

THÈSE

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par :

Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse)

Discipline ou spécialité :

Science et Génie des Matériaux

Présentée et soutenue par :

Mme CORALIE PARRENS

le lundi 27 février 2017

Titre :

Cyclage thermomécanique d'un acier inoxydable austénitique à haute température: influence sur le vieillissement et le comportement mécanique. Caractérisations expérimentales et modélisations.

Ecole doctorale :

Sciences de la Matière (SDM)

Unité de recherche :

Centre Interuniversitaire de Recherche et d'Ingénierie des Matériaux (C.I.R.I.M.A.T.)

Directeurs de Thèse :

MME DOMINIQUE POQUILLON

M. BENOIT MALARD

Rapporteurs :

M. ALAIN HAZOTTE, UNIVERSITÉ LORRAINE

M. GILBERT HENAFF, ENSMA POITIERS

Membres du jury :

Mme MURIEL VERON, INP GRENOBLE, Présidente

M. BENOIT MALARD, INP TOULOUSE, Membre

M. LIONEL MARCIN, GROUPE SAFRAN, Membre

Mme ANNE-FRANÇOISE GOURGUES-LORENZON, MINESPARISTECH, Membre

Mme DOMINIQUE POQUILLON, INP TOULOUSE, Membre

Mme MURIEL HANTCHERLI, UNIVERSITE TOULOUSE 3, Membre

« Entre
Ce que je pense,
Ce que je veux dire,
Ce que je crois dire,
Ce que je dis,
Ce que vous avez envie d'entendre,
Ce que vous croyez entendre,
Ce que vous entendez,
Ce que vous avez envie de comprendre,
Ce que vous comprenez,
Il y a dix possibilités qu'on ait des difficultés à communiquer.
Mais essayons quand même… »

Encyclopédie du savoir relatif et absolu
Bernard Werber

Remerciements

Au cours de ces derniers mois, la rédaction de ce manuscrit m'a permis de faire le bilan de ces trois années de thèse, sur le plan scientifique bien sûr, mais pas seulement. J'ai énormément apprécié cette expérience sous de nombreux aspects, et je dois remercier de nombreuses personnes pour cela, que leur apport ait été humain et/ou technique.

La première personne à laquelle je pense, et à laquelle les deux aspects précédents collent à la peau est Dominique Poquillon. Je te remercie du fond du cœur d'avoir encadré ces trois années avec passion. J'ai énormément appris à tes côtés, scientifiquement (un bon point pour une thèse en sciences des matériaux), mais ce qui m'aura le plus marqué c'est le talent que tu as pour allier l'humain au travail. Même si tu as toujours eu une longueur d'avance sur moi, tu as su me laisser faire mes expériences et mûrir en découvrant mon propre chemin. Et dire que je ne voulais pas faire de thèse…

Je remercie également Benoit Malard d'avoir co-encadré ces travaux. Tu as toujours su te rendre disponible, et tu m'as donné l'occasion de découvrir et de me former sur des outils de caractérisation des matériaux auxquels j'aurais eu difficilement accès sans toi. Merci à tous les deux pour votre accompagnement et pour tout ce que vous m'avez apporté.

En second lieu, je tiens à remercier M. Alain Hazotte, Professeur à l'Université de Lorraine, et M. Gilbert Henaff, Professeur à l'ISAE-ENSMA, d'avoir accepté de rapporter ces travaux de thèse. Merci à vous d'avoir mobilisé votre temps et vos compétences pour examiner et juger ce travail. Je remercie tout particulièrement Mme Muriel Veron, Professeur à Grenoble INP, pour avoir accepté de présider ce jury. Après avoir suivi vos cours à Phelma, ce fut un réel plaisir pour moi de vous retrouver le temps de cette soutenance de thèse. J'espère que vous y avez pris autant de plaisir que moi, et que vous avez pu retrouver les traces de votre enseignement dans ces travaux.

Je remercie également l'ensemble des membres du jury pour avoir pris le temps d'examiner ces travaux. Je tiens à remercier en particulier Mme Anne-Françoise Gourgues-Lorenzon, pour la qualité de ses corrections sur le manuscrit et des questions qu'elle a soulevées au cours de cette soutenance, ainsi que Mme Muriel Hantcherli qui, à quelques semaines d'un heureux événement, a pris le temps de faire partie de ce jury. Je remercie l'ensemble des membres du jury pour la richesse des échanges et l'enthousiasme qu'ils ont partagé au cours de la soutenance de ces travaux.

Ce travail n'aurait pas été possible sans le support de Jean-Luc Dupain. Ta curiosité scientifique a permis d'allier science et technique dans une problématique industrielle concrète qui méritait d'être valorisée. Tu as su montrer l'intérêt de ce sujet, et tu m'as donné l'opportunité de réaliser ces trois ans de recherche dans un cadre idéal. Pour cela je te dois un grand merci, et je te souhaite bonne chance pour tes futurs projets.

Je remercie également Jacques Lacaze qui n'a pas su résister au plaisir de s'intéresser aux « aciers à papi » avec moi. Ça a été un plaisir de travailler avec toi et d'apprendre à tes côtés. Merci pour ta patience, pour tes sourires taquins, pour ton besoin de trouver des réponses et pour ton obstination à vouloir aller au bout des choses.

Un grand merci à Serge, Jean-Jacques, Christian, Gilles et les autres compagnons de l'atelier de traitement thermique avec qui j'ai toujours pris plaisir à partager du temps lors de mes passages dans le Béarn. Leur aide a été précieuse, tant dans l'appréhension de ce sujet tout au long de ces trois années, que lors des essais ***in situ*** qui ont demandé du temps, de la patience et de la minutie. Je remercie également Nicolas Binot qui a suivi cette thèse et a toujours su se rendre disponible. J'ai pris beaucoup de plaisir au cours de chacun de nos échanges. Merci à Maud également, qui fait partie des belles rencontres de cette thèse : merci pour ta bonne humeur, merci pour ces discussions enflammées aux sujets très (très) variés, et merci de m'avoir hébergée lors de mes passages réguliers à Oloron.

Je remercie avec amour mes collègues du ***Bureau des Clowns*** qui ont toujours été là, dans les bons comme les mauvais moments. Les bons moments étaient très largement majoritaires grâce à vous, et vous avez tous participé à rendre ces trois années aussi épanouissantes et riches humainement parlant. Je remercie donc ma lolo, rominou, perraich et B-Max. Vous faites partie des « choses » de la thèse qui me manqueront le plus, parce que nous ne sommes pas que de simples collègues…

Je remercie également toutes les personnes que j'ai pu croiser au cours de ces trois pour tous ces moments partagés. J'ai toujours pris plaisir à échanger avec vous tous sur nos problématiques respectives, personnelles comme professionnelles. Dans le désordre et en espérant limiter les oublis inévitables (pour lesquels je m'excuse par avance), merci à mon petit Michau pour être un mec parfait, à Loïc d'être roux et d'avoir repris le flambeau #MT180, à Marlette pour avoir ouvert son restaurant à côté du labo, à Elodie pour m'avoir fait connaitre le BSORF ♥, à Aurélien pour la résistance de son foie et pour les alphas, à Pancou pour ses (au combien nombreuses) questions, à Alexandra pour Alexandri, à Rosanne pour la porte de ses toilettes, à Camille P. d'être Pierre, merci à Manu, Maëla, et Pierre G. du bureau-bouffe pour nous avoir nourris régulièrement, mention spéciale à Pierre pour sa grandeur, merci à Pierre P. pour la coloc à Porquerolles, à Jérémy pour m'avoir fait découvrir Pint of Science, à Jacques B. pour m'avoir montré qu'on peut perdre 10 kilos (PS : j'ai retrouvé ceux que tu as perdus, faut qu'on s'arrange pour que je te les rende ;-)). Merci à Olivier pour sa chevelure de feu, à Charlotte pour être chachoune et pour ses mougnou-mougnou, à Matthieu pour le temps passé en salle de manip., à André pour le pâté, à Ugras pour sa barbe douce, à Alessandro pour ses gâteaux, à Tom pour les clichés sur les petits chinois, à Francky pour Vincent, à Mathilde la Blonde, à Bruno de la dynastie des Jacques, à Béatrice pour le SAV informatique, à Alexandre F. et Ronan pour ce voyage aux Etats-Unis, aux greluches (Dominique B, Katia, Caro, Dominique D., Jany) pour leur joie de vivre communicative et leur patience que nous prenons soin de tester tous les jours, merci à Manon pour le compost et la planète, à Daniel S. et Diane pour leur bonne humeur dans les couloirs, à Maëlenn pour sa pâte Silly Putty, aux STI pour leur patience et leurs nombreux services. Merci également à tous ceux qui ont apporté leur pierre à cet édifice toujours en construction que je suis : Eric, Ghislaine, Bernard, Christine, Françoise, Cédric, Moukrane, Julitte, Lydia, Marie-Christine, Claudie, Arnaud, Lucien, Daniel M., Olivier, Djar, Yannick, Aurélie. Ça a été un plaisir d'apprendre chaque jour à vos côtés. Je vous souhaite une bonne continuation à tous, en espérant que nos routes se croisent à nouveau.

Je remercie également les stagiaires enthousiastes avec lesquels j'ai eu la chance de travailler : Hakim, Gaëtan, Charles, Tom, Inas, et Arnaud. Je vous remercie pour votre investissement. Votre travail et votre aide ont été précieux.

Je remercie mes amis et ma famille qui m'ont entourée au cours de l'ensemble de mon parcours, avant-thèse inclu. C'est grâce à vous tous que j'ai pu avancer sur ce long chemin. J'en arrive au plus important, les personnes qui ont toujours cru en moi et qui ont toujours été là dans les bons comme dans les mauvais moments : Papa, Maman, Manou, Mamie, Benji, mes madeleines Stef et Maïténa, Natasha. Merci à tous pour vos encouragements et pour votre amour. Et bien sûr, le meilleur pour la fin, je remercie du fond de mon cœur Camille, que je n'aurais pas rencontrée sans cette thèse, et qui m'a accompagnée au quotidien pendant ces trois années. Tu as toujours su trouver les mots et les gestes pour m'aider à avancer et à grandir, donc tout simplement, merci d'être ce que tu es, et merci d'être là…

Table des matières

Contexte de l'étude et introduction 1

Nomenclature des échantillons 5

Chapitre 1 : Revue bibliographique 9

I. Des aciers inoxydables à l'acier 310S 9

I.1. Généralités sur les aciers inoxydables 10

I.1.1. Rôle des éléments d'alliage 10
I.1.2. Austénite 12
I.1.3. Ferrite δ 16
I.1.4. Solidification 18
I.1.5. Laminage à chaud [31] 19

I.2. Vieillissement des aciers austénitiques 21

I.2.1. Phase σ 22
I.2.2. Carbures 32

II. Propriétés mécaniques des aciers inoxydables austénitiques 35

II.1. Contrainte à rupture des aciers austénitiques 35

II.2. Comportement viscoplastique 38

II.2.1. Les trois stades du fluage 38
II.2.2. Les diagrammes d'Ashby 39
II.2.3. Effet de la taille de grains 40

II.3. Paramètres du comportement mécanique 41

II.3.1. Effet du vieillissement 41
II.3.2. Effet du cyclage thermique 44
II.3.3. Effet de l'hydrogène 45

III. Modélisation 48

III.1. Modélisation des cinétiques de précipitation 48

III.1.1. Hypothèses et démonstration 48
III.1.2. Application du modèle 51

III.2. Modélisation du comportement viscoplastique 52

III.2.1. Les modèles viscoplastiques 52
III.2.2. Loi empirique de Norton [133] 53

Références 59

Chapitre 2 : Matériaux et méthodes expérimentales 65

I. Matériaux d'étude 65

I.1. Elaboration et mise en forme 65

I.2. Présentation des matériaux de l'étude 66

I.3. Traitements thermiques réalisés 67

I.3.1. Vieillissements isothermes 67
I.3.2. Vieillissements cycliques 68
I.3.3. Vieillissements in situ 69
I.3.4. Vieillissement sous contraintes 70
I.3.5. Traitements d'hypertrempe 71

I.4. Préparation des échantillons et des surfaces 71

II. Méthodes de caractérisation 73

II.1. Caractérisations en microscopie optique 73

II.1.1. Matériel 73
II.1.2. Attaques métallographiques 73

II.2. Caractérisations en microscopie électronique 75

II.2.1. Microscopie électronique à balayage (MEB) 75
II.2.2. Microsonde de Castaing 75
II.2.3. Microscopie électronique en transmission (MET) 76

II.3. Diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD) 76

II.4. Caractérisations par diffraction des rayons X 77

II.4.1. Diffraction des Rayons X 77
II.4.2. Diffraction du rayonnement synchrotron 78

II.5. Méthodologies mises en œuvre 79

II.5.1. Mesures de tailles de grains 79
II.5.2. Analyses d'images 79
II.5.3. Méthode Rietveld [11] 85
II.5.4. Mesures de contraintes résiduelles internes par Diffraction des Rayons-X 85
II.5.5. Détermination des contraintes par la méthode des $sin^2 \psi$ 87

II.6. Calculs thermodynamiques 88

III. Caractérisation des propriétés mécaniques 89

III.1. Géométrie des éprouvettes 89

III.1.1. Essais normalisés ECCI 89
III.1.2. Essais in situ 90
III.1.3. Essais réalisés au CIRIMAT 90

III.2. Traitements thermiques sur éprouvettes d'essais mécaniques 91

III.3. Essais normalisés réalisés par ECCI 92

III.4. Mesure de module d'Young par résonnance acoustique 93

III.5. Essais in situ 95

III.6. Essais réalisés au CIRIMAT 98

III.6.1. Dispositifs expérimentaux mis en place au CIRIMAT 98
III.6.2. Moyens de métrologie 102
III.6.3. Protocoles d'essais 105
III.6.4. Méthodologie de traitement des données 107

Références 110

Chapitre 3 : Résultats expérimentaux ***..... 113***

I. Etude métallurgique de l'alliage 113

I.1. Microstructure à l'état de réception 114
I.1.1. Microstructure de la matrice austénitique γ 114
I.1.2. Précipités : nature et organisation 116
I.1.3. Carbures 118
I.1.4. Mesures des contraintes résiduelles 119
I.1.5. Hétérogénéités chimiques 121

I.2. Vieillissement à 870°C 122
I.2.1. Evolution de la microstructure 122
I.2.2. Transformations de phases 127
I.2.3. Oxydation 132

I.3. Etude de la transformation de la phase σ : paramètres et conséquences 134
I.3.1. Transformation δ → σ à 870°C 134
I.3.2. Transformation γ → σ à 870°C 135
I.3.3. Facteurs influençant la cinétique de formation de la phase σ 137
I.3.4. Mécanisme de croissance 141
I.3.5. Evolution de la composition chimique de la matrice induite par la précipitation 142

I.4. Modification de la cinétique de formation de la phase σ par le cyclage thermique 145
I.4.1. Observations métallographiques 145
I.4.2. Croissance de la phase σ 147
I.4.3. Germination de la phase σ 149

I.5. Conclusion sur l'état métallurgique du matériau à l'état de réception et sur son évolution au cours du vieillissement à 870°C 150

II. Etude du comportement mécanique 151

II.1. Mesure du module d'Young par résonnance acoustique 151

II.2. Traction simple 153
II.2.1. Traction à température ambiante 153
II.2.2. Traction à chaud 155

II.3. Mesures de dureté 157

II.4. Fluage en environnement industriel 160
II.4.1. Mesure des déformations sur des outillages 161
II.4.2. Calcul des contraintes dans les bras 163
II.4.3. Résultats des essais de fluage *in situ* 165

II.5. Caractérisation du comportement en fluage 166
II.5.1. Comportement en fluage à 650°C 166

II.5.2. Comportement en fluage à 760°C 167
II.5.3. Comportement en fluage à 870°C 168
II.5.4. Etude des paramètres influençant le comportement mécanique 170

II.6. Comparaison des résultats in situ et en laboratoire 176

II.7. Conclusion sur le comportement mécanique du matériau 177

Références 179

Chapitre 4 : Discussion ***..... 181***

I. Retour sur les paramètres de l'étude 181

II. Modélisation du vieillissement 183

II.1. Adaptation du modèle de Johnson-Mehl-Avrami 184

II.2. Application au cas du vieillissement isotherme 185

II.3. Application au cas du vieillissement anisotherme (cycles de 2h à 870°C) 186

II.4. Comparaison des deux modèles déterminés 187

III. Etude de la transformation $\gamma \rightarrow \sigma$ 188

III.1. Prédictions thermodynamiques 188

III.2. Cinétique de transformation 189

III.3. Explication envisagée concernant l'accélération de la germination induite par le cyclage thermique 189

III.3.1. Enthalpie libre de formation 190
III.3.2. Effet sur la taille critique des germes 190
III.3.3. Lien avec le cyclage thermique 190

IV. Modélisation des propriétés élastiques isotropes 191

IV.1. Module d'Young 191

IV.1.1. Modélisation des résultats expérimentaux 191
IV.1.2. Modélisation des tôles épaisses 194
IV.1.3. Evolution du module d'Young en fonction de la fraction de phase σ 196

IV.2. Limite d'élasticité et contrainte à rupture 200

V. Modélisation du comportement en fluage 201

V.1. Paramètres de la loi de Norton 201

V.2. Modélisation des paramètres de la loi de Norton à 870°C 205

VI. Application du modèle à la prédiction des déformations 207

VI.1. Calculs par intégration sur un tableur 207

VI.2. Modèlisation sous Cast3M 210

VI.2.1. Simulation sur une éprouvette 211
VI.2.2. Simulation sur un bras d'outillage 212
VI.2.3. Comparaison avec déformation des bras mesurées *in-situ* 215

Références ***217***

Conclusion et perspectives ***219***

Annexes ***223***

Annexe A1 Discussion sur les dispositifs expérimentaux utilisés pour les essais de fluage 223
Annexe A2 Essais de fluage séquentiels 224
Annexe B Extensométrie 226
Annexe C Liste des essais de fluage réalisés 228
Annexe D Détail des mesures sur la croissance des grains 233

Contexte de l'étude et introduction

Le traitement thermique est une opération fréquente et importante lors de la fabrication de pièces de structure en acier. C'est notamment le cas pour les pièces constituant les trains d'atterrissage conçus et réalisés par Safran Landing Systems. Ce procédé, qui nécessite l'emploi d'une atmosphère à la chimie contrôlée, confère aux composants traités les microstructures et donc les caractéristiques mécaniques optimales pour l'application ciblée. Pour réaliser ces traitements, des équipements spécifiques sont nécessaires, tels que des fours, et des outillages adaptés permettant de maintenir, conformer et déplacer les pièces dans une installation automatisée. La figure A illustre un exemple de support, mesurant 3 mètres de haut et pesant 1300 kg, utilisé dans le cadre de cette application. Les outillages et les parties internes des fours, constitués en acier inoxydable austénitique 310S, sont soumis à des cycles thermiques, mécaniques et des sollicitations chimiques (atmosphère spécifique réductrice dans le four, trempes) tout au long de leur vie. La fiabilité de ces outillages est un élément majeur permettant de maîtriser les déformations des pièces traitées, mais également d'assurer la sécurité des opérateurs et de l'installation automatique. Cependant, des déformations importantes et de l'endommagement non prévus ont été observés sur les supports de traitements thermiques. Les immobilisations pour réparation, et les remplacements anticipés dus à une durée de vie mal évaluée, génèrent des coûts et des retards. D'autre part, les déformations rapides sont associées à un risque industriel qu'il convient de comprendre et d'évaluer afin d'éviter que les supports des pièces, comme celui illustré sur la figure A, ne présentent un risque pour les opérateurs et pour la production.

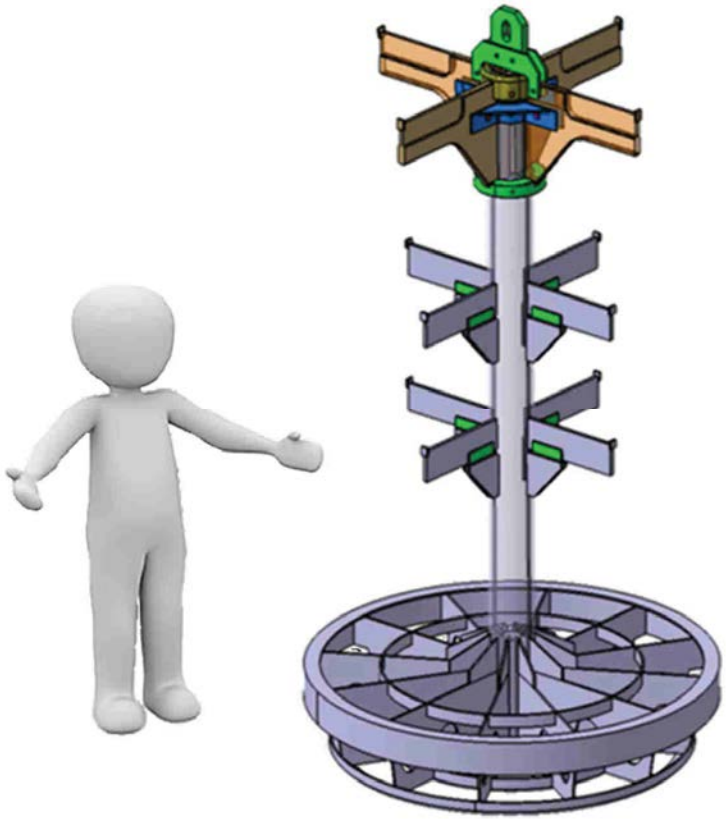


Figure A : Support de 1300 kg et 3 m de haut, en acier inoxydable 310S, utilisé pour le traitement thermique de constituants de trains d'atterrissage par Safran Landing Systems. L'opérateur sert à illustrer l'échelle du support.

