
- Hong, H. U., B. S. Rho & S. W. Nam** (2002). "A study on the crack initiation and growth from δ -ferrite/ γ phase interface under continuous fatigue and creep-fatigue conditions in type 304L stainless steels." *International Journal of Fatigue* **24**(10): 1063-1070.
- Hong, S.-G., S.-B. Lee & T.-S. Byun** (2007). "Temperature effect on the low-cycle fatigue behavior of type 316L stainless steel: Cyclic non-stabilization and an invariable fatigue parameter." *Materials Science and Engineering: A* **457**(1–2): 139-147.
- Humbert, M., B. Petit, B. Bolle & N. Gey** (2007). "Analysis of the γ - ϵ - α' variant selection induced by 10% plastic deformation in 304 stainless steel at -60°C." *Materials Science and Engineering: A* **454–455**(0): 508-517.
- Jiang, Y. & J. Zhang** (2008). "Benchmark experiments and characteristic cyclic plasticity deformation." *International Journal of Plasticity* **24**(9): 1481-1515.

- Kang, G., Q. Gao & X. Yang** (2004). "Uniaxial and non-proportionally multiaxial ratcheting of SS304 stainless steel at room temperature: experiments and simulations." *International Journal of Non-Linear Mechanics* **39**(5): 843-857.
- Kang, G., Q. Kan, J. Zhang & Y. Sun** (2006). "Time-dependent ratchetting experiments of SS304 stainless steel." *International Journal of Plasticity* **22**(5): 858-894.
- Keller, C.** (2009). "Etude expérimentale des transitions volume/surface des propriétés mécaniques du nickel polycristallin de haute pureté". Thèse de doctorat. *L'Université de Caen*.
- Kpodekon, C.** (2010). "Effet du pré-écrouissage sur la durée de vie d'aciers austénitiques de type 304L". Thèse de doctorat. *INSA de Rouen*.
- Krupp, U., H. J. Christ, P. Lezuo, H. J. Maier & R. G. Teteruk** (2001). "Influence of carbon concentration on martensitic transformation in metastable austenitic steels under cyclic loading conditions." *Materials Science and Engineering: A* **319–321**(0): 527-530.
- Lacombe, B., Beranger** (1990). Les aciers inoxydables, Les éditions de physique. France.
- Le Pécheur, A.** (2008). "Fatigue thermique d'un acier inoxydable austénitique : influence de l'état de surface par une approche multi-échelles". Thèse de doctorat. *Ecole Centrale Paris*.
- Le Pécheur, A., F. Curtit, M. Clavel, J. M. Stephan, C. Rey & P. Bompard** (2012). "Polycrystal modelling of fatigue: Pre-hardening and surface roughness effects on damage initiation for 304L stainless steel." *International Journal of Fatigue* **45**(0): 48-60.
- Le Roux, J. C., Taheri S., Sermage J. P., Colin J. & F. A.** (2008). Cyclic deformation and fatigue behaviors of stainless steel 304l including mean stress and pre-straining effects. *Pressure vessels and piping conference*, Chicago, Illinois, USA.
- Lebedev, A. A. & V. V. Kosarchuk** (2000). "Influence of phase transformations on the mechanical properties of austenitic stainless steels." *International Journal of Plasticity* **16**(7–8): 749-767.
- Lecroisey, F., Pineau, A.** (1972). "Martensitic transformations induced by plastic deformation in the Fe-Ni-Cr-C system." *Metallurgical Transactions A* **3**: 387-396.
- Lefebvre, D. & F. Ellyin** (1984). "Cyclic response and inelastic strain energy in low cycle fatigue." *International Journal of Fatigue* **6**(1): 9-15.
- Lehéricy, Y. & J. Mendez** (2006). Effect of low cycle fatigue damage on the residual fatigue strength of a 304l austenitic stainless steel. 9th Int. fatigue Congress. Atlanta USA. **F 335**.
- Lemaitre, J., J. L. Chaboche, A. Benallal & R. desmorat** (2009). Mécanique des matériaux solides, Dunod.
- Lukáš, P. & L. Kunz** (2001). "Cyclic slip localisation and fatigue crack initiation in fcc single crystals." *Materials Science and Engineering: A* **314**(1–2): 75-80.
- M. Klesnil, P. L.** (1980). "Fatigue of metallic materials." *Elsevier Ed*
- Ma, B. T. & C. Laird** (1989). "Overview of fatigue behavior in copper single crystals—I. Surface morphology and stage I crack initiation sites for tests at constant strain amplitude." *Acta Metallurgica* **37**(2): 325-336.
- Man, J., K. Obrtlík & J. Polák** (2003). "Study of surface relief evolution in fatigued 316L austenitic stainless steel by AFM." *Materials Science and Engineering: A* **351**(1–2): 123-132.