Cette étude a donc pour but d'améliorer la durabilité et la fiabilité de ces outillages et des organes internes des fours grâce à une meilleure compréhension de leur comportement en service. Une prédiction plus précise de celui-ci permettra d'ajuster les designs et d'augmenter la qualité des dimensionnements effectués. Dans cette optique, une caractérisation quantitative des évolutions, et des « dégradations » du matériau utilisé, doit être menée dans les conditions de service. Elle permettra de déterminer les paramètres à prendre en compte dans la prédiction du comportement *in situ* des outillages. En effet, si les aciers inoxydables austénitiques ont fait l'objet de nombreuses études, l'effet conjoint des paramètres suivants est rarement pris en compte : cyclage thermique, haute température (870°C) dans une atmosphère contenant carbone, hydrogène…, sollicitations mécaniques induisant du fluage, transformations de phases. A cette température, la présence de soudures sur ces outillages mécano-soudés de grandes dimensions modifie localement la métallurgie. L'identification des paramètres à prendre en compte est donc nécessaire afin de pouvoir réaliser une modélisation fiable de la déformation des composants, voire de leur endommagement.

Le dimensionnement mené avant le démarrage de cette thèse consistait à utiliser des contraintes inférieures à la limite élastique, l'utilisation de données sur la contrainte associée à une déformation de 1% en 10 000 h permettant d'estimer la durée de vie des pièces sollicitées. Cependant, malgré l'utilisation d'un coefficient de sécurité d'un facteur 10 dans cette approche, des déformations de fluage très importantes, et bien au-delà de celles prévues, étaient observées. Une pré-étude, lors d'un stage précédent ces travaux, a permis de mesurer les déformations des supports entre les cycles de traitement thermique, et de confirmer un comportement en fluage inhabituel pour cet acier dans les conditions imposées par l'application industrielle. Suite à cela, il est apparu pertinent de lancer une étude du comportement en fluage, associée à une caractérisation de l'influence des différents paramètres identifiés dans les conditions de service.

Cette étude vise à explorer les causes de l'endommagement prématuré dû aux fortes vitesses de fluage observées sur les structures utilisées par Safran Landing Systems. Différents questionnements sont ainsi soulevés :

- Quelles sont les évolutions métallurgiques de l'acier inoxydable austénitique 310S dans les conditions spécifiques d'utilisation de Safran Landing Systems ?

- Le comportement mécanique peut-il être influencé par les cycles répétés à 870°C ?

- Le comportement mécanique peut-il être influencé par l'atmosphère utilisée au cours des traitements thermiques ?

- Quelles sont les évolutions microstructurales qui impactent notablement le comportement mécanique de cet alliage, et comment les prendre en compte ?

Les aciers inoxydables austénitiques de la série 300 sont sujets aux transformations de phases à haute température. De nombreuses études ont été menées, caractérisant la précipitation des intermétalliques et des carbures à 870°C. Lors de nos travaux, l'acier inoxydable 310S est donc caractérisé dans son état de réception, et son vieillissement à 870°C est étudié et quantifié. L'influence sur la microstructure de l'atmosphère spécifique utilisée pour le traitement thermique, imposée aux outillages, fait l'objet d'essais dédiés. Une analyse quantitative des conséquences du cyclage

thermique et des trempes sur l'évolution des microstructures du matériau est menée. L'effet d'une contrainte sur la cinétique de vieillissement est également exploré dans l'intervalle de contraintes subies par les outillages. Afin de corroborer les résultats, des caractérisations sur des composants en fin de vie, et des essais de fluage *in situ*, sont réalisés pour vérifier la cohérence entre les résultats obtenus en laboratoire et les conditions de l'installation industrielle.

Des essais mécaniques sont aussi réalisés sur éprouvettes usinées depuis des composants rebutés, l'objectif étant de caractériser le fluage à tous les stades de leur durée de vie, permettant ainsi la détermination d'une loi de comportement du matériau prenant en compte son évolution microstructurale. Afin de comprendre l'accélération du fluage observée en condition de service, les effets de l'atmosphère, du cyclage thermique entre la température ambiante et 870°C, et du vieillissement métallurgique de l'alliage sont investigués séparément. Pour cela, de nombreux essais de fluage sont menés dans différentes conditions expérimentales au CIRIMAT. En parallèle, des essais de fluage *in situ* sont conçus et réalisés en collaboration avec les personnes impliquées dans l'atelier de traitement thermique de Safran Landing Systems. Ils permettent de valider la représentativité et la pertinence des résultats expérimentaux obtenus en laboratoire.

Cet ensemble de caractérisations métallurgiques et d'essais mécaniques nous conduit à proposer un modèle de fluage du matériau dans les conditions de service. Ce modèle dérive de la loi empirique de Norton, en intégrant les évolutions du matériau à 870°C, de manière à s'adapter à la prédiction du comportement en conditions isotherme et anisotherme. Il prévoit les déformations des outillages en fonction du nombre de cycles subis et de la masse de pièces traitée. Il peut également être utilisé pour optimiser le design de composant. Enfin la méthodologie mise en place peut s'adapter si l'utilisation de nouveaux matériaux était envisagée.

Ce mémoire s'articule en quatre chapitres :

- Le premier présente une étude bibliographique concernant les alliages austénitiques, leur vieillissement à haute température, leurs comportements mécaniques à haute température et l'influence des paramètres pertinents pour l'étude. Il décrit également les modèles employés.

- Le deuxième chapitre présente le matériau, ainsi que l'ensemble des moyens et protocoles expérimentaux mis en œuvre.

- Le troisième chapitre est consacré aux résultats expérimentaux obtenus, à leur synthèse et aux interprétations réalisées. Il est divisé en deux sous-parties qui abordent successivement la métallurgie de l'alliage et son comportement mécanique.

- Dans le dernier chapitre, ces résultats sont discutés au regard de la bibliographie. Une modélisation est proposée, puis elle est validée par le retour d'expérience sur les données obtenues lors de ces travaux, tant celles des essais de laboratoire, que celles résultant des mesures faites sur le site industriel.

Nomenclature des échantillons

MATIERE BRUTE	
P10-*B*	Plat de 10 mm
P20-*B*	Plat de 20 mm
P50-*B*	Plat de 50 mm

EXERTISE SUR SUPPORTS (Safran Landing Systems)		
Echantillons	Durées de vieillissement à 870°C	
	Nb de cycles (2h10)	En heures
P10-*Support*-159cyc	159	344h30
P20-*Support*-257cyc	257	556h50

VIEILLISSEMENTS ISOTHERMES (CIRIMAT)		
Echantillons	Durées de vieillissement à 870°C	
	En jours	En heures
P20-V_I-1J	1	24
P20-V_I-2J	2	48
P20-V_I-5J	5	120
P20-V_I-9J	9	216
P20-V_I-15J	15	360
P20-V_I-20J	20	480
P20-V_I-30J	30	720
P20-V_I-40J	40	960
P20-V_I-60J	60	1440
P20-V_I-80J	80	1920
P20-V_I-20J*	20	480
P20-V_I-60J*	60	1440

VIEILLISSEMENTS CYCLIQUES (CIRIMAT)		
Echantillons	Durées de vieillissement à 870°C	
	Nb de cycles (2h)	En heures
P20-*V_C*-3cyc	3	6
P20-*V_C*-7cyc	7	14
P20-*V_C*-10cyc	10	20
P20-*V_C*-13cyc	13	26
P20-*V_C*-20cyc	20	40
P20-*V_C*-26cyc	26	52
P20-*V_C*-30cyc	30	60
P20-*V_C*-36cyc	36	72
P20-*V_C*-39cyc	39	78
P20-*V_C*-43cyc	43	86
P20-*V_C*-67cyc	67	134
P20-*V_C*-77cyc	77	154
P20-*V_C*-87cyc	87	174
P20-*V_C*-106cyc	106	212
VIEILLISSEMENTS IN SITU (Safran Landing Systems)		
Echantillons	Durées de vieillissement à 870°C	
	Nb de cycles (2h10)	En heures
P20-*In_Situ*-1cyc	1	2h10
P20-*In_situ*-2cyc	2	4h20
P20-*In_situ*-5cyc	5	10h50
P20-*In_situ*-10cyc	10	21h40
P20-*In_situ*-20cyc	20	43h20
P20-*In_situ*-50cyc	50	108h20
VIEILLISSEMENTS SOUS CONTRAINTE (CIRIMAT)		
Echantillons	Durée à 870°C (min)	Contrainte (MPa)
P20-*7,8MPa*-60h	60	7,8
P20-*7,8MPa*-720h	720	7,8
HYPERTREMPES (CIRIMAT)		
Echantillons	Durée (min)	Température
P20-*H*-1050°C	15	1050°C
P20-*H*-1100°C	15	1100°C

Tableau 1 : Traitements thermiques réalisés au CIRIMAT et nomenclature des échantillons traités

Chapitre 1 : Revue bibliographique

Cette étude vise à comprendre les évolutions du comportement mécanique d'un acier inoxydable austénitique 310S sollicité au cours de cycles de 2h10 à 870°C dans un environnement spécifique contenant différents éléments chimiques susceptibles d'interagir avec le matériau. Ce chapitre présente une revue bibliographique décrivant les phénomènes en lien avec cette étude. Une description des aciers, et plus précisément des spécificités des aciers inoxydables austénitiques est donnée. Les différents états microstructuraux observés en fonction de la solidification, de l'histoire thermomécanique et des traitements thermiques du matériau sont illustrés. Une attention particulière a été portée à l'acier 310S dont l'intervalle de composition normalisé est donné dans le Tableau I-1.

Exigences	C	Cr	Mn	N	Ni	P	S	Si
Min	-	24,0	-	-	19,0	-	-	-
Max	0,1	26,0	2,0	0,11	22,0	0,045	0,015	1,5

Tableau I-1 : Exigences (% massiques) sur la composition des aciers inoxydables 310

Une deuxième partie visera à décrire le comportement mécanique des aciers austénitiques à haute température, en se focalisant sur des études concernant les évolutions du comportement mécanique en fonction des paramètres de cette étude que sont les cycles thermiques, l'environnement gazeux riche en C, H, O et le vieillissement microstructural.

Différents modèles sont utilisés par la suite dans ce manuscrit afin de décrire les cinétiques de vieillissement de l'alliage 310S ainsi que le comportement viscoplastique à 870°C. Ils sont décrits et illustrés dans la troisième partie de ce chapitre.

I. Des aciers inoxydables à l'acier 310S

Les aciers sont fabriqués par l'homme depuis le Moyen-Age. Les procédés utilisés ont évolué constamment et la science de la métallurgie apparaît à la fin du XVIIIème siècle avec la définition de trois types de produits ferreux : le fer, la fonte et l'acier décrits dans un mémoire sur le fer [1]. La révolution industrielle née notamment grâce à la mise au point de nouvelles méthodes de fabrication et de conversion des aciers, permettant une fabrication en masse d'aciers de qualité [2].

Les larges connaissances acquises au fil des décennies sur les aciers ont permis le développement des superalliages à base nickel et base cobalt qui présentent des caractéristiques très intéressantes à haute température. Néanmoins, les aciers austénitiques restent largement utilisés notamment grâce à leurs procédés de fabrication relativement simples et leur bas coût.

Les aciers austénitiques sont présents dans de nombreuses industries telles que l'aérospatiale, l'agroalimentaire, l'électroménager et dans certains fours de traitement thermique.

I.1. Généralités sur les aciers inoxydables

Les aciers inoxydables constituent une vaste famille d'alliages métalliques à base de fer et de carbone qui contiennent des taux de chrome supérieurs à 10% afin d'obtenir ces propriétés d'acier dit « inoxydable ». Selon leur teneur en chrome et les traitements métallurgiques qu'ils ont subis, ils présentent un large éventail de propriétés [3].

Si le chrome est introduit pour conférer son caractère inoxydable à l'acier, de nombreux éléments d'alliage peuvent être ajoutés. Ces ajouts permettent de modifier les microstructures et les propriétés. Ils changent également les domaines d'équilibre des phases en présence. Le rôle des différents éléments d'alliage sera également discuté dans cette partie.

Aux basses températures et jusqu'à 910°C, le fer a une structure cubique centrée, il s'agit du fer α. Au-dessus de cette température, il se transforme en fer γ dont la structure est cubique à faces centrées. Une nouvelle transformation intervient à 1400°C pour donner le fer δ dont la structure est cubique centrée. Ces transformations étant réversibles, des traitements thermiques permettent de favoriser l'une ou l'autre des variétés allotropiques du fer.

Il existe plusieurs familles d'aciers, obtenues en ajoutant des éléments d'alliage, qui sont couramment utilisées : les aciers austénitiques, les aciers ferritiques, les aciers duplex ou encore les aciers martensitiques. Le choix d'un acier inoxydable parmi ces nuances est à mettre en lien avec la résistance à la corrosion, les caractéristiques mécaniques, les aptitudes au formage, à l'emboutissage et au soudage recherchées. Selon les procédés d'élaboration utilisés après solidification, les microstructures obtenues diffèrent et seront précisées. Pour le cas de l'acier inoxydable austénitique 310S, nous regarderons également l'impact des traitements de mise en forme sur les microstructures finales.

I.1.1. Rôle des éléments d'alliage

Les aciers austénitiques sont majoritairement constitués de chrome, de nickel et de fer. L'addition de chrome est nécessaire pour améliorer la résistance à la corrosion ainsi que les propriétés mécaniques [4]. L'ajout notable de nickel améliore la ductilité et la ténacité, réduisant en outre la fragilité due au grossissement du grain [4].

La proportion relative entre les taux de chrome et de nickel, éléments d'alliage majoritaires, détermine la famille d'acier obtenue. Cette influence des taux de chrome et de nickel sur la structure formée est illustrée en Figure I-1.

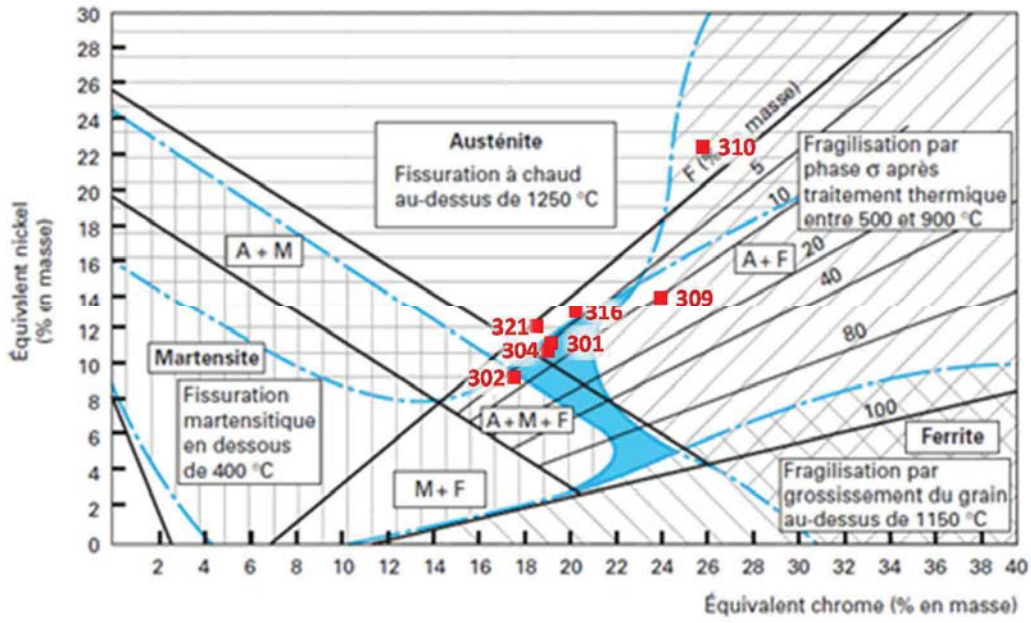


Figure I-1 : Teneurs équivalentes en chrome et en nickel des alliages austénitiques les plus courants de la série 300, placées dans le diagramme de Schaeffler [3]

Les aciers inoxydables de la série 300, dont les compositions pour certaines nuances sont reportées sur ce diagramme, sont majoritairement austénitiques et peuvent contenir des résidus de ferrite δ selon les procédés d'élaboration utilisés. Il apparaît que l'acier inoxydable 310, objet de cette étude, est très fortement allié avec environ 25% de chrome et 20% de nickel. Les deux phases probables dans l'acier 310 d'après ce diagramme sont donc l'austénite et la ferrite. Leurs domaines de stabilité ainsi que leurs propriétés seront présentés dans cette partie.

Certains éléments d'alliage sont introduits en quantités minoritaires et permettent également d'améliorer certaines propriétés et/ou de diminuer le coût des alliages. C'est le cas du manganèse qui est utilisé en substitution au nickel principalement pour des raisons économiques. En revanche, même s'il permet de conserver la structure austénitique au même titre que le nickel, le manganèse présente des effets néfastes pour les propriétés de l'alliage : d'une part, il diminue sa résistance à la corrosion, et d'autre part il augmente la solubilité de l'azote, source de fragilisation, dans l'austénite [5, 6].

Le molybdène, qui est un élément alphagène, peut être utilisé pour améliorer les propriétés en fluage des aciers par durcissement structural. Il permet également d'améliorer la résistance à la corrosion par piqûres et à la corrosion en milieu confiné. Par ailleurs, il facilite la précipitation des carbures, ce qui peut avoir un effet positif sur le comportement mécanique. En revanche, à haute température il favorise la formation de la phase σ et des phases de Laves. Or la présence de ces phases à température ambiante va à la fois diminuer la ténacité de l'alliage et sa résistance à la corrosion [7, 8].

D'autres éléments tels que le niobium, le titane et le vanadium augmentent fortement la résistance mécanique des aciers inoxydables austénitiques à haute température, principalement par une fine précipitation intragranulaire. Le rapport de la concentration de ces éléments

d'alliage sur la teneur en carbone est un paramètre d'intérêt qui permet de maximiser l'effet durcissant tout en évitant la précipitation d'autres phases préjudiciables. Ces éléments peuvent également avoir un effet durcissant par solution solide [6, 9].

Dans l'austénite, le carbone se situe dans les sites octaédriques du réseau cubique à faces centrées. La structure austénitique permet une grande solubilité du carbone. Par ailleurs, celui-ci présente une forte tendance à la ségrégation sur les joints de grains. L'abaissement du taux de carbone confère également une meilleure résistance dans le cas d'environnements agressifs, mais il diminue légèrement la résistance mécanique à haute température.

Le silicium peut être ajouté pour améliorer la résistance à l'oxydation. Le carbone et le silicium présentent également une forte influence sur la résistance au fluage des aciers austénitiques. Swindeman [10] rapporte et compare des données sur le fluage d'un acier 308 mettant en évidence l'effet positif de ces deux éléments comme illustré en Figure I-2.

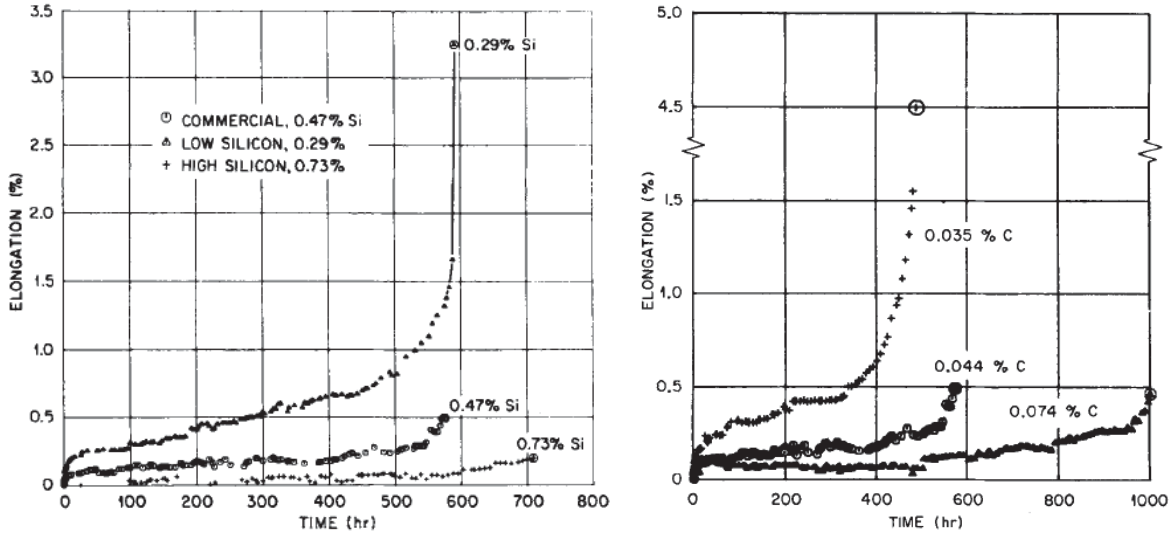


Figure I-2 : Effet du silicium et du carbone sur le fluage d'un acier inoxydable 308 à 649°C pour une contrainte de 125 MPa (données de l'ORNL) [10]

I.1.2. Austénite

L'austénite est une solution solide dans l'allotrope γ du fer particulièrement résistante à la corrosion [11]. Elle présente également une bonne résistance mécanique à chaud ainsi qu'une bonne soudabilité [12, 13].

L'austénite présente une structure cristalline cubique à faces centrées du groupe d'espace $Fm\bar{3}m$. La maille cristalline de cette matrice est représentée en Figure I-3. Weiss [14] a déterminé le paramètre de maille de l'austénite dans un acier 316 : $a_\gamma = 3{,}598$ Å

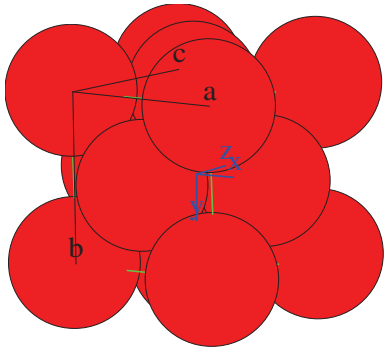


Figure I-3 : Représentation de la maille cristalline de l'austénite

Le paramètre de maille de l'austénite a fait l'objet de nombreuses études. En effet, il apparaît que la maille évolue fortement selon les éléments d'alliage qui la composent. L'influence du taux de carbone en solution solide sur le paramètre de maille a été étudié par Onink [15]. Cette étude expérimentale met en évidence l'effet de la fraction de carbone dans des alliages Fe-C entre 720°C et 1000°C. Ces résultats sont illustrés en Figure I-4-A.

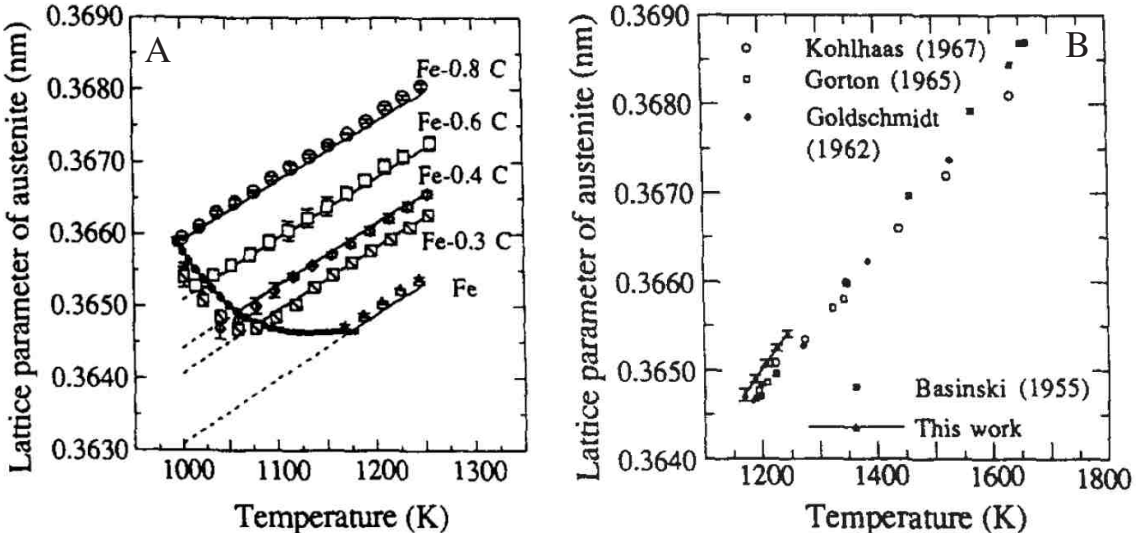


Figure I-4 : [A] Effet de la teneur en carbone sur le paramètre de maille de l'austénite dans le système Fe-C en fonction de la température [15] et [B] évolution du paramètre de maille de l'austénite (Fer pur) relevé pour différentes études [15-19]

Onink [15] compare également ses résultats aux données de la littérature concernant l'évolution du paramètre de maille de l'austénite du fer pur en fonction de la température Figure I-4-B. Les données répertoriées permettent de déduire le coefficient de dilatation de l'austénite : $\alpha_\gamma = 22 \pm 2 \cdot 10^{-6}\, K^{-1}$.

La structure austénitique des aciers est obtenue grâce à un équilibre entre éléments d'alliage gammagènes et alphagènes. Les éléments alphagènes tels que le chrome, le titane, l'aluminium et le silicium tendent à déstabiliser l'austénite au profit de la ferrite. A l'inverse, les éléments gammagènes augmentent la stabilité de l'austénite. Il s'agit du manganèse, du nickel, de l'azote, du cuivre… Pour des applications à haute température, la structure austénitique est privilégiée. Les éléments d'alliage sont donc choisis en conséquence.

Des traitements d'hypertrempe permettent de figer la structure austénitique observée à haute température. Il s'agit d'un refroidissement brutal ne permettant pas la formation de martensite. On obtient ainsi un acier austénitique (austénite métastable), avec une limite élastique assez basse (de l'ordre de 200 MPa) donc très ductile et facilement formable, mais assez difficilement usinable. La tenue mécanique de ces aciers à basse température est peu compétitive, cependant, à haute température, ils présentent de nombreux avantages. Ce traitement d'hypertrempe permet également de remettre en solution la plupart des carbures et des composés intermétalliques. Tout traitement thermique ultérieur, en particulier la soudure et le vieillissement, peuvent modifier cette microstructure.

L'augmentation du rapport du taux de nickel sur le taux de chrome permet d'augmenter le domaine d'équilibre de l'austénite. De même, dans le cas des aciers industriels, les éléments d'alliage minoritaires sont également pris en compte dans la prévision de la structure obtenue. Ainsi, les teneurs en éléments alphagènes et gammagènes sont utilisées pour calculer des taux de chrome et de nickel équivalents (%mass.) [13] :

$$\%Cr_{éq} = \%Cr + \%Mo + 1{,}5 \cdot \%Si + 0{,}5 \cdot \%Nb \qquad \textit{équation I-1}$$

$$\%Ni_{éq} = \%Ni + 30 \cdot \%C + 0{,}5 \cdot \%Mn \qquad \textit{équation I-2}$$

Plusieurs diagrammes ont été proposés pour déterminer la structure des alliages métalliques en fonctions de ces taux de chrome et de nickel équivalents. Le plus connu de ces diagrammes est le diagramme de Schaeffler [20], illustré en Figure I-1. Ce diagramme est principalement utilisé pour prévoir la structure à température ambiante de joints soudés, c'est-à-dire après solidification rapide. Ce diagramme a fait l'objet de plusieurs améliorations. Parmi les plus marquantes, il faut signaler celles de DeLong [21] et de Espy [22] qui prennent en compte la teneur en azote. Pour cela, l'expression permettant de calculer la teneur en nickel équivalente est modifiée (%mass.) [13] :

$$\%Cr_{éq} = \%Cr + \%Mo + 1{,}5 \cdot \%Si + 0{,}5 \cdot \%Nb \qquad \textit{équation I-3}$$

$$\%Ni_{éq} = \%Ni + 30 \cdot \%C + \mathbf{30} \cdot \%\boldsymbol{N} + 0{,}5 \cdot \%Mn \qquad \textit{équation I-4}$$

On obtient dans le cas du 310S de cette étude les taux suivants : $25{,}47\ \%Cr_{éq}$ et $21{,}77\ \%Ni_{éq}$. Cette composition sort du diagramme de Delong habituel illustré en Figure I-5. Cependant une extrapolation permet de prévoir une fraction de 3,4% de ferrite formée au cours de la solidification de l'alliage de notre étude.

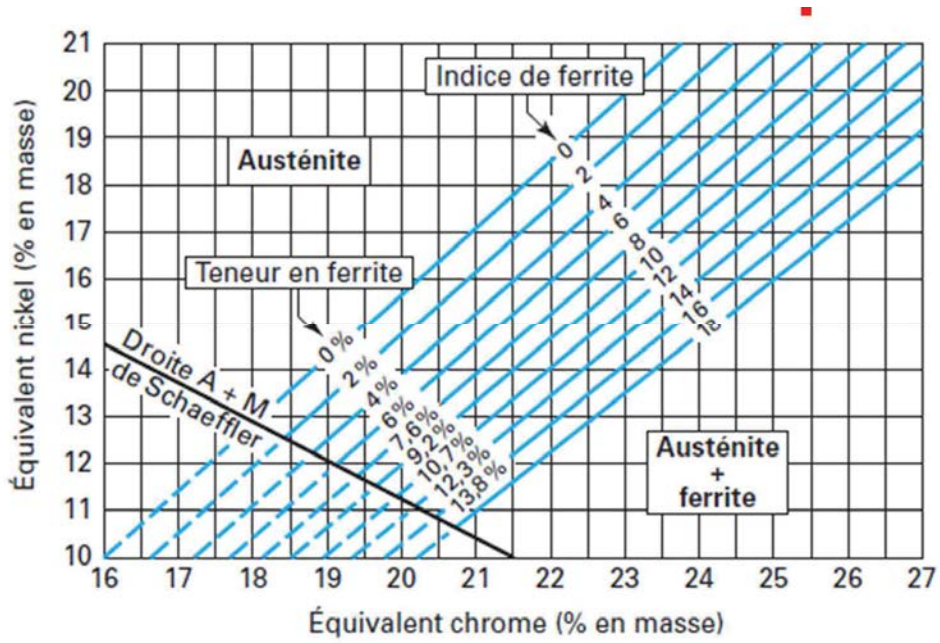


Figure I-5 : Diagramme de constitution des aciers inoxydables d'après Delong [3]. La composition de l'acier 310S étudié est indiquée par le marqueur rouge

L'oxydation à chaud, sous air, des aciers austénitiques est étudiée depuis de nombreuses années. Le chrome s'oxyde et forme une couche passive protectrice appelée chromine (Cr_2O_3). Hindam et Whittle [23] ont étudié la cinétique de formation de cette phase. Les résultats sont présentés dans le diagramme d'Arrhénius reporté en Figure I-6.

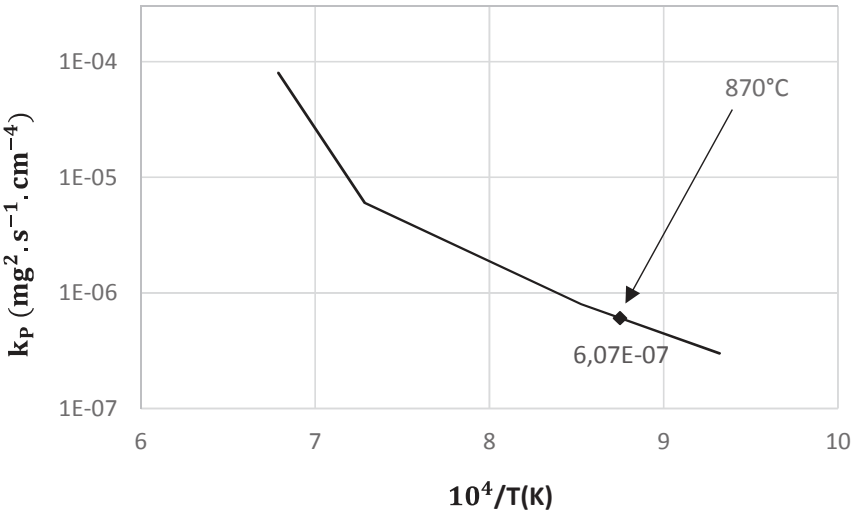


Figure I-6 : Diagramme d'Arrhénius construit par Hindam et Whittle [23] et détermination de la constante parabolique d'oxydation k_p de la chromine à 870°C

L'utilisation de ces données permet de déterminer la constante parabolique décrivant la cinétique d'oxydation à 870°C :

$$k_{P,870} = 6{,}07 \cdot 10^{-7}\ mg^2.s^{-1}.cm^{-4} \qquad \text{équation I-5}$$

Avec $k_{P,870}$ la constante parabolique d'oxydation à 870°C, utilisée afin de prédire l'épaisseur d'oxyde $e_{Cr_2O_3}$ (en cm) formée au cours de maintien cette température, ainsi que la prise de masse Δm (en g) induite :

$$\frac{\Delta m}{S} = \sqrt{k_P t} \qquad \textit{équation I-6}$$

$$e_{Cr_2O_3} = \frac{\Delta m}{S} * \frac{1}{\rho_{Cr_2O_3}} * \frac{152}{48} \qquad \textit{équation I-7}$$

Où S est la surface oxydée (en cm^2), t le temps de maintien à température (en s) et $\rho_{Cr_2O_3}$ la masse volumique de la chromine : $\rho_{Cr_2O_3} = 5{,}21\ g.cm^3$ [24].

I.1.3. Ferrite δ

La ferrite δ présente une maille de structure cubique centrée du groupe d'espace $Im3m$. Le paramètre de maille de la ferrite mesuré à température ambiante est de 2,88 Å [15] dans le fer pur. La maille de la ferrite δ telle que décrite est illustrée en Figure I-7.

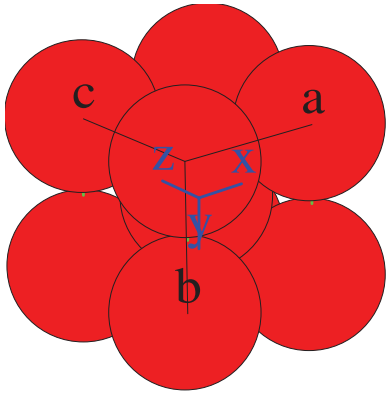


Figure I-7 : Représentation de la maille cristalline de la ferrite δ

Le coefficient de dilatation de la ferrite mesuré expérimentalement par Onink dans le fer pur est de : $\alpha_\delta = 17{,}5 \cdot 10^{-6}\ K^{-1}$ [15].

I.1.3.1. Morphologie et distribution de la ferrite résiduelle

Dans les produits de fonderie, la ferrite δ peut présenter différentes morphologies : vermiculaire, aciculaire, en lattes et globulaires. Les trois premières sont liées à la solidification, et la dernière vient de l'instabilité de la géométrie de la ferrite résiduelle.

Les différentes morphologies que peut présenter la ferrite sont généralement instables. Lors d'un maintien à haute température, ces morphologies peuvent évoluer afin de minimiser l'énergie de l'interface γ/δ. Ainsi la dissolution de celle-ci à haute température entraîne un changement de morphologie important.

La morphologie de la ferrite résiduelle observée dans les aciers 310 est la morphologie vermiculaire [25]. Il s'agit de la morphologie la plus fréquemment rencontrée dans les aciers austénitiques. David [25] a réalisé des traitements de 10 minutes à 1050°C sur les différentes

morphologies rencontrées dans un acier 308, et observé l'évolution microstructurale liée à la déstabilisation de la ferrite. La reconstruction en trois dimensions de la morphologie vermiculaire obtenue sur un acier austénitique 308 est illustrée en Figure I-8-A.

Un traitement thermique court à haute température, qui s'apparente au traitement d'hypertrempe réalisé sur l'alliage de cette étude, altère fortement la morphologie vermiculaire, laissant place à une morphologie en rubans permettant de minimiser l'interface γ/δ. Cette morphologie est illustrée en Figure I-8-B.

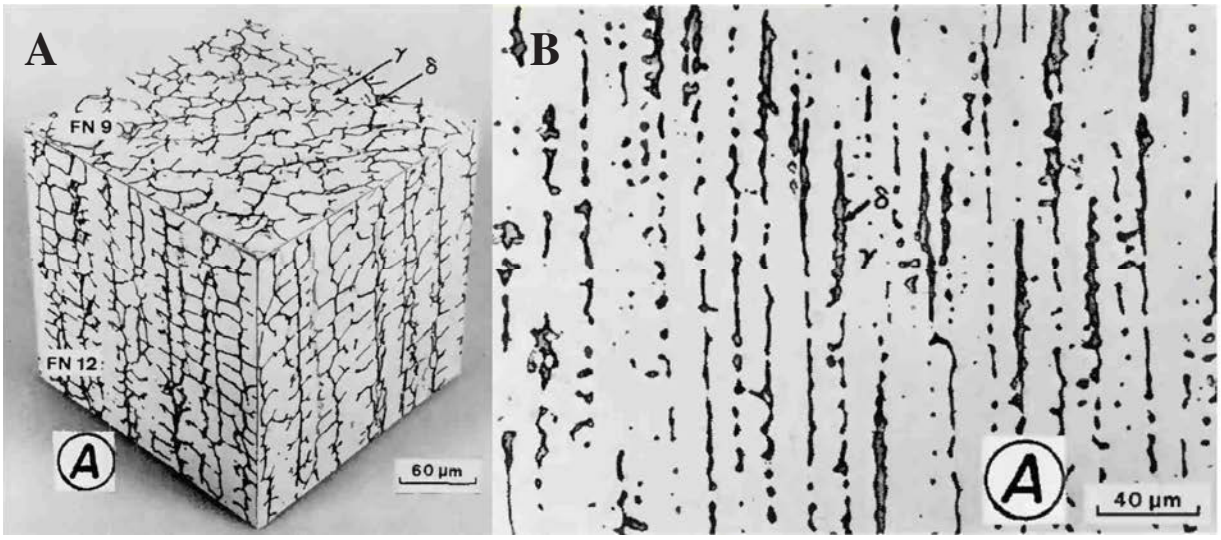


Figure I-8 : [A] Reconstitution 3D de la morphologie vermiculaire de la ferrite dans un acier 308 à partir de micrographies et [B] instabilité de cette morphologie après un maintien de 10 min à 1050°C d'après David [25]

I.1.3.2. Transformation de la ferrite résiduelle

La transformation de cette ferrite haute température est un sujet d'intérêt, notamment dans le cadre des traitements de mise en forme à froid. Elle se fait par le biais de la transformation $\delta \rightarrow \sigma + \gamma$ dans les aciers austénitiques. Selon la teneur en chrome, l'austénite formée peut être une austénite secondaire appauvrie en chrome, celui-ci étant consommé par la formation de la phase σ.

Gill et al. [26] ont étudié la cinétique de cette transformation dans un acier 316L. Les mesures de taux de ferrite transformée pour différentes durées et températures de vieillissement sont reportées en Figure I-9. Il apparaît que cette transformation est relativement lente à 500°C, la moitié de la ferrite initiale étant transformée après 5000 h de vieillissement. En revanche, l'effet de la température est très marqué sur la cinétique de cette transformation. A 600°C, la transformation est achevée après une vingtaine d'heures de vieillissement, et à 700°C seulement deux heures sont nécessaires.

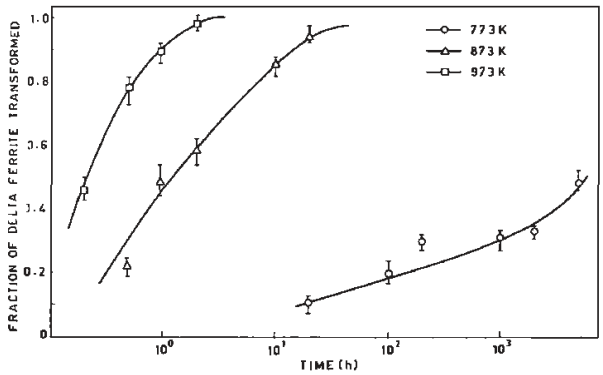


Figure I-9 : Suivi de la transformation de la ferrite δ en fonction de la durée et de la température de vieillissement pour un acier 316L [26]

Ces observations sont expliquées par la forme de la courbe Temps-Température-Précipitation (TTP). Le « nez » de cette courbe en C étant observé pour une température de 900°C [27], l'augmentation de la température de vieillissement entraîne une augmentation de la cinétique de transformation jusqu'à 900°C. Pour des températures inférieures, la diffusion des éléments est plus lente et limite la cinétique de transformation. Celle-ci est également dépendante de la cinétique de formation de la phase σ.