- Mendez, J.** (1999). "On the effects of temperature and environment on fatigue damage processes in Ti alloys and in stainless steel." *Materials Science and Engineering: A* **263**(2): 187-192.
- Mesmacque, G., S. Garcia, A. Amrouche & C. Rubio-Gonzalez** (2005). "Sequential law in multiaxial fatigue, a new damage indicator." *International Journal of Fatigue* **27**(4): 461-467.
- Miner, M. A.** (1945). "Cumulative damage in fatigue." *Journal of Applied Mechanics* **67**: A159–A164.
- Mughrabi, H.** (1978). "The cyclic hardening and saturation behaviour of copper single crystals." *Materials Science and Engineering* **33**(2): 207-223.
- Mughrabi, H.** (1983). "Dislocation wall and cell structures and long-range internal stresses in deformed metal crystals." *Acta Metallurgica* **31**(9): 1367-1379.
- Mughrabi, H.** (2000). Some aspects of fatigue of engineering materials. European Structural Integrity Society. M. E. A. M.-M. M. Fuentes and J. M. Martínez-Esnaola, Elsevier. **Volume 26**: 13-28.
- Mughrabi, H.** (2004). Specific features and mechanisms of fatigue in the ultrahigh-cycle regime. third international conference on very high cycle fatigue (VHCF-3). Kyoto: 1501–1508.
- Mughrabi, H. & H.-J. Christ** (1997). Cyclic deformation and fatigue of selected ferritic and austenitic steels : specific aspects. ISIJ International. **37**.
- Murakami, S., M. Kawai & Y. Ohmi** (1989). "Effects of Amplitude-History and Temperature-History on Multiaxial Cyclic Behavior of Type 316 Stainless Steel." *Journal of Engineering Materials and Technology* **111**(3): 278-285.
- Murry, G.** (1998). "Transformations dans les aciers." *Techniques de l'ingénieur Traitements thermiques des métaux : généralités base documentaire : TIB500DUO*(ref. article : m1115).
- Obtlik, K., T. Kruml & J. Polák** (1994). "Dislocation structures in 316L stainless steel cycled with plastic strain amplitudes over a wide interval." *Materials Science and Engineering: A* **187**(1): 1-9.
- Obtlik, K., J. Polák, M. Hájek & A. Vašek** (1997). "Short fatigue crack behaviour in 316L stainless steel." *International Journal of Fatigue* **19**(6): 471-475.
- Olson, G. B., Cohen, M.** (1972). "A mechanism for the strain-induced nucleation of martensitic transformation." *Journal of the Less-Common Metals* **28**: 107-118.
- Parr, J. G., Hanson, A., and Revised by Lula, R. A.** (1986). Stainless Steel. Ohio.
- Petch, N. J.** (1953). "The cleavage strength of polycrystals." *Journal of the Iron Steel Institute* **174**: 25 – 28.
- Petit, B., N. Gey, M. Cherkaoui, B. Bolle & M. Humbert** (2007). "Deformation behavior and microstructure/texture evolution of an annealed 304 AISI stainless steel sheet. Experimental and micromechanical modeling." *International Journal of Plasticity* **23**(2): 323-341.
- Pickering, F. B.** (1984). Physical metallurgical development of stainless steels. *Proc. of the Conf. Stainless Steels*, Göteborg.