Kington et Noble [28] ont mis en évidence dans un acier 310 vieilli entre 800 et 850°C, que la transformation de la ferrite en phase σ est achevée en 9-12 minutes une fois la germination effectuée. La germination, qui peut donc être limitante, reste de l'ordre de quelques minutes dans le cas de l'acier 310 [28].

I.1.4. Solidification

Les teneurs en chrome et en nickel équivalent (équation I-3 et 4) permettent d'estimer pour des trajets complexes le chemin de solidification, en se rapprochant du système ternaire Fe-Cr-Ni. Selon le rapport $Cr_{éq}/Ni_{éq}$, la séquence de solidification peut s'effectuer selon différents modes [29]. Une brève description de ces modes de solidification est donnée ci-dessous et des illustrations sont reportées en Figure I-10.

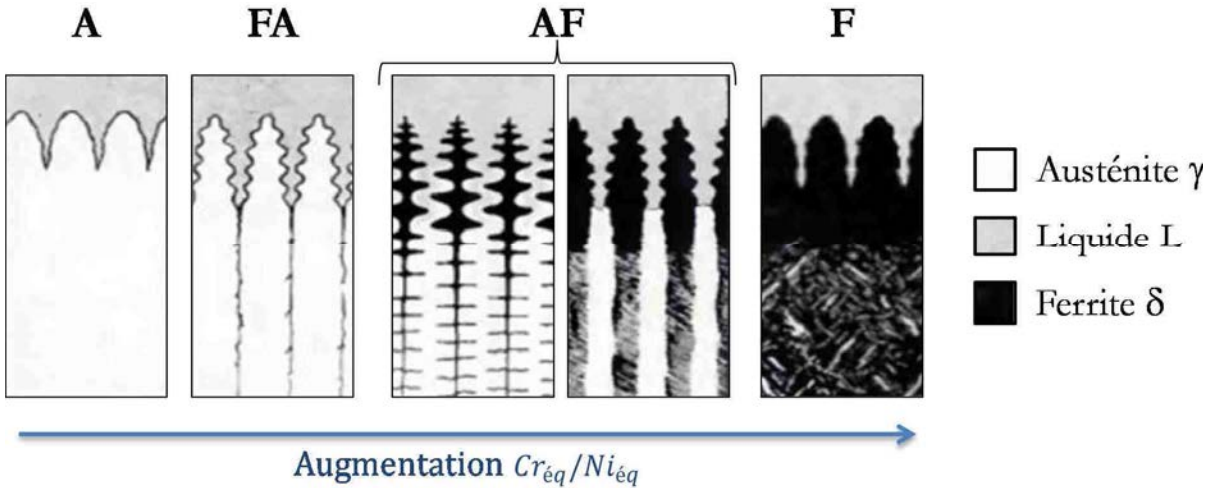


Figure I-10 : Structures obtenues à températures ambiantes, typiques des modes de solidifications obtenus en fonction du rapport $Cr_{éq}/Ni_{éq}$ [29]

Mode A Solidification d'austénite primaire en l'absence de ferrite :

$$L \rightarrow L + \gamma \rightarrow \gamma$$

Mode FA Solidification d'austénite primaire puis germination et croissance de ferrite par transformation eutectique dans les espaces interdendritiques où le liquide est enrichi en chrome :

$$L \rightarrow L + \gamma \rightarrow L + \gamma + \delta \rightarrow \gamma + \delta$$

Mode AF Solidification de ferrite primaire puis formation eutectique d'austénite dans la région triphasée. En dessous du solidus, la ferrite se transforme en austénite jusqu'à sa complète dissolution :

$$L \rightarrow L + \delta \rightarrow L + \delta + \gamma \rightarrow \gamma + \delta \rightarrow \gamma$$

Mode F Solidification de ferrite primaire avec de l'austénite formant une structure de Widmanstätten le long des joints de ferrite. Pour des ratios $Cr_{éq}/Ni_{éq}$ très élevés la microstructure finale peut être totalement ferritique :

$$L \rightarrow L + \delta \rightarrow \delta \rightarrow \delta + \gamma$$

$Augmentation\ de\ Cr_{éq}/Ni_{éq}$

L'utilisation de diagrammes de phase et des illustrations ci-dessous donne une description des systèmes à l'équilibre. Dans la fonderie ou la soudure, l'aspect cinétique joue également un rôle clé. La vitesse de solidification des alliages influence fortement les microstructures de solidification.

Le cas de l'acier 310 peut se rapprocher de celui du 304L en ce qui concerne le mode de solidification ; la présence de ferrite résiduelle formée dans les espaces interdendritiques primaires au cours de la solidification (Mode FA) peut y être observée [28, 30].

I.1.5. Laminage à chaud [31]

Les plats, objets de cette étude, sont utilisés à l'état de réception. Aucun traitement thermique n'est réalisé avant le montage des outillages de traitement thermique. La structure de l'alliage et ses propriétés sont donc déterminées par les procédés de mise en forme utilisés. Le laminage à chaud modifie profondément la microstructure comme illustré en Figure I-11.

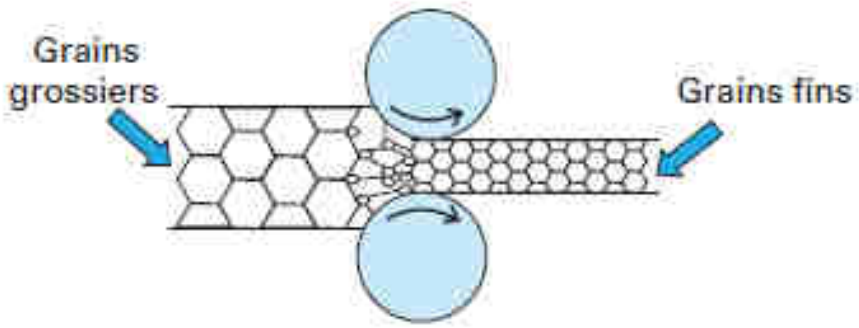


Figure I-11 : Schéma illustrant le procédé de laminage à chaud et le contrôle de la microstructure pendant la mise en forme [31]

Dans le cas des matériaux à faible énergie de défaut d'empilement (quelques $10^{-2}\ J.m^{-2}$) tels que les aciers austénitiques, la courbe contrainte-déformation obtenue au cours du laminage présente d'abord un domaine d'écrouissage, puis un maximum unique prononcé. Un adoucissement est ensuite observé jusqu'à atteindre un régime stationnaire ou la contrainte d'écoulement reste constante. Ce régime stationnaire est atteint pour des déformations relativement faibles ($\varepsilon < 1\%$) contrairement aux matériaux à forte énergie de défaut d'empilement (parfois $\varepsilon > 20\%$).

Pour de faibles vitesses de déformation et des températures élevées, une série d'oscillations est observée. Ces oscillations sont les conséquences du processus de recristallisation dynamique discontinue. La faible mobilité des dislocations dans ces matériaux à faible énergie de défaut d'empilement génère des taux d'écrouissage importants, ce qui conduit à l'accumulation locale de dislocations. L'énergie locale ainsi stockée constitue une force motrice suffisamment élevée pour permettre, à température élevée, la germination de nouveaux grains. Ces germes apparaissent généralement à proximité des joints de grains initiaux. Les nouveaux grains ainsi créés croissent alors au détriment des anciens grains écrouis, et la migration des joints de grains entraîne une diminution de l'énergie élastique du système. Ainsi la recristallisation dynamique discontinue (RDD) définit l'évolution structurale du matériau.

Cette recristallisation peut conduire à un grossissement ou à un affinement des grains. Dans le cas d'un affinement des grains, la recristallisation se produit « en collier » à partir des joints de grains initiaux comme illustré en Figure I-12. Les nouveaux grains recristallisés se déformant sous l'action de la sollicitation imposée, l'état d'écrouissage du matériau obtenu est fortement hétérogène et les différentes zones du matériau ne sont plus au même stade de la recristallisation.

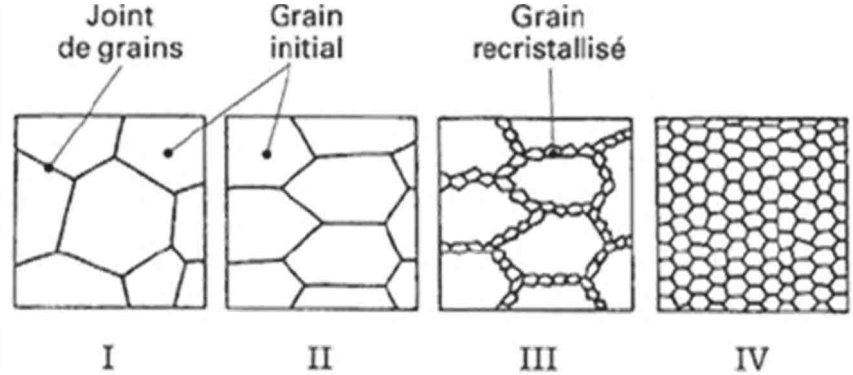
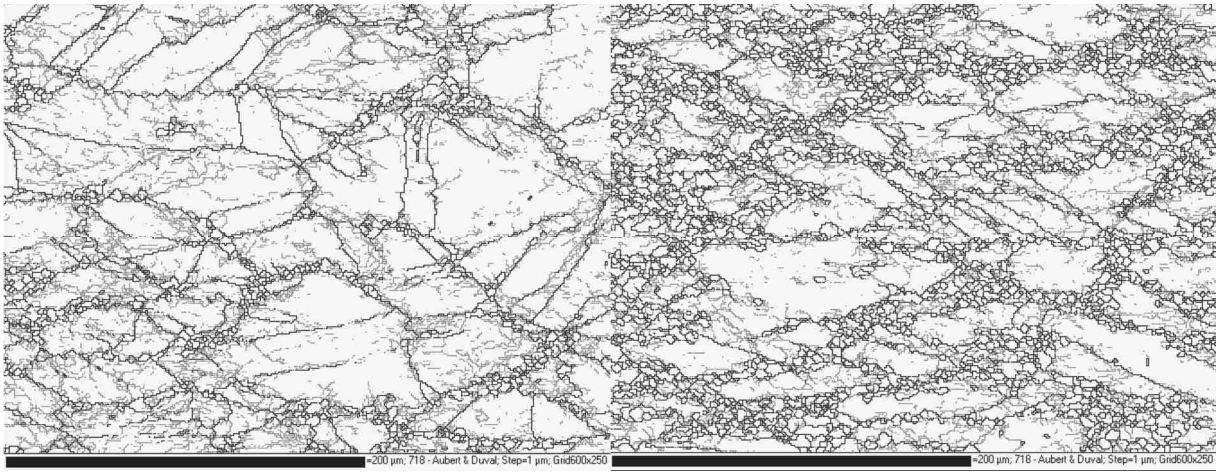


Figure I-12 : Représentation schématique des modifications structurales subies au cours de la déformation à chaud dans le cas de la recristallisation dynamique discontinue menant à un affinement des grains [31]

La microstructure obtenue au régime stationnaire est ainsi constituée d'un agrégat de grains à différents stades de leur existence. Cette hétérogénéité est illustrée en Figure I-13 par l'observation de la microstructure d'un super alliage à base nickel (INCO718), également austénitique, déformé en compression à 980°C et $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}s^{-1}$. La recristallisation dynamique discontinue en collier génère ainsi une microstructure très hétérogène, correspondant au stade III de la figure précédente.



$\varepsilon = 0{,}4$ $\varepsilon = 0{,}7$

Figure I-13 : Observation par EBSD de la recristallisation dynamique discontinue en collier dans un superalliage base nickel (INCO718) déformé en compression à 980°C et $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}s^{-1}$. L'axe de compression est vertical et les taux de déformation atteints sont indiqués sous les figures [31]

De plus, les textures obtenues dans le cas de la RDD sont beaucoup moins marquées que celles obtenues dans le cas de la recristallisation dynamique continue (RDC) observée dans le cas de matériaux à forte énergie de défaut d'empilement. La RDD permet ainsi une distribution aléatoire et uniforme de l'orientation cristallographique des grains. Des observations réalisées notamment dans le cas des alliages inoxydables austénitiques indiquent que cette faible texture résulte d'un maclage répété au cours de la déformation à chaud. Il s'agit ici de macles thermiques associées à la migration des joints de grains, susceptible de donner naissance à un nouveau grain en orientation de macle au cours de la croissance d'un premier grain.

Les structures issues de ces processus de RDD et de restauration dynamique ne sont généralement pas stables. Elles peuvent donc continuer à se transformer au cours du refroidissement final ou entre les passes au cours de procédés multipasses [32]. La microstructure finale peut en être fortement influencée, notamment dans le cas où le laminage présente des temps d'inter-passes relativement longs.

I.2. Vieillissement des aciers austénitiques

Les aciers austénitiques présentent une matrice métastable, qui donne lieu à différentes transformations de phases au cours d'expositions à des températures élevées. La précipitation de différents carbures ($M_{23}C_6$, M_6C), de nitrures, de carbonitrures et de composés intermétalliques (phases σ, χ, η) peut être observée, en fonction de la composition de l'alliage et de la température de vieillissement. Les séquences de formation et dissolution de ces phases peuvent être profondément affectées par de légères modifications de la composition de l'alliage [33] et par des traitements thermomécaniques tels que le travail à froid ou les hypertrempes [14]. Dans le cas de l'acier inoxydable 310S maintenu à 870°C, seule la formation de phase σ et de carbures $M_{23}C_6$ a été observée [34]. La cristallographie de ces phases ainsi que leurs modes de formation et de dissolution sont donc maintenant présentés.

I.2.1. Phase σ

I.2.1.1. Introduction et composition

La phase σ est l'un des composés intermétalliques les plus fréquemment rapportés dans les aciers austénitiques. Elle se forme dans le système fer-chrome entre 500 et 900°C [35-38]. La composition de la phase σ peut être approximativement décrite par $(Fe, Ni)_3(Cr, Mo)_2$ [39].

La phase σ présente une maille tétragonale complexe du groupe d'espace $P4_2/mnm$ avec plus de 30 atomes par maille. Dans le système binaire Fe-Cr, les paramètres de maille sont $a_\sigma = 0{,}880\ nm$ et $c_\sigma = 0{,}454\ nm$ [33]. La maille cristalline de cette phase est illustrée en Figure I-14 : les atomes de chrome sont représentés en vert et les atomes de fer en rouge.

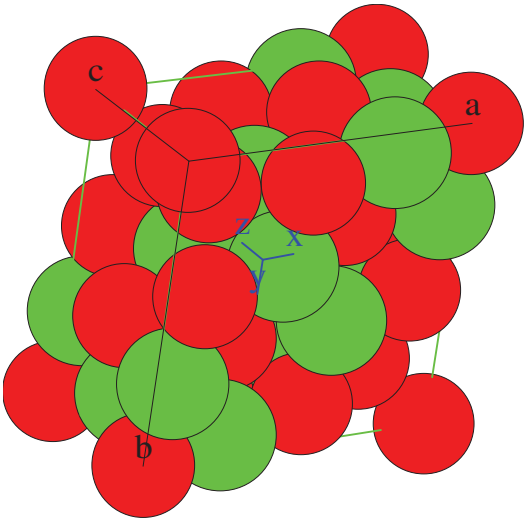


Figure I-14 : Représentation de la maille cristalline de la phase σ

Yakel [40] a mesuré expérimentalement la position des atomes à 650°C dans la phase σ à l'équilibre dans le système binaire (Cr, Fe). Ses résultats sont reportés dans le Tableau I-2. Les sites A, B, C, D, E sont illustrés en Figure I-15.

Site	Position de Wyckoff	Position des atomes dans la maille		
		x	y	z
A	2(a)	0	0	0
B	4(f)	0,39864(4)	0,39864(4)	0
C	8(i)	0,46349(4)	0,13122(4)	0
D	8(i)	0,73933(4)	0,06609(4)	0
E	8(j)	0,18267(3)	0,18267(3)	0,25202(9)

Tableau I-2 : Positions des atomes mesurés pour la phase σ(Cr,Fe). L'erreur estimée sur le dernier chiffre significatif est indiquée entre parenthèses [40]

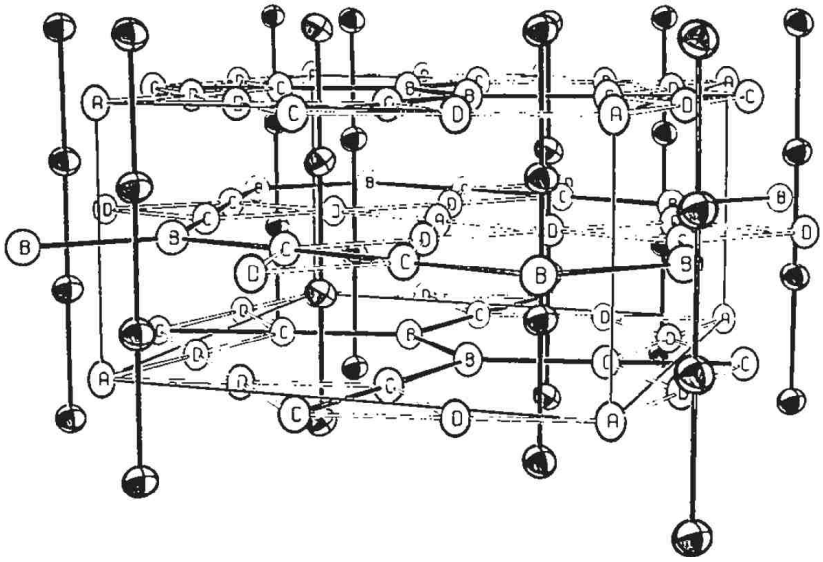


Figure I-15 : Illustration d'un vue de l'arrangement atomique dans la phase σ mesuré par Yakel [40]

Dans la même étude, Yakel a également mesuré le taux d'occupation en Fer de chaque site de cette maille tétragonale. Il compare ses résultats obtenus à 650°C aux résultats de Algie et al. [41] (diffraction sur poudres), et ceux obtenus sur un monocristal par Bergman et Shoemaker [42]. L'ensemble de ces résultats sont reportés dans le Tableau I-3. Les sites A et D apparaissent comme des sites préférentiels pour le fer.

Composition	Radiation	Site A |2(a)|	B |4(f)|	C |8(i)|	D |8(i)|	E |8(j)|
$Cr_{49,5}Fe_{50,5}$	Mo Kα [40]	1,75(8) *1,01*	1,0(1) *2,02*	3,0(2) *4,04*	6,7(2) *4,04*	2,7(2) *4,04*
$Cr_{46}Fe_{54}$	Neutron [41]	1,4 *1,08*	1,8 *2,16*	4,4 *4,32*	5,2 *4,32*	4,0 *4,32*
$Cr_{40}Fe_{60}$	Cu Kα [42]	2 *1,2*	0 *2,4*	8 *4,8*	8 *4,8*	0 *4,8*

Tableau I-3 : Nombre d'atomes de fer mesurés par site à 650°C. L'erreur estimée sur le dernier chiffre significatif est indiquée entre parenthèses pour l'étude de Yakel [40]. Les valeurs en italique correspondent au nombre d'atomes de fer calculé pour chaque site dans le cas d'une distribution aléatoire des atomes pour les compositions données

Certaines relations d'épitaxie entre la phase σ et la matrice ont également été mises en évidence au niveau des interfaces. Lewis [37] a observé la relation :

$$(111)_\gamma \;||\; (001)_\sigma$$

$$[0\bar{1}1]_\gamma \;||\; [140]_\sigma$$

Alors que Beckitt [43] a trouvé :

$$(111)_\gamma \;||\; (001)_\sigma$$

$$[\bar{1}10]_\gamma \;||\; [\bar{1}10]_\sigma$$

Les éléments tels que le chrome, le manganèse, le molybdène, le silicium et le titane favorisent la formation de phase σ alors que le nickel, le carbone, l'azote et l'aluminium inhibent sa formation [35]. Le domaine d'équilibre de la phase σ est décrit dans le diagramme binaire de la Figure I-16-A. Sa composition peut varier dans les aciers hautement alliés comme illustré sur le diagramme ternaire Fe-Cr-Ni en Figure I-16-B.

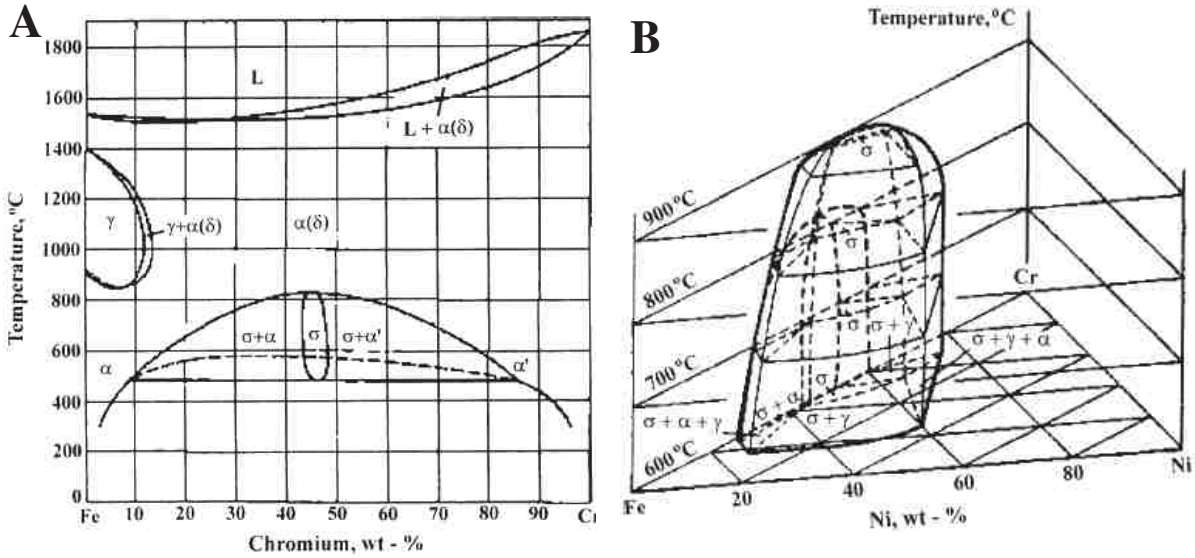


Figure I-16 : [A] Diagramme d'équilibre dans le système binaire Fe-Cr [44-47] et [B] Diagramme d'équilibre ternaire dans le système Fe-Cr-Ni, reporté par Padilha [39]

Elle fait partie des phases dites topologiquement compactes (phases TCP) [48] qui correspondent à des empilements de plans denses séparés par une distance interatomique relativement grande. Ses propriétés cristallographiques particulières confèrent à la phase σ une forte dureté de 940HV [49, 50] dans une matrice austénitique dont la dureté est inférieure à 200 HV. La précipitation de la phase σ diminue fortement l'allongement à rupture et la durée de vie en fatigue des aciers austénitiques [51]. Elle fait l'objet de nombreuses études d'avaries industrielles [52-54]. C'est pourquoi Bain et Griffiths [55] l'appelèrent en 1927 le constituant B pour « Brittle phase» avant qu'elle ne prennent le nom de phase σ.

Dans les aciers réfractaires, la phase sigma a peu d'effet lorsqu'elle précipite en intragranulaire mais elle réduit fortement la résistance au fluage lorsqu'elle précipite au niveau des joints de grains [56]. De plus, en consommant le chrome et le molybdène de la solution solide, la formation de phase σ affecte également la tenue en corrosion des aciers [57, 58]. Terada et al. ont montré une augmentation supérieure à un facteur 20 de la susceptibilité à la corrosion intergranulaire d'un alliage 316L pour de longs maintiens à 600°C. Au vu de leurs résultats, ils

suggèrent que la modification du comportement en corrosion de l'alliage est attribuée à la précipitation de la phase σ [58].

I.2.1.2. Précipitation de la phase σ dans les aciers

La phase σ a été mise en évidence dans de nombreux aciers, mais la cinétique de formation et les fractions obtenues à l'équilibre diffèrent fortement selon les compositions étudiées. Une méthode a été développée par Woodyatt et al. [59] afin d'évaluer la sensibilité à la formation de phase σ dans les aciers. Cette méthode est basée sur le calcul du nombre d'électrons de valence $\overline{N}_v$:

$$\overline{N}_v = 0{,}66 \cdot \%Ni + 1{,}71 \cdot \%Co + 2{,}66 \cdot \%Fe + 4{,}66 \cdot (\%Cr + \%Mo + \%W) + 5{,}66 \cdot \%V + 6{,}66 \cdot \%Zr + 10{,}66 \cdot \%Nb \quad \text{(at.\%)} \qquad \textit{équation I-8}$$

Le critère d'apparition de la phase σ correspond à $\overline{N}_v > 2{,}52$. Dans le cas de l'alliage d'étude, le nombre d'électrons de valence calculés par cette méthode est de 2,72.

La phase σ peut se former dans les aciers austénitiques à partir de la ferrite et/ou de l'austénite [7]. La transformation depuis la ferrite est reportée comme étant 100 fois plus rapide que celle depuis l'austénite [60]. Woodyatt et al. [59] ont étudié les deux transformations observées dans le cas des aciers austénitiques contenant de la ferrite résiduelle. Ces transformations sont illustrées en Figure I-17 en suivant la chronologie observée. Elles sont détaillées indépendamment l'une de l'autre dans les deux parties distinctes ci-dessous.

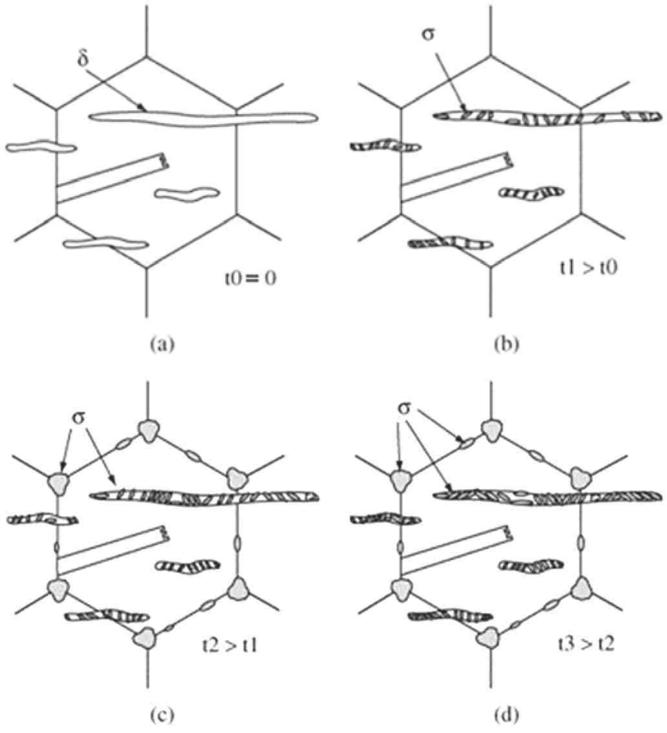


Figure I-17 : Représentation de la précipitation de la phase σ dans un acier austénitique 310 contenant de la ferrite δ résiduelle [7]

- Transformation δ → σ

Dans l'acier 310S, et pour des durées de vieillissement relativement courtes, la phase σ se forme dans un premier temps à partir de la ferrite résiduelle [39]. D'après les études de Vitek et David, la germination est le facteur limitant de cette transformation [61]. La croissance de la phase σ dans la ferrite est ensuite très rapide. Kington et Noble [62] ont mis en évidence le fait qu'une heure de maintien à 700°C d'un acier forgé 310S permet d'atteindre 90% de la transformation δ → σ. Certains auteurs suggèrent que la rapidité de cette cinétique de transformation est liée à la composition chimique très proche des deux phases [4, 28]. En effet, les compositions de la ferrite δ et de la phase σ reportées dans la littérature pour des aciers austénitiques sont très proches. C'est le cas par exemple d'un acier 316 étudié par Gill et Gnanamoorthy [63] où les compositions des phases sont relevées et reportées dans le Tableau I-4.

	Cr	Ni	Fe	Mo	Mn	Si	C	S	P
Matrice austénitique 316	18,00	10,95	Bal.	2,00	1,10	0,50	0,078	0,007	0,009
Ferrite δ	28,12	5,26	59,21	6,15	0,73	0,53	-	-	-
$M_{23}C_6$	61,60	6,10	18,90	13,40	-	-	-	-	-
Phase σ	30,20	4,80	56,20	8,80	-	-	-	-	-

Tableau I-4 : Composition des phases δ et σ mesurées dans un acier 316 d'après Gill et Gnanamoorthy [63]

De plus, lorsque la phase σ est formée à partir de la ferrite δ elle en conserve la morphologie, comme illustré par Brózda et al. [52] en Figure I-18-A. La phase σ est donc observée sous la forme de longues bandes orientées selon la direction du laminage. De plus, des lattes de phase σ peuvent également apparaître dans les rubans, de par la formation d'austénite résiduelle au cours de cette transformation. Cette morphologie spécifique est illustrée par exemple par Villanueva et al. [7] en Figure I-18-B.

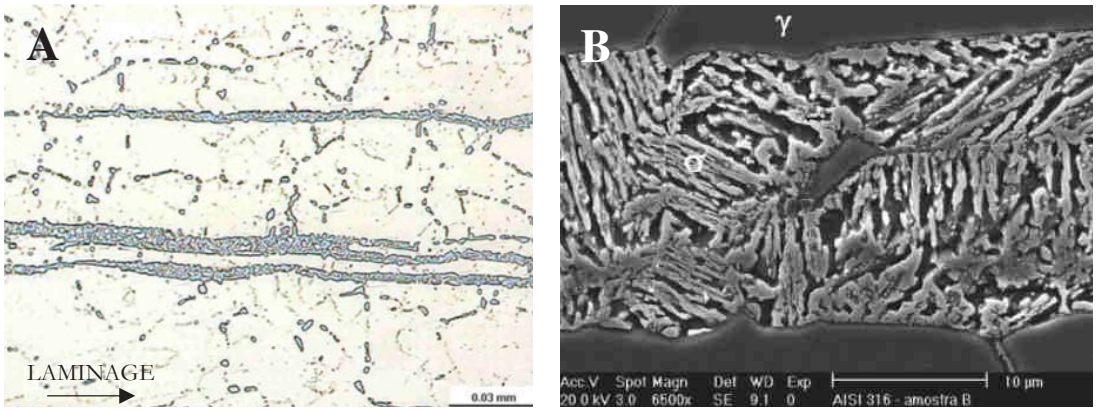


Figure I-18 : [A] Longues bandes de phase σ précipitées à partir de ferrite δ dans un acier austénitique X15CrNiSi20-12. Attaque électrolytique NaOH + H_2O [52] et [B] observation MEB de la morphologie de la phase σ, attaque V2A Beize [7].

Les mécanismes de cette transformation ont été étudiés par Tseng [64] dans un acier 304L. La ferrite résiduelle se transforme en phase σ et en austénite : δ → σ + γ. Cette transformation est schématisée en Figure I-19 [64]. Au cours de la transformation, l'interface entre la ferrite δ et la phase σ se déplace de la gauche vers la droite. Les diffusions de chrome et de nickel associées sont représentées sur le schéma.

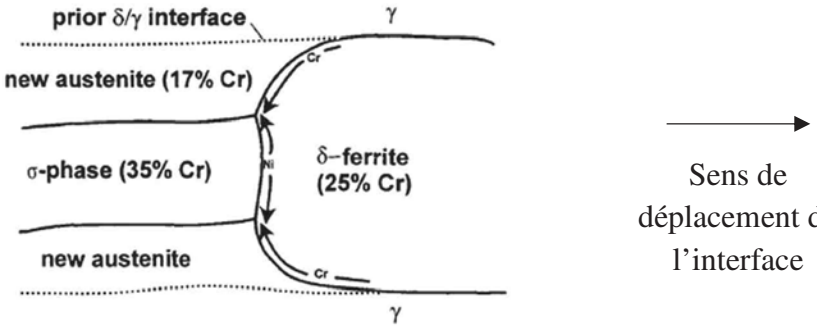


Figure I-19 : Schématisation du mécanisme de transformation pour δ → σ + γ. L'interface σ/δ se déplace de la gauche vers la droite au cours de la transformation [64]

La transformation de la ferrite δ en phase σ peut également être associée à la formation de carbures $M_{23}C_6$ depuis la ferrite δ. Ce phénomène est observable par microscopie en transmission comme illustré en Figure I-20 sur un acier austénitique 304L traité à 720°C pendant 57h [64]. Dans ce cas, les carbures sont localisés au niveau de l'ancienne interface δ/γ, i.e. avant la récession de la ferrite.

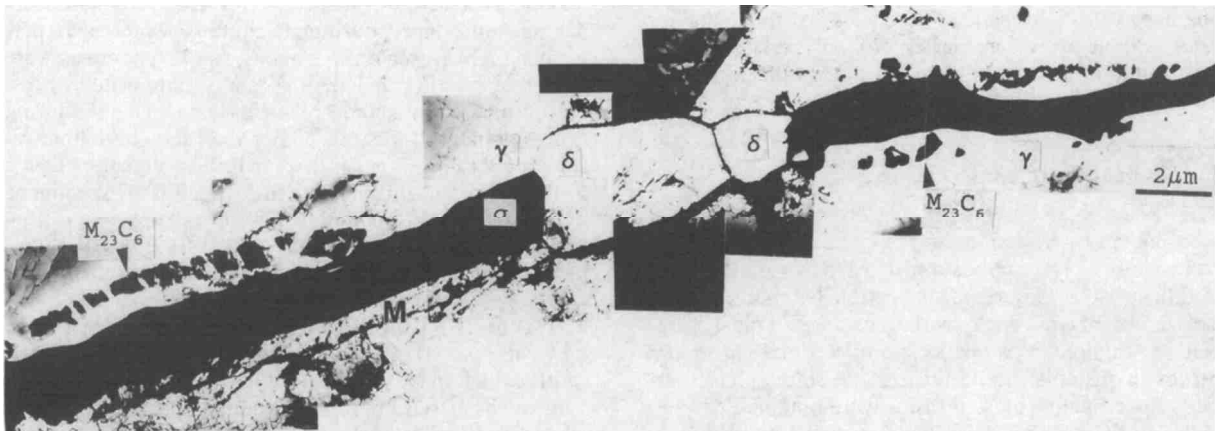


Figure I-20 : Phase σ transformée depuis la ferrite δ après un vieillissement de 57h à 720°C. Certaines régions de ferrite δ ont également été transformées en carbures $M_{23}C_6$ associés à de l'austénite. Les carbures sont localisés au niveau de l'interface δ/γ initiale [64]

- Transformation γ → σ

Pour des durées de vieillissement plus importantes, la phase σ se forme également dans l'austénite. Barcik [60] a réalisé une importante compilation des données publiées sur la précipitation de la phase σ dans les aciers austénitiques. Cette précipitation est observée, par ordre de récurrence, au niveau des joints triples, au niveau des joints de grains [7], sur les joints

de macles et plus tardivement au niveau des inclusions intragranulaires [65]. Dans certains aciers austénitiques, la formation de phase σ est associée à la formation d'une nouvelle phase austénitique appauvrie en chrome. D'après Kington et Noble [28], l'acier 310 présente des taux de chrome suffisamment élevés pour que la transformation soit directe.

865°C a été identifié comme étant la température la plus critique pour la formation de la phase σ dans un acier duplex 2205 [66]. Cette température correspond certainement au nez de la courbe Temps-Température-Transformation dans cet alliage. Dans un acier 347, une température plus faible de 750°C a été identifiée comme température critique [57].

Cependant, la transformation directe depuis l'austénite nécessite des durées de vieillissement bien plus importantes que la transformation depuis la ferrite. Par exemple, Barcik a mesuré 0,2%-vol de phase σ après plus de 1000h à 800°C dans un acier austénitique 310S [67]. Trois raisons principales sont avancées pour expliquer cela [39] :

- le carbone et l'azote sont insolubles dans la phase σ, celle-ci se forme donc une fois les carbures/nitrures précipités et la matrice appauvrie en ces éléments ;
- La germination de la phase σ est rendue difficile par la complexité de sa structure cristallographique ;
- La phase σ contient un grand nombre d'atomes en substitution sur son réseau cristallin, ce qui demande des temps de diffusion relativement longs.

La formation de phase σ directement depuis l'austénite est décrite comme étant contrôlée par la germination [61]. La croissance des précipités est ensuite contrôlée par la diffusion de chrome et d'autres éléments à l'interface [61, 68]. Des profils de composition en éléments d'alliage ont été mesurés sur une centaine de nanomètres par Kington et Noble [28] dans un acier austénitique 310S à l'interface entre un précipité σ et la matrice γ. Ces profils, reportés en Figure I-21, corroborent l'hypothèse d'une croissance contrôlée par la diffusion.

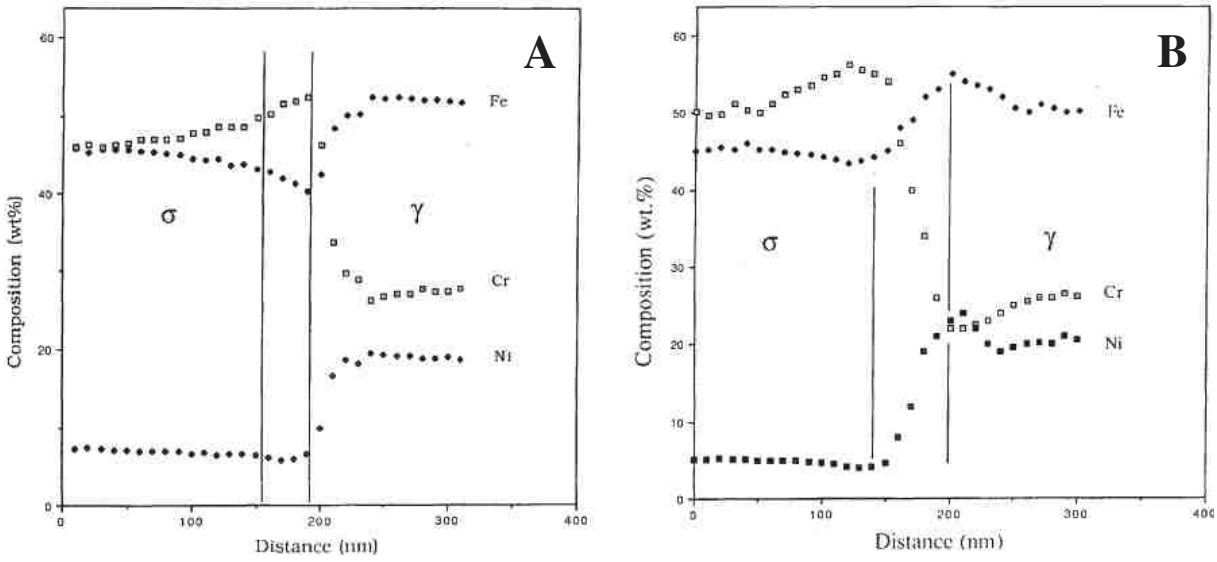


Figure I-21 : Analyses chimiques réalisées en MET à l'interface σ/γ, [A] après 20 min à 700°C et [B] après 2h à 700°C

Les mécanismes de la germination sont sujets à controverse, notamment en ce qui concerne le rôle des carbures $M_{23}C_6$ et de la ferrite δ. Certaines études associent la formation de la phase σ à la dissolution des carbures $M_{23}C_6$, ou dissocient ces deux phénomènes [69]. Une étude expérimentale a mis en évidence une augmentation de la tendance à former de la phase σ lorsque le taux de laminage à chaud augmente [70]. La germination peut également être favorisée dans le cas de déformations à froid et plus particulièrement lorsque le phénomène de recristallisation est observé [14, 43]. La formation de carbures favorise également l'apparition de la phase σ, en consommant le carbone en solution solide dans la matrice, ce qui tend à déstabiliser l'austénite vis-à-vis de la phase σ [67].

Plus précisément, la phase σ nécessite pour se former un taux de chrome suffisant, et une diminution du taux de carbone [67, 68]. Le taux de carbone maximal pour former la phase σ dans un acier 25Cr-20Ni a été évalué par Barcik [60] : des calculs réalisés d'après la stœchiométrie des carbures donnent un taux de carbone maximal de 0,06% pour autoriser la précipitation de la phase σ depuis l'austénite. Pour des taux de carbone dans la matrice supérieurs à cette valeur, la phase σ est cependant observée au niveau des interfaces $M_{23}C_6/\gamma$ et δ/γ [43, 61, 71].

La cinétique de cette transformation a fait l'objet de nombreuses études. Dans le cas de l'acier 310, Swindeman [53] reporte le diagramme TTT de la phase σ construit par Barcik [67]. Ce diagramme est représenté en Figure I-22. Il permet de prévoir des fractions de phase σ de 0,2% et 5% formées respectivement après 9h et 200h de maintien à la température de cette étude de 870°C.