- Pilvin, P.** (1990). "Approches multiéchelles pour la prévision du comportement anélastique des métaux". Thèse de doctorat. *Université de Paris 6*.
- Polák, J., J. Helešic & K. Obrtlík** (1988). "Nucleation stress for persistent slip bands in fatigued copper single crystals." *Materials Science and Engineering: A* **101**(0): 7-12.
- Portier, L., S. Calloch, D. Marquis & P. Geyer** (2000). "Ratchetting under tension–torsion loadings: experiments and modelling." *International Journal of Plasticity* **16**(3–4): 303-335.
- Reed, R. P.** (1962). "The spontaneous martensitic transformations in 18% Cr, 8% Ni steels." *Acta Metallurgica* **10**(9): 865-877.
- Rho, B. S., H. U. Hong & S. W. Nam** (1998). "The fatigue crack initiation at the interface between matrix and δ -ferrite in 304L stainless steel." *Scripta Materialia* **39**(10): 1407-1412.
- Rho, B. S., H. U. Hong & S. W. Nam** (2000). "The effect of δ -ferrite on fatigue cracks in 304L steels." *International Journal of Fatigue* **22**(8): 683-690.
- Roth, I., M. Kübbeler, U. Krupp, H. J. Christ & C. P. Fritzen** (2010). "Crack initiation and short crack growth in metastable austenitic stainless steel in the high cycle fatigue regime." *Procedia Engineering* **2**(1): 941-948.
- S.-H. Doong, D. F. S., I. M. Robertson** (1990). "Dislocation substructures and nonproportional hardening." *Journal of Engineering Materials and Technology* **112**: 456-464.
- Saï, K., L. Taleb & G. Cailletaud** (2012). "Numerical simulation of the anisotropic behavior of 2017 aluminum alloy." *Computational Materials Science* **65**(0): 48-57.
- Salam, I., A. Tauqir & A. Q. Khan** (1997). "Causes of fatigue failure in an aero-engine component." *Engineering Failure Analysis* **4**(1): 39-47.
- Santner, J. S. & M. E. Fine** (1977). "The hysteretic plastic work as a failure criterion in a coffin-manson type relation." *Scripta Metallurgica* **11**(2): 159-162.
- Sassoulas, H.** (1997). "Traitements thermiques des aciers inoxydables." *Techniques de l'ingénieur Traitements thermiques des aciers, des alliages et des fontes base documentaire : TIB364DUO*(ref. article : m1155).
- Schaeffler, A. L.** (1949). "Constitution Diagrame for Stainless Steel Weld metal." *Metal Progress* **56**: 680-680B.
- Suresh, S.** (2004). *Fatigue of materials*, Cambridge.
- T. Itoh, M. S., M. Ohnami, K. Ameyama** (1992). Additional hardening due to nonproportional cyclic loading - A contribution of stacking fault energy. International Seminar on Multiaxial Plasticity. MECAMAT. Cachan, France.
- Taheri, S.** (1996). *Low-cycle fatigue damage cumulation rule for nonproportional loading*. London, Mechanical Engineering Publication.
- Taheri, S.** (1996). *Low cycle fatigue damage cumulation rule for nonproportional loading.ESIS 21*, Multiaxial and fatigue design, London, 283-299.
- Taheri, S., A. Hauet, L. Taleb & C. Kpodekon** (2011). "Micro–macro investigations about the fatigue behavior of pre-hardened 304L steel." *International Journal of Plasticity* **27**(12): 1981-2004.

- Taleb, L. & G. Cailletaud** (2010). "An updated version of the multimechanism model for cyclic plasticity." *International Journal of Plasticity* **26**(6): 859-874.
- Taleb, L. & G. Cailletaud** (2011). "Cyclic accumulation of the inelastic strain in the 304L SS under stress control at room temperature: Ratcheting or creep?" *International Journal of Plasticity* **27**(12): 1936-1958.
- Taleb, L., G. Cailletaud & L. Blaj** (2006). "Numerical simulation of complex ratcheting tests with a multi-mechanism model type." *International Journal of Plasticity* **22**(4): 724-753.
- Taleb, L. & A. Hauet** (2009). "Multiscale experimental investigations about the cyclic behavior of the 304L SS." *International Journal of Plasticity* **25**(7): 1359-1385.
- Tanaka, E., S. Murakami & M. Ōoka** (1985). "Effects of strain path shapes on non-proportional cyclic plasticity." *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* **33**(6): 559-575.
- Tauqir, A., I. Salam, A. ul Haq & A. Q. Khan** (2000). "Causes of fatigue failure in the main bearing of an aero-engine." *Engineering Failure Analysis* **7**(2): 127-144.
- Thang, B.-Q.** (1973). "Cyclic stress, strain and energy variation under cumulative damage tests in low cycle fatigue." *Journal of Testing and Evaluation (ASTM)* **1**(1): 58-64.
- Verhoeven, J. D.** (1975). *Fundamentals of physical metallurgy*.
- Weber, B.** (1999). "Fatigue multiaxiale des structures industrielles sous chargement quelconque". Thèse de doctorat. *INSA de Lyon*.
- Wolff, M. & L. Taleb** (2008). "Consistency for two multi-mechanism models in isothermal plasticity." *International Journal of Plasticity* **24**(11): 2059-2083.
- Xiao, L. & Z. B. Kuang** (1996). "Biaxial path dependence of macroscopic response and microscopic dislocation substructure in type 302 stainless steel." *Acta Materialia* **44**(8): 3059-3067.
- Yamaguchi, K., H. Adachi & N. Takakura** (1998). "Effects of plastic strain and strain path on young's modulus of sheet metals." *Metals and Materials* **4**(3): 420-425.
- Yoshida, F.** (1990). "Uniaxial and biaxial creep-ratcheting behavior of SUS304 stainless steel at room temperature." *International Journal of Pressure Vessels and Piping* **44**(2): 207-223.
- Yoshida, F., T. Uemori & K. Fujiwara** (2002). "Elastic-plastic behavior of steel sheets under in-plane cyclic tension-compression at large strain." *International Journal of Plasticity* **18**(5-6): 633-659.