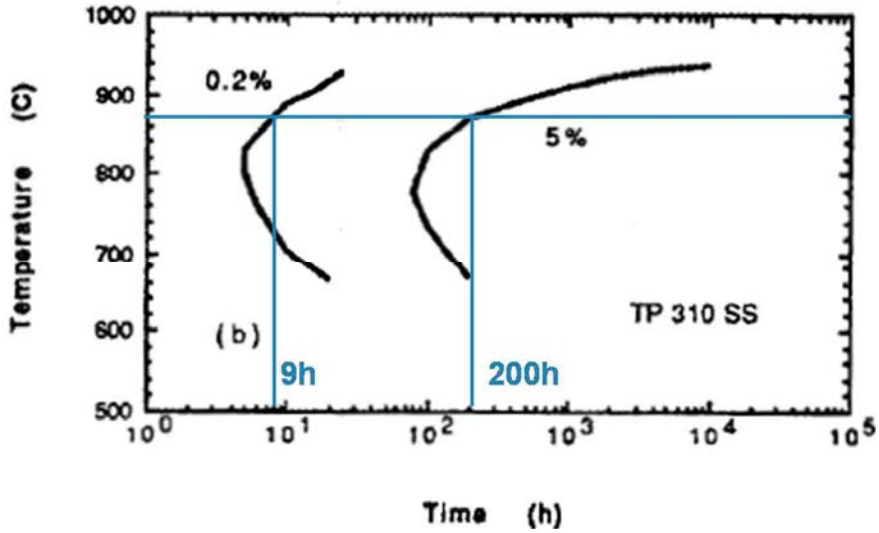


Figure I-22 : Diagramme TTT de la phase σ dans un acier 310 déterminé par Barcik [67] et relevés des temps de maintien à 870°C nécessaires à cette transformation

Les fractions volumiques de phase σ formées dans deux aciers inoxydables austénitiques 321 et 347 ont été mesurées par Schwind et al. [68] pour des traitements réalisés à 600°C et 700°C.

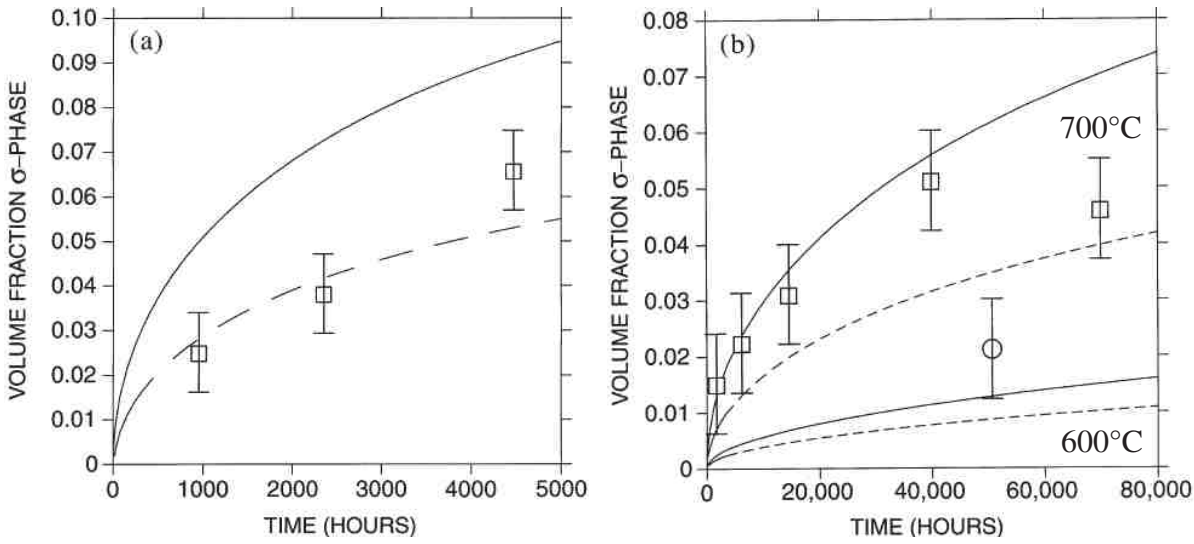


Figure I-23 : (a) Prédictions et mesures expérimentales (carrés) des fractions volumiques de phase σ formées à 700°C dans l'acier 321. (b) Prédictions et mesures expérimentales des fractions volumiques de phase σ formées à 600°C (rond) et à 700°C (carrés) dans l'acier 347. Sur ces deux graphiques, les prédictions correspondent à deux modèles distincts : en pointillés, la description de Lindholm et en trait plein le modèle modifié par Schwind et al. [68]

Les aciers austénitiques 321 et 347 présentent donc des cinétiques de formation de la phase σ plus lentes comparées à celle mesurée sur l'acier 310S. Or, dans ces deux études, les aciers présentent des tailles de grains similaires (de 10 à 20 µm). La teneur en chrome des aciers austénitiques est donc un paramètre important de la cinétique de transformation $\gamma \rightarrow \sigma$.

- Dissolution de la phase σ

La phase σ peut être remise en solution par des traitements thermiques appropriés. Al-Kawaie et Kermad [72] ont étudié l'effet d'un traitement constitué d'un maintien de 4h à 1066°C suivi d'une trempe à l'eau sur un acier 304H. Une étude métallographique et des essais mécaniques ont été réalisés avant et après ce traitement. Les résultats ont permis de mettre en évidence une dissolution de la phase σ illustrée sur les micrographies de la Figure I-24. Les résultats obtenus au cours d'essais de résilience Charpy réalisés à température ambiante indiquent que la dissolution de la phase σ permet de recouvrer la ductilité initiale. Des mesures de microdureté mettent en évidence une diminution de la dureté associée au traitement thermique : de 245 $HV_{0,2}$ avant hypertrempe, et 206 $HV_{0,2}$ après.

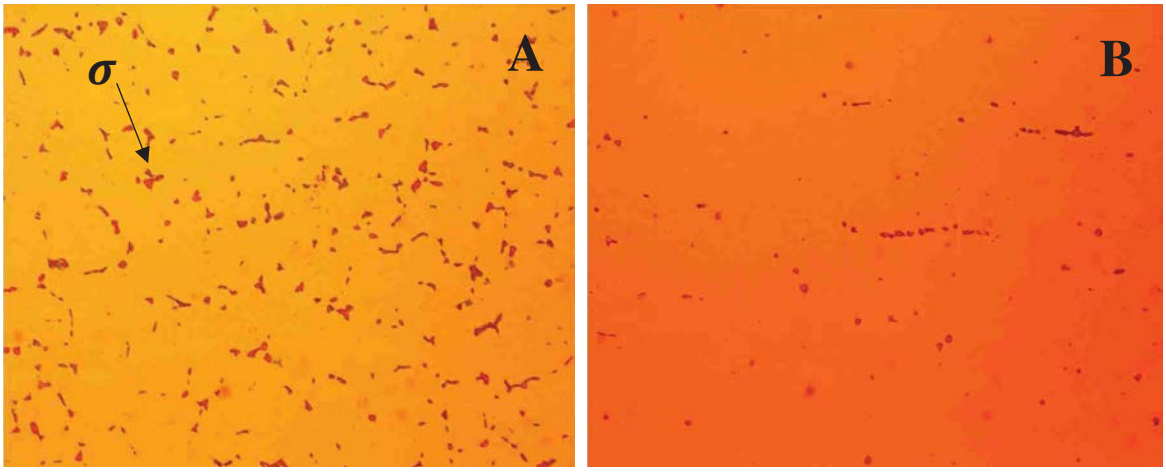


Figure I-24 : Micrographie optique montrant la phase σ à cœur dans un échantillon en acier 304H vieilli en service comme structure d'une unité de craquage catalytique : [A] à l'état de réception (7% de phase σ) et [B] après hypertrempe

Ces résultats indiquent la possibilité de restaurer les propriétés microstructurales et mécaniques des aciers austénitiques par un traitement d'hypertrempe. Ces traitements sont généralement réalisés entre 1050 et 1100°C et suivis d'une trempe à l'eau.

La dissolution de la phase σ a également été observée in situ par diffraction des rayons X dans un acier duplex 2205 [73]. Des calculs thermodynamiques indiquent une stabilité de la phase σ jusqu'à 860°C dans cet alliage, or ces auteurs n'observent une dissolution complète qu'à partir de 985°C. L'étude a également mis en évidence une cinétique de formation de la phase σ plus lente après une dissolution à 1000°C que celle mesurée avant. Ce phénomène est dû à l'homogénéisation qui a lieu pendant le maintien à haute température, ainsi qu'à une diminution du nombre de sites de germination préférentiels pour la phase σ.

Par ailleurs, des interactions sont notées entre oxydation (formation de Cr_2O_3) et précipitation de la phase σ. Les deux phases consomment d'importantes quantités de chrome, et il y a alors compétition. En effet, la formation de la couche de chromine à la surface du matériau peut générer un profil de concentration en éléments d'alliage. Notamment, la consommation importante en chrome nécessaire à la formation de l'oxyde diminue la teneur en chrome dans la matrice donc défavorise la formation de la phase σ. Ce profil de concentration, qui apparaît en proche surface, peut entraîner l'apparition d'une zone appauvrie en chrome ou PFZ : Precipitate Free Zone. Cette PFZ a été observée par Strutt et Vecchio [57] dans un acier austénitique 347. Une observation métallographique en coupe de la surface de cet acier austénitique vieilli sous air pendant 8000h à 760°C permet d'observer la présence de phase σ à cœur (Figure I-25-A). Cette PFZ sous la couche d'oxyde a été mesurée pour des températures et des durées de vieillissement variables (Figure I-25-B)

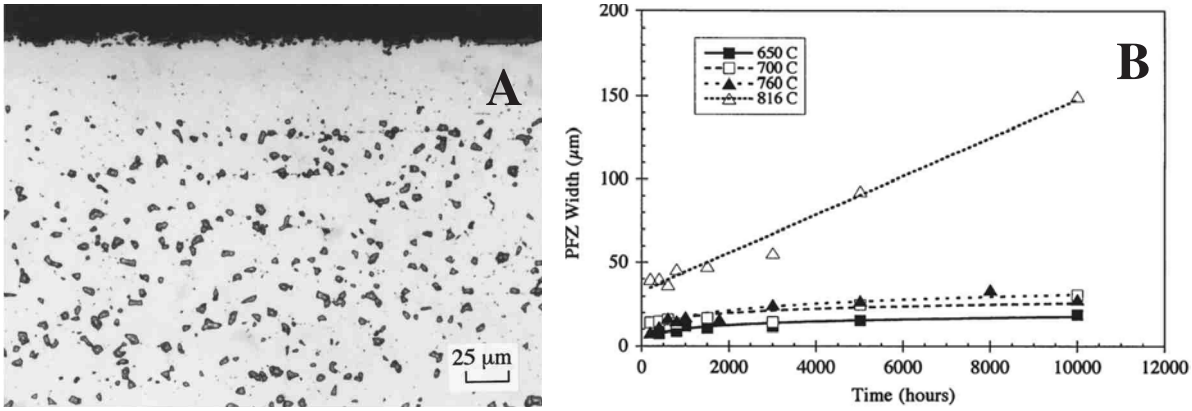


Figure I-25 : [A] Observation au microscope optique de la phase σ en noir et d'une PFZ à la surface d'un acier austénitique 347 vieilli 8000h à 760°C et [B] mesure de la profondeur de la PFZ observée pour différentes durées et températures de vieillissement d'après Strutt et Vecchio [57]

Cette PFZ augmente avec la température et la durée de vieillissement. Elle est présente dès les premiers vieillissements de 200 h réalisés à 826°C et atteint 150 µm après 10000 h dans le cas de l'acier 347.

I.2.2. Carbures

De nombreux carbures sont identifiés dans les aciers : $M_{23}C_6$, M_7C_3, M_6C, MC [39]. Leurs domaines d'équilibre et leurs compositions varient selon les éléments d'alliage rencontrés. Les carbures $M_{23}C_6$ sont présents dans la plupart des aciers austénitiques de la série 300 [69]. Les autres carbures nécessitent des taux de chrome nettement supérieurs ou sont plus spécifiques à certains alliages.

La présence de nombreux carbures a été mise en évidence pour des traitements d'une demi-heure à 750°C dans un acier 15Cr-25Ni [74]. La précipitation au niveau des joints de grains présente donc une cinétique relativement rapide. White et Le May ont également observé la présence de carbures $M_{23}C_6$ dans un acier 310 vieilli 15 h entre 650°C et 950°C [30] ainsi que dans un acier 316 vieilli 15h entre 600 et 850°C [75].

Il s'agit d'un carbure de chrome et de fer qui se forme sur une large gamme de température. Ces carbures sont susceptibles de changer fortement de composition selon les alliages et au cours de leur croissance. Certains éléments comme le nickel, le molybdène et le fer peuvent se substituer au chrome dans ces carbures. La notation $M_{23}C_6$ est ainsi utilisée, M correspondant aux atomes métalliques associés au carbone pour former cette structure. L'augmentation du taux de chrome dans l'austénite diminue la solubilité du carbone dans la matrice et augmente la cinétique de précipitation des carbures $M_{23}C_6$.

Les carbures $M_{23}C_6$ présentent une structure cubique face centrée et appartiennent au groupe d'espace $Fm\bar{3}m$. Les paramètres de mailles reportés varient entre 1,057 et 1,068 nm ce qui correspond au triple du paramètre de maille de l'austénite [33, 74, 76]. La structure cristallographique de ces carbures a été décrite par H. L. Yakel [77]. La maille élémentaire contient 24 atomes de carbone et 92 atomes métalliques répartis sur 4 sites cristallographiques. La position des atomes est donnée dans le Tableau I-5. La maille élémentaire des carbures

$Cr_{23}C_6$ est présentée en Figure I-26 : les atomes de chrome sont représentés en rouge et les atomes de carbone sont représentés en noir.

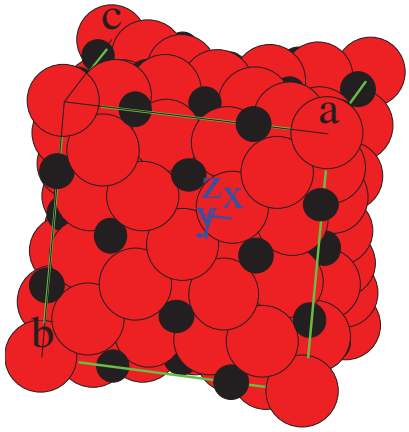


Figure I-26 : Représentation de la maille cristalline des carbures $Cr_{23}C_6$

Atome	Position de Wyckoff	Position des atomes dans la maille		
		x	**y**	z
Cr	4(a)	0	0	0
Cr	8(c)	0,25	0,25	0,25
Cr	32(f)	0,38199	0,38199	0,38199
Cr	48(h)	0	0,16991	0,16991
C	24(e)	0,2751	0	0

Tableau I-5 Position des atomes dans la structure $Cr_{23}C_6$ [77]. Pour respecter la stœchiométrie, le taux d'occupation de chaque site est égal à 1.

Des relations d'épitaxie directes sont observées entre l'austénite et les carbures $M_{23}C_6$ dans différents aciers inoxydables [74, 78] :

$$(100)_\gamma \;||\; (100)_{M_{23}C_6}$$

$$[100]_\gamma \;||\; [100]_{M_{23}C_6}$$

Beckitt et Clarck [76] ont montré que les plans (111) et (110) présentent les meilleures correspondances atomiques avec l'austénite. Les carbures montrent ainsi préférentiellement des interfaces planes correspondantes à ces orientations cristallographiques.

La précipitation des carbures $M_{23}C_6$ a fait l'objet de nombreuses recherches. Leur formation génère une diminution importante de la résistance à la corrosion. Ces carbures localisés au niveau des joints de grains sont souvent associés à de la corrosion intergranulaire. De plus, hormis une fine précipitation intragranulaire, les différentes formes de précipitation de ces carbures nuisent à la tenue en fluage des alliages austénitiques.

I.2.2.1. Formation des carbures $M_{23}C_6$ dans les aciers

Les carbures $M_{23}C_6$ peuvent se former dans les aciers pour des températures inférieures à 1050°C [64, 74]. La densité de carbures formés augmente lorsque la durée de vieillissement

augmente [74]. Leur formation est favorisée par des ajouts de chrome et de carbone. Par exemple, Sourmail [33] rapporte une modification importante du diagramme TTT pour une augmentation de 0,02 à 0,08% de carbone : le nez de la courbe passe de 100h à 0,1h.

Leur germination étant énergétiquement favorable, ces carbures apparaissent dès les premiers stades de la précipitation. Plusieurs sites de germination sont observés, par ordre de fréquence d'apparition on note : les joints de grains, les joints de macles incohérents et cohérents, et les défauts intragranulaires [75]. Ils sont principalement observés au niveau des joints de grains après des traitements de courte durée (Figure I-27-A). Lorsqu'ils sont localisés au niveau des joints de macles, les carbures forment de longues bandes parallèles (Figure I-27-B). Les carbures intragranulaires présentent des formes de cuboïdes et de bandes [33]. Lorsque la désorientation entre deux grains adjacents augmente, la morphologie des carbures localisés sur le joint de grain passe d'une morphologie en bande à une morphologie en triangle [78].

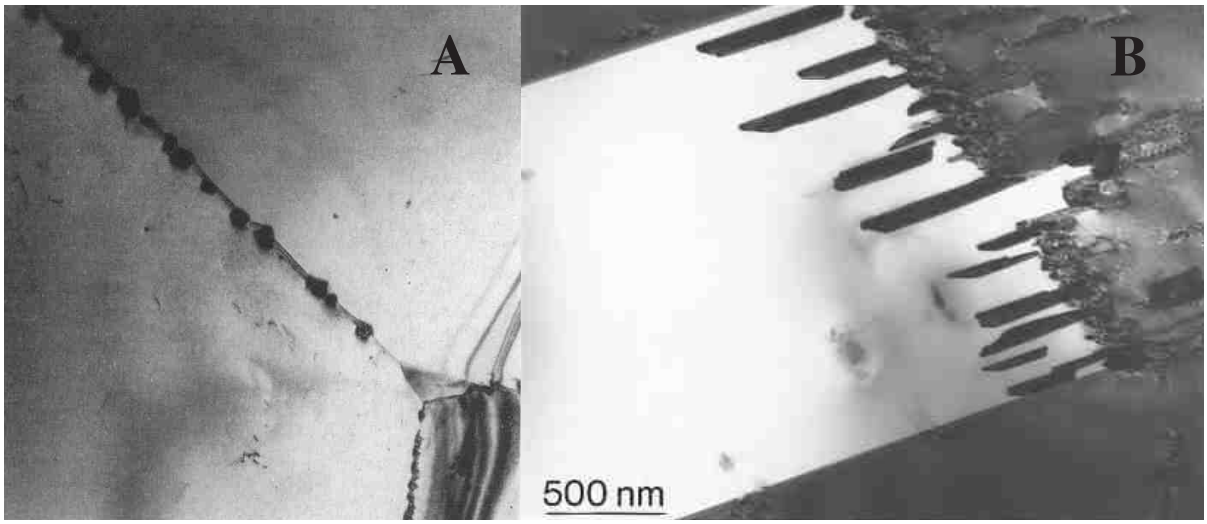


Figure I-27 : [A] précipitation de carbures $M_{23}C_6$ au niveau des joints de grains dans un acier 15Cr-25Ni après un traitement de 30 min à 750°C (x27000) [74] et [B] carbures précipités au niveau d'un joint de macle incohérent dans un acier 316 [33]

I.2.2.2. Dissolution des carbures en lien avec la formation de phase σ

Une étude métallographique réalisée sur des éprouvettes en acier inoxydable 304 hypertrempé ayant subi des essais de fluage longues durées à 595°C a mis en évidence une dissolution des carbures en lien avec la précipitation de la phase σ [79]. En effet, après un premier stade du vieillissement menant à la formation de carbures $M_{23}C_6$, un deuxième stade associant une formation de la phase σ et une dissolution de ces carbures a été observé. Des travaux de Kimura et al. [80] reportés par Li et al. [81] sur un acier austénitique 304 ont également mis en évidence une dissolution des carbures autour des précipités de phase σ pour des durées de vieillissement suffisamment importantes.

II. Propriétés mécaniques des aciers inoxydables austénitiques

Dans le cas d'outillages tels que ceux à l'origine de la problématique de cette étude, la minimisation du coût de la matière reste une question prédominante. La température de service associée à l'environnement imposé par le procédé de traitement thermique fait du 310S un candidat intéressant malgré sa résistance mécanique moyenne. Dans cette partie, une revue des propriétés mécaniques des aciers inoxydables austénitiques, et plus précisément de l'acier 310S sera réalisée. Les pièces support de cette étude sont soumises à des niveaux de contraintes relativement faibles. Les contraintes maximales ne dépassant pas 10% de la limite élastique à 900°C, une attention particulière sera portée aux mécanismes de déformation viscoplastique. Par ailleurs, une partie de cette revue bibliographique s'attachera à décrire l'effet des différents paramètres susceptibles d'influencer le comportement mécanique de l'alliage. Ainsi, les effets du vieillissement métallurgique, du cyclage thermique, et de l'environnement sur la résistance mécanique des aciers austénitiques seront décrits dans une troisième partie.

II.1. Contrainte à rupture des aciers austénitiques

La résistance des aciers inoxydables est comparée à celle de nombreux matériaux dans les diagrammes d'Ashby, en fonction de la température maximale de service (Figure I-28) et du coût des matériaux (Figure I-29). Ceux-ci présentent une ductilité importante et leur résistance mécanique est nettement moins intéressante que celle des aciers martensitiques ou des superalliages. Néanmoins, leur coût, leur caractère inoxydable et la température maximale en service font de ceux-ci un matériau de choix pour l'application étudiée.

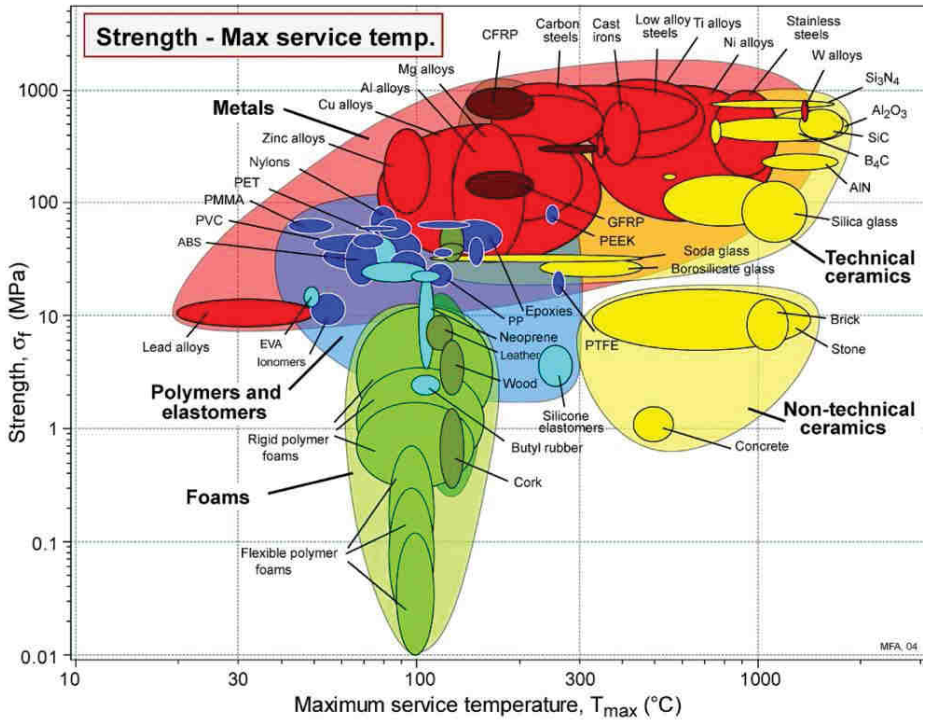


Figure I-28 : Diagramme d'Ashby représentant la résistance mécanique de nombreuses familles de matériaux en fonction de leur température maximale de service. Données d'après CES

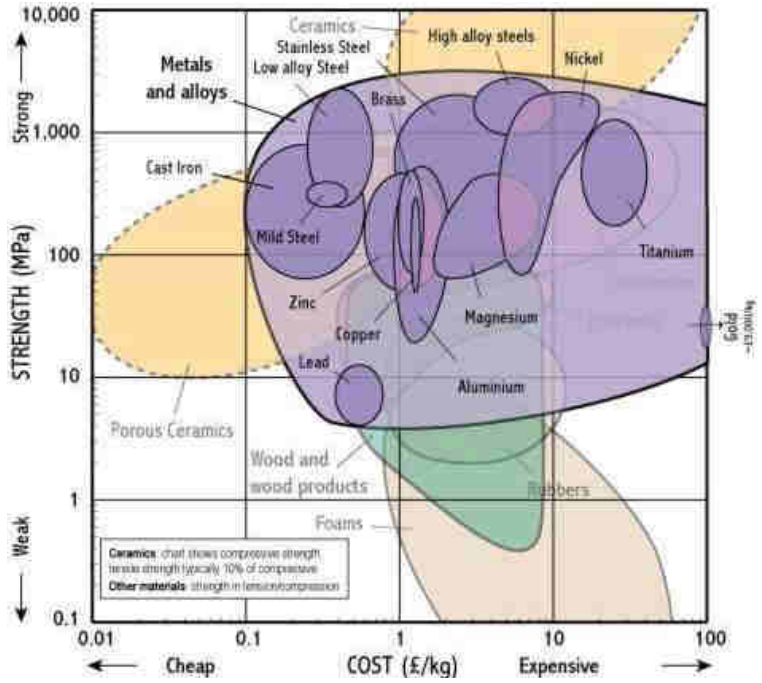


Figure I-29 : Diagramme présentant la résistance mécanique de différentes classes de matériaux en fonction de leurs coûts. La catégorie correspondant aux métaux et alliages est détaillée. Données d'après CES

La résistance mécanique de différents aciers austénitiques en fonction de la température est donnée en Figure I-30. A température ambiante, ces alliages ne sont pas les plus compétitifs, en revanche, ils sont d'un grand intérêt à haute température.

L'acier 310 présente une bonne résistance mécanique en comparaison aux autres aciers inoxydables, y compris à haute température même si, à 870°C, sa résistance mécanique est inférieure à 200 MPa.

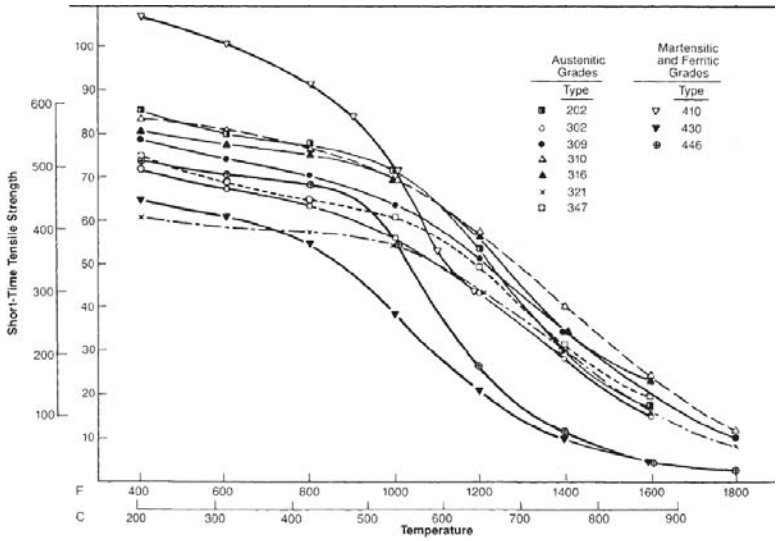


Figure I-30 : Evolution de la résistance mécanique de différents aciers inoxydables en fonction de la température d'essai [82]

Néanmoins, dans l'application visée les contraintes ne dépassent pas 10% de la limite élastique du matériau à cette température. La résistance au fluage du matériau est donc le critère le plus pertinent. Les vitesses de fluage de ces différents alliages ont également été étudiées en fonction de la température [82]. Les contraintes associées à des vitesses de fluage de 1% en 10000 h et 100000 h en fonction de la température sont reportées en Figure I-31. Les aciers 310 et 347 offrent la meilleure résistance au fluage, jusqu'à 800°C, en comparaison aux autres alliages de la même série.

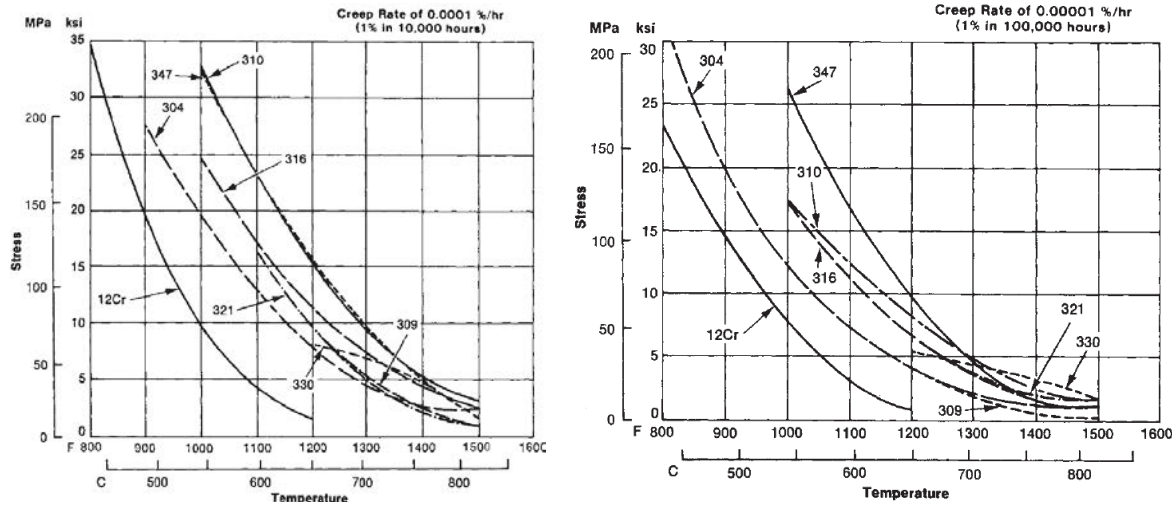


Figure I-31 : Vitesse de fluage de différents aciers inoxydables austénitiques [82]

L'effet de la taille de grain sur la résistance au fluage a également été mise en évidence. Le comportement en fluage d'un acier 310 est illustré en Figure I-32 pour une microstructure variable. Ces résultats indiquent que la taille de grain est un paramètre important des propriétés en fluage. Une diminution de la taille de grain permet d'augmenter la ductilité du matériau. En revanche l'augmentation de la taille de grain offre une meilleure résistance au fluage.

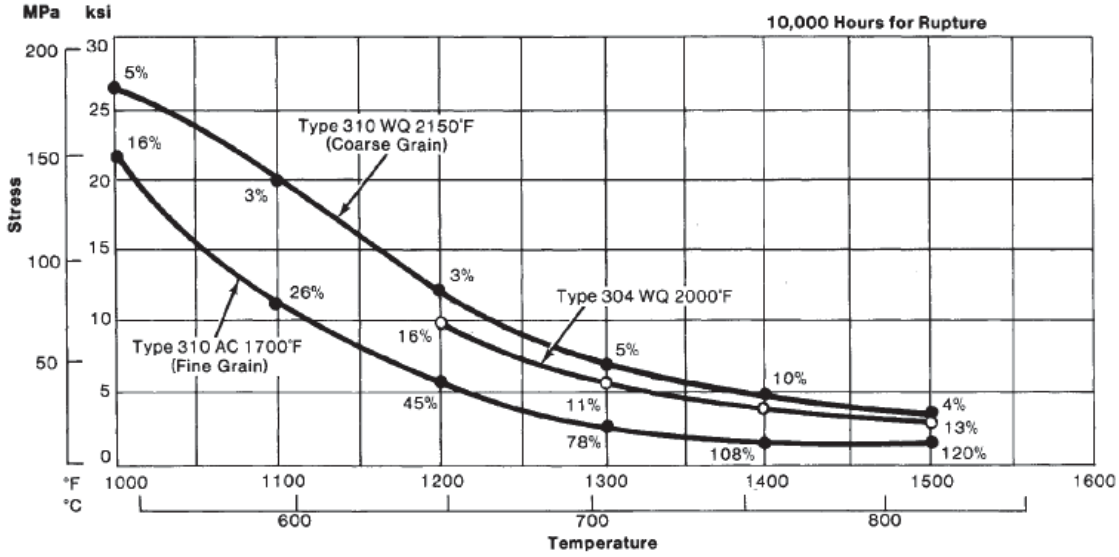


Figure I-32 : Effet de la taille de grain sur la ductilité et la résistance au fluage d'un acier inoxydable 310 en fonction de la température. Les numéros indiqués sur le graphique indiquent les allongements à rupture moyens mesurés. [82]

Les propriétés mécaniques en traction et en fluage d'un acier inoxydable austénitique 310 pour différentes températures sont résumées en Figure I-33.

REPRESENTATIVE MECHANICAL PROPERTIES
(Annealed sheet unless noted otherwise)

Test Temperature		Yield Strength 0.2% Offset		Tensile Strength		Elongation in 2" (50.80mm)	Reduction of Area	Hardness Rockwell
°F	°C	ksi	MPa	ksi	MPa	%	%	B
80	27	45	310	95	655	45		85
300	149	34.9	241	82.1	566	38	69	
500	260	32.5	224	77.6	535	35	63	
700	371	29.6	204	75.5	521	35	57	
900	482	26.3	181	69.5	479	35	53	
1100	593	22.7	157	61.5	424	38	47	
1300	704	19	131	45.5	314	31	42	
1500	816	15	103	29.5	203	30	38	
1700	927			17	117	49	48	
1900	1038			11	76	56	46	
2000	1093			7	48	57	48	

REPRESENTATIVE CREEP AND RUPTURE PROPERTIES

Test Temperature		Stress for a Creep Rate of 0.0001% per Hour (1% in 10,000 Hours)		Stress for a Creep Rate of 0.00001% per Hour (1% in 100,000 Hours)		Stress for Rupture in 1,000 Hours		Stress for Rupture in 10,000 Hours	
°F	°C	ksi	MPa	ksi	MPa	ksi	MPa	ksi	MPa
900	482	22.8	157	15	103				
1000	538	17.6	121	11.8	81	37.6	259	32.4	223
1100	593	12.8	88	8.8	61	23.6	163	20	138
1200	649	8.4	58	6	41	13.4	92	11	76
1300	704	5	34	3.7	25	8.7	60	6.9	48
1400	760	2.4	17	2	14	6	41	4.5	31
1500	816	1	7	0.8	6	4.5	31	3.3	23

Figure I-33 : Propriétés mécaniques en traction et en fluage d'un acier inoxydable austénitique 310 pour différentes températures [82]

II.2. Comportement viscoplastique

II.2.1. Les trois stades du fluage

Le fluage est obtenu lors du maintien d'une charge constante dans le temps. Le suivi de la déformation permet d'obtenir trois stades de déformation successifs, illustrés en Figure I-34. L'application d'un chargement σ_0 inférieur à la limite élastique génère instantanément une déformation élastique ε_0. Le maintien ultérieur de cette charge entraîne une déformation continue du matériau. Dans un premier temps, la vitesse de déformation diminue au cours du temps. Il s'agit du stade I, ou *fluage primaire*. Au cours de cette étape, le paysage des dislocations se met en place. L'histoire du chargement du matériau s'efface avec cette mise en place. La diminution dans le temps de la vitesse de déformation est liée à l'écrouissage progressif du matériau. Dans un second temps, la quantité de dislocations mobiles devient constante, la vitesse de déformation est alors constante et on parle de stade II ou *fluage secondaire*. La vitesse de déformation est alors minimale et un équilibre dynamique s'établit entre la restauration et l'écrouissage. Le stade III du fluage, ou *fluage tertiaire*, est associé à l'apparition d'un endommagement. La formation de cavités et la diminution de la section engendrée mène à une accélération de la déformation.

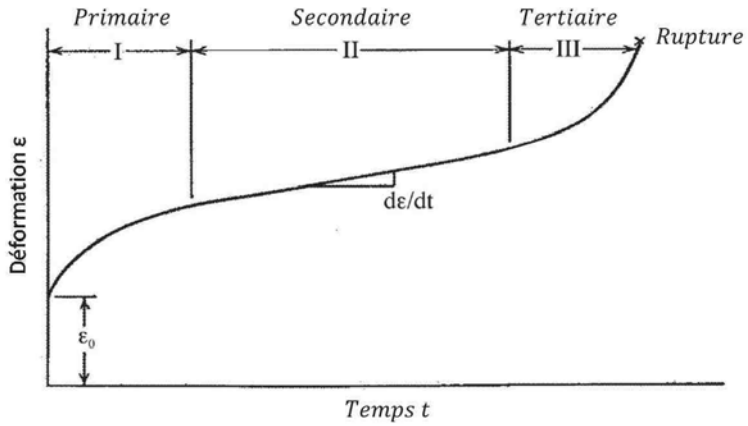


Figure I-34 : Représentation schématique d'une courbe de fluage

Dans le cadre des problématiques de dimensionnement de structures soumises à de faibles charges sur des temps longs, la vitesse de déformation minimale mesurée pendant le stade II du fluage est seule prise en considération si le fluage primaire est négligeable devant le fluage secondaire pendant la vie du composant.

II.2.2. Les diagrammes d'Ashby

Les diagrammes d'Ashby rassemblent des informations théoriques et expérimentales concernant le comportement viscoplastique des matériaux. L'ouvrage de Frost et Ashby [83] répertorie les diagrammes réalisés pour de nombreux matériaux polycristallins. Ils représentent des courbes d'iso-vitesses de déformation en fonction de la contrainte et de la température adimensionnée avec par la température de fusion (T/T_f). Les mécanismes de déformation impliqués dans les différents domaines de fluage traversés y sont également indiqués.

Ces cartes, très riches, doivent néanmoins être utilisées avec précautions, en veillant à ne pas leur donner une trop grande précision. Cependant, elles permettent d'estimer les ordres de grandeur des vitesses de déformation pour σ et T données, d'identifier les mécanismes de déformations opérants et donc le type de loi contrôlant le fluage.

Les cartes d'Ashby établies pour deux aciers austénitiques 304 et 316 sont relativement similaires. La carte obtenue pour l'acier 316 est reporté en Figure I-35. Elle permet de déterminer le fait que pour des contraintes inférieures à 40 MPa, le mécanisme déterminant en fluage est le fluage diffusion. A 870°C, i.e. $/1810°K \approx 0{,}63$, et pour des contraintes inférieures à 10 MPa, une vitesse de fluage secondaire inférieure à $10^{-8}\ s^{-1}$ est attendue. Pour une température constante de 870°C, le mécanisme du fluage est modifié lorsque la contrainte augmente. Le mécanisme prédominant au-dessus de 40 MPa devient le fluage dislocation.

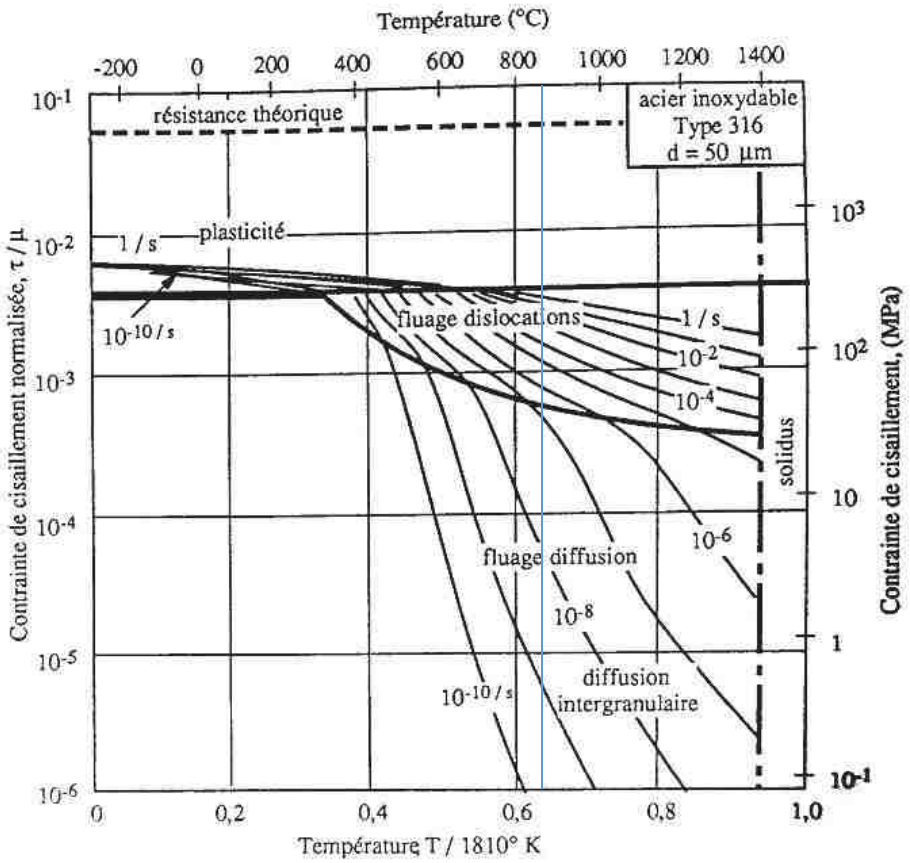


Figure I-35 : Carte de déformation pour un acier inoxydable austénitique 316 ayant une taille de grains de 50µm [84]. La température de travail est indiquée par la ligne bleue

II.2.3. Effet de la taille de grains

Dans le cadre du fluage diffusion, la taille de grain joue un rôle prépondérant. En effet, le transport de matière par diffusion présente une dépendance au cube pour la diffusion dans les joints de grains et une dépendance au carré pour la diffusion dans le réseau. Les microstructures présentant des grains de taille importante permettent ainsi de limiter le fluage diffusionnel.