Résumé

Le travail s'intéresse aux effets d'un pré-écrouissage cyclique axial ou en torsion sur le comportement cyclique et la durée de vie en fatigue sous sollicitation axiale à température ambiante d'un acier inoxydable austénitique 304L. Les essais cycliques séquentiels réalisés en plusieurs paliers à amplitude de déformation croissante ou décroissante montrent que la courbe cyclique du 304L est non-unique. Cette caractéristique est liée à la persistance de l'état microstructural généré pendant les cycles d'amplitude de déformation maximale de la première séquence. En effet, un tel état est formé essentiellement de cellules, veines, murs et BGP qui n'ont pu être complètement restaurés par les amplitudes de déformation inférieures appliquées durant la deuxième séquence. En augmentant le nombre des séquences, l'acier 304L montre une tendance vers une courbe cyclique asymptotique, l'écrouissage semble se stabiliser et les courbes cycliques sont quasi-superposées sur la courbe issue de la deuxième séquence. L'application du chargement séquentiel comme un chargement de pré-écrouissage assure un retour progressif à zéro contrainte-déformation à la fin du processus de pré-écrouissage. L'étude de l'effet isolé du pré-écrouissage sans l'intervention de la contrainte moyenne était alors possible. Des essais de fatigue sous chargement axial utilisant différentes amplitudes de déformation imposée ont été réalisés sur des éprouvettes vierges ou pré-écrouies en traction-compression ou en torsion. Les durées de vie ont été sensiblement réduites pour les éprouvettes pré-écrouies. Ce phénomène est lié à la formation de structures de dislocations denses héritées de la phase de pré-écrouissage. L'endommagement est ainsi accéléré et les microstructures fragilisantes caractéristiques de la fatigue induites dès cette première phase conduit à une rupture précoce. Cependant, l'augmentation de l'amplitude de déformation en fatigue réduit l'effet du pré-écrouissage.

Mots clefs : *Acier inoxydable 304L ; pré-écrouissage ; courbe cyclique ; chargement non proportionnel ; écrouissage cinématique ; écrouissage isotrope ; structure de dislocation.*

Abstract

This study investigates the effect of the cyclic axial or shear pre-hardening on the cyclic behavior and the fatigue life in the axial direction of the austenitic stainless steel 304L at room temperature. Sequential cyclic tests were performed under increasing or decreasing strain control. The results show that the cyclic curve is not unique, as it depends on the loading sequences. This result is related to the microstructural state generated during cycles of maximum strain amplitude of the first sequence. Such a state, formed essentially of cells, veins, walls and PSB, could not be completely restored by the lower applied strain-amplitude during the second sequence. By increasing the number of sequences, the 304L has a tendency to get an asymptotic cyclic curve. Strain hardening seems to be stabilized and the cyclic curves are almost superimposed on the one obtained after the second sequence. The application of sequential loading, as a pre-hardening, ensures a progressive return to zero stress-strain at the end of the pre-hardening process. This enables us to perform the subsequent fatigue tests under zero mean stress, and make it possible to study the isolated effects of prehardening. Fatigue tests were carried out on pre-hardened specimens in both axial or shear loading directions, and on virgin specimens at different strain amplitudes. Lifetimes were significantly reduced for pre-hardened specimens compared to the virgin ones. This phenomenon is related to the formation of microstructural high density dislocations inherited from the pre-hardening process. The damage is accelerated and lead to early rupture. However, the increase of the strain amplitude in the fatigue tests reduces the effect of pre-hardening.

Keywords: *304L stainless steel; prehardening; cyclic curve; non proportional loading ; kinematic cyclic hardening; isotropic cyclic hardening; microstructures.*