Une caractérisation du comportement en fluage d'un acier contenant 17,3% de chrome et 12% de nickel a été réalisée pour deux tailles de grains de 30 et 260 µm [85]. Les résultats obtenus sont reportés dans le diagramme de Norton en Figure I-36. Ces résultats mettent en évidence une augmentation d'un facteur 10 de la vitesse de fluage secondaire lorsque la taille de grain diminue de 260 µm à 30 µm. La modification de la taille de grain modifie également le coefficient de dépendance à la contrainte dans le mécanisme de fluage diffusion.

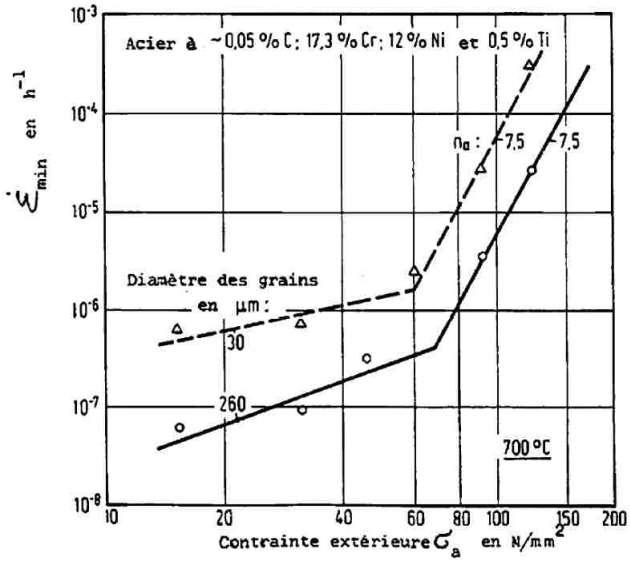


Figure I-36 : Diagramme de Norton obtenu pour un acier inoxydable austénitique à 700°C, pour deux tailles de grains : 30 µm et 260 µm [85]

II.3. Paramètres du comportement mécanique

II.3.1. Effet du vieillissement

Le mouvement des dislocations joue un rôle prépondérant dans la résistance des aciers au fluage. C'est pourquoi les paramètres microstructuraux tels que la taille de grain et la précipitation sont des paramètres d'ordre 1 dans la compréhension du comportement mécanique des matériaux.

Les effets du vieillissement sont à distinguer de ceux de la restauration pour trois raisons principales :

- Ils peuvent se produire sans déformation préalable du matériau ;
- Ils correspondent réellement à une instabilité microstructurale, la microstructure du matériau évoluant dans le temps ;
- Dans la plupart des cas, cette évolution provoque un durcissement de l'alliage : on parle alors de précipitation durcissante.

Ces phénomènes étant thermiquement activés, ils se produisent plus rapidement aux hautes températures. Ces instabilités peuvent correspondre à des changements de phase, des précipitations intergranulaires et/ou intragranulaires, de la recristallisation. Elles peuvent être couplées ou non avec les déformations.

II.3.1.1. Effet sur le fluage primaire

Des essais de fluage ont été réalisés sur un acier 304 pour des vieillissements préalables de durées variables. Les vieillissements et les essais ont été réalisés à 593°C [86]. Les résultats de ces essais sont reportés en Figure I-37. La réduction du fluage primaire avec l'augmentation des durées de vieillissement illustre nettement le durcissement induit par celui-ci.

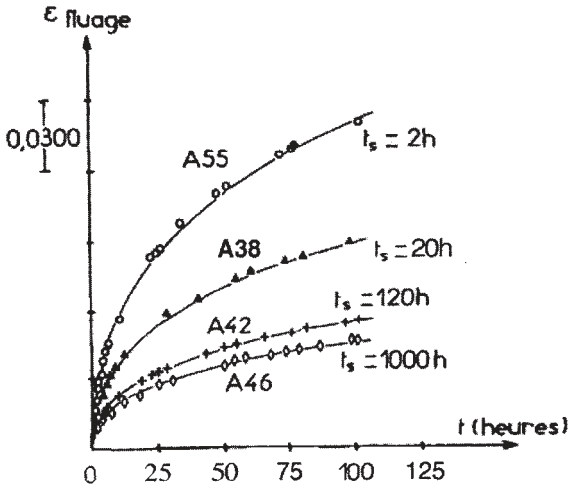


Figure I-37 : Influence du temps de prévieillissement t_s sur le fluage primaire de l'acier 304 à 593°C [86]

II.3.1.2. Effet sur la ductilité et la ténacité

La ductilité et la dureté des aciers 310 varient de manière significative en fonction des éléments d'addition et des traitements thermomécaniques employés. Généralement, la formation de phase σ diminue la ductilité à température ambiante et entraîne une légère augmentation de la dureté. En revanche, la formation de carbures et de nitrures peut permettre d'augmenter la résistance mécanique. Swindeman et al. reportent des données sur l'énergie à rupture de l'acier 310 mesurée au cours d'essais Charpy.

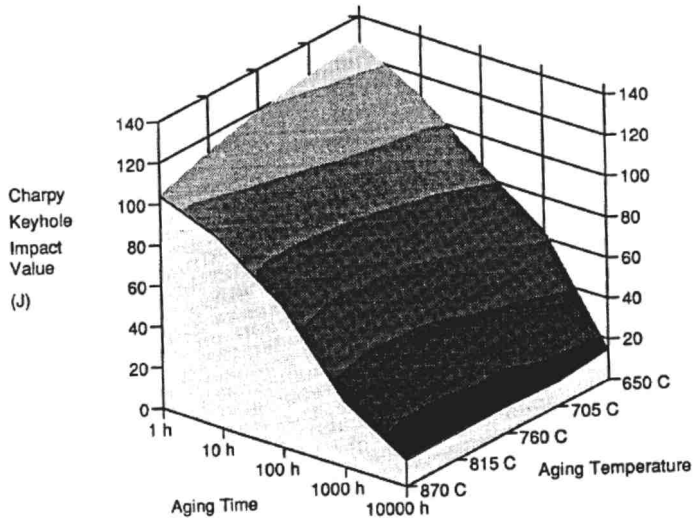


Figure I-38 : Effet de la température et de la durée de vieillissement sur la résilience d'un acier 310 mesurée par essai Charpy à température ambiante [53]

La conséquence de la formation de phase σ sur le fluage est controversée. D'après Wang et al. [87], la précipitation de cette phase durcissante peut être positive ou négative sur la résistance au fluage selon la quantité de phase précipitée, ainsi que la taille, la forme et l'organisation des précipités. Dans la majeure partie des études cependant, la formation de la phase σ est associée à un durcissement structural.

II.3.1.3. Effet sur la résistance au fluage

Les effets du vieillissement sur la résistance au fluage peuvent être variables. Généralement, le vieillissement est associé à une augmentation de la résistance au fluage et à une perte de ductilité, les précipités servant de barrières au mouvement des dislocations. Cependant des observations ont mis en évidence que dans certains cas, la compétition entre carbures et phase σ peut mener à une perte de la résistance au fluage.

De nombreuses études s'attachent à caractériser l'effet du vieillissement sur le comportement en fluage des aciers austénitiques. Dans la majorité des cas, le vieillissement associé à la précipitation de carbures $M_{23}C_6$ et de composés intermétalliques tels que la phase σ induit un durcissement structural de ces alliages. Cet effet durcissant, associé à une amélioration de la résistance au fluage a été observé dans un acier 304 à 600°C [86, 88, 89], dans un acier 316 à 650°C et 825 °C [14], dans un acier duplex 2205 entre 550°C et 880°C [90] et plus généralement dans les aciers austénitiques [91].

Cependant, des tendances inverses sont également observées dans certains cas. Par exemple, des travaux réalisés par Li et al. [81] sur un acier 25Cr-20Ni sont reportés en Figure I-39. Les figures [A] et [B] présentent des courbes de fluage obtenues pour des essais de fluage à 700°C effectués pour des contraintes de 98 MPa et 78 MPa respectivement. Dans les deux cas, ils observent dans un premier temps une diminution de la vitesse de fluage secondaire et une augmentation du temps à rupture pour des durées de vieillissement croissantes. Puis, dans un second temps, pour des durées de vieillissement supérieures à 500 h, ils observent une augmentation de la vitesse de fluage secondaire et une diminution du temps à rupture. Les effets du vieillissement sur la résistance au fluage sont illustrés nettement en figure [C] où le temps à rupture est représenté directement en fonction de la fraction de phase σ formée. Il apparaît clairement que pour une fraction de phase σ seuil, l'effet de cette précipitation s'inverse.

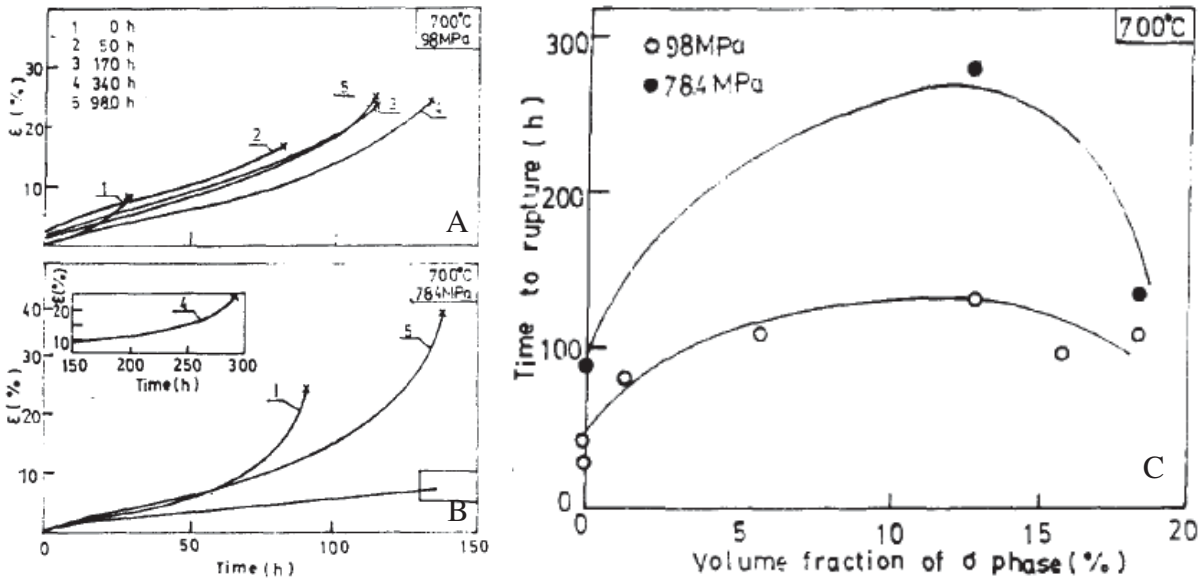


Figure I-39 : Courbes de fluage obtenues sur un acier 25Cr-20Ni testé à 700°C pour différents vieillissements et une contrainte de 98MPa [A] et 78,4MPa [B]. Comparaison des temps à rupture obtenus pour ces deux séries d'essais, en fonction de la fraction de phase σ préalablement formée [81]

Des travaux de Kimura et al. [80] et de Ohno [88], réalisés sur un acier austénitique 304, ont mis en évidence ce même comportement mécanique en deux temps. Ils ont par ailleurs mis en évidence une dissolution des carbures autour des précipités de phase σ, et associent la perte de la résistance au fluage à la dissolution de ces carbures.

II.3.2. Effet du cyclage thermique

Dans certaines conditions d'utilisation, un matériau peut être exposé à des variations plus ou moins brusques de température. Ces variations entraînent des variations dimensionnelles du matériau, et, si les déformations du composant sont bloquées, il se trouve soumis à des contraintes thermiques.

Lorsque le gradient de température n'est pas très élevé, les contraintes thermiques peuvent être atténuées. Elles dépendent à la fois du gradient de température et des propriétés du matériau. Ainsi, dans le cas de matériau non homogène et biphasé, les différences de coefficients de dilatation peuvent également générer des contraintes internes d'origine thermique. Enfin, lorsque les contraintes thermiques varient de manière cyclique, on parle de phénomène de fatigue thermique.

Des endommagements de matériaux par fatigue thermique ont été observés sur différents composants industriels : aubes de turbines [92, 93], disques de frein de trains [94, 95](48-50) ou composants du circuit de refroidissement de réacteurs nucléaires [96]. Certaines illustrations tirées de ces études sont reportées en Figure I-40

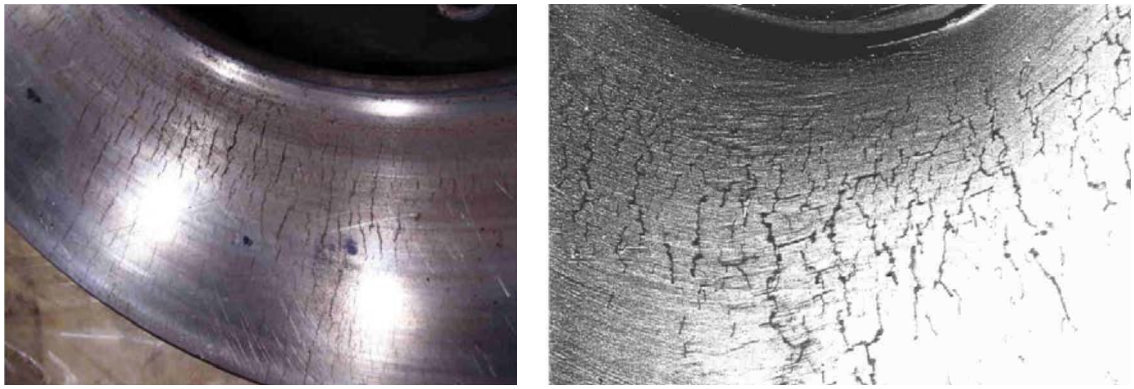


Figure I-40 : Fissures liées à la fatigue thermique sur un disque de frein de train [95] à gauche et sur un composant de circuit de refroidissement de réacteurs nucléaires [96]

Certaines études néanmoins se sont attachées à caractériser le rôle de la variation de température sur le comportement et l'endommagement des matériaux. Ces études ont mis en évidence un endommagement prématuré des structures soumises à des chargements à la fois thermiques et mécaniques.

Dans ce cadre, Hayashi et al [97] ont testé les aciers inoxydables austénitiques 304 et 316NG dans des conditions de fonctionnement du réacteur REP (sollicitations sous eau). Ils ont constaté un abattement en fatigue du nombre de cycles à rupture de ces deux aciers dans le cas du cyclage thermique. Ils observent un comportement en fatigue thermique similaire à celui obtenu en fatigue mécanique.

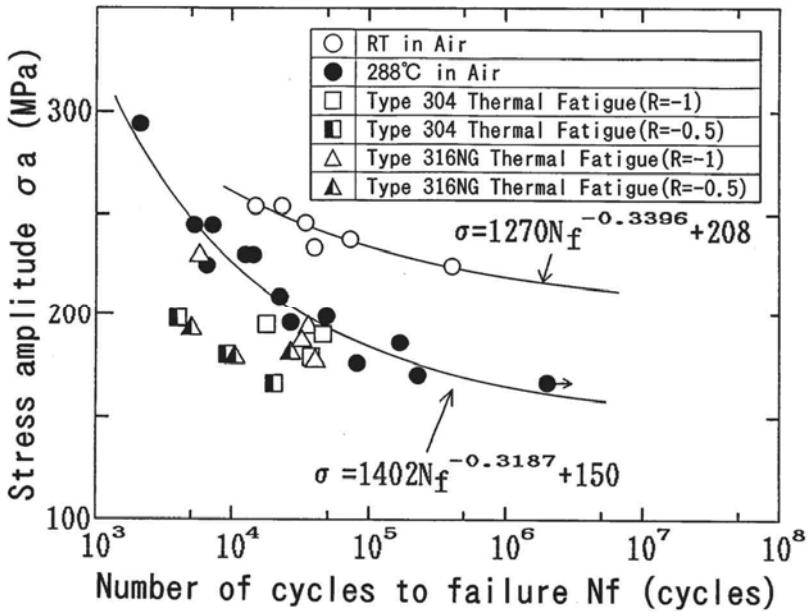


Figure I-41 : Comparaison entre fatigue thermique et fatigue thermo-mécanique pour deux aciers austénitiques, d'après Hayashi et al [97]

Yoshihisa et al. [98] ont conduit des essais de fatigue mécano-thermique sur un acier austénitique 316L. Ils ont montré que, en l'absence de changement de phase, la réponse cyclique du matériau était similaire en fatigue isotherme à 700°C et en fatigue mécano-thermique entre 300 et 700°C.

L'identification de la loi de comportement des aciers austénitiques, en tenant compte de l'influence de la température a fait l'objet d'études [99]. Notons que la modélisation du phénomène de fatigue thermique s'appuie principalement sur la méthode des éléments finis [100-103].

II.3.3. Effet de l'hydrogène

II.3.3.1. Pénétration de l'hydrogène à partir d'un environnement gazeux [104]

L'adsorption dissociative constitue la première étape de l'entrée de l'hydrogène gaz. La cinétique de dissociation est généralement rapide à la surface des métaux de transition tels que Fe et Ni. En revanche, une forte énergie d'activation est nécessaire lorsque le métal est recouvert d'une couche d'oxyde telle que la chromine ; Ainsi, l'application de contraintes peut favoriser la pénétration d'hydrogène dans les structures cubiques à faces centrées par rupture de la couche d'oxyde protectrice. Par ailleurs, les défauts cristallins induits par l'application de la contrainte interviennent également dans le piégeage de l'hydrogène [105].

II.3.3.2. Interactions hydrogène-dislocations

En raison de sa faible dimension ($r_H = 0{,}53$Å), l'hydrogène est susceptible d'entrer dans les matériaux métalliques en solution d'insertion. A température ambiante et dans les structures cubiques à faces centrées, les énergies des modes de vibration des atomes indiquent que les

sites octaédriques sont les sites interstitiels les plus favorisés [106]. Dans les aciers austénitiques, la taille des sites occupés est de $r_i = 0{,}19\text{Å}$. L'hydrogène en solution solide provoque donc une dilatation isotrope du réseau. De plus, les propriétés électroniques de l'hydrogène lui confèrent un volume molaire partiel élevé [107] : $V^* = 2\ cm^3.mol^{-1}$. Ce volume molaire représente la distorsion du réseau induite par l'insertion d'une mole d'hydrogène en interstitiel. Ainsi, la valeur élevée de ce volume molaire se traduit par une grande sensibilité de l'hydrogène à la présence de champs de contraintes hydrostatiques.

Compte tenu de sa taille (volume d'activation négligeable), de sa masse (fréquence de saut élevée) et de l'existence d'une forte densité de sites interstitiels disponibles, la mobilité de l'atome d'hydrogène est très grande dans les aciers. Bien que fortement dépendante de la structure cristalline, elle est à la température ambiante supérieure d'environ 10 ordres de grandeur à celle des autres interstitiels [108]. L'hydrogène est en fait le seul élément pour lequel la vitesse de diffusion est directement mesurable à température ambiante. La valeur de son coefficient de diffusion correspond à un parcours quadratique moyen de l'ordre de 1 mm en 1 minute à 20◦C dans le fer α et explique sa très grande aptitude à pénétrer dans les aciers ferritiques.

La phénoménologie des endommagements liés aux effets de l'hydrogène dans les alliages austénitiques est très variée. Elle va d'une simple perte de ductilité à des ruptures transgranulaires purement fragiles, en passant par une variété de ruptures intergranulaires. Ces effets sont en partie la conséquence d'une modification des interactions entre dislocations sous l'action de l'hydrogène. En particulier, l'hydrogène facilite les mécanismes de déformation plastique.

L'effet de l'hydrogène sur la plasticité est une problématique récurrente, notamment dans le milieu du nucléaire où de plus les matériaux peuvent être soumis aux irradiations. Plusieurs modèles ont été développés concernant l'effet de l'hydrogène sur la plasticité : Birnbaum et Sofronis [109] , Magnin [110]. Un des effets de l'hydrogène est d'abaisser la contrainte nécessaire à la mobilité des dislocations [111].

De plus, les dislocations constituent des sites privilégiés de piégeage de l'hydrogène et présentent la particularité de faciliter son transport. La contrainte d'écoulement des matériaux cubiques à faces centrées est régie par les interactions et les réactions entre les dislocations. Or Beachem [112] suggère qu'en présence d'hydrogène l'émission et la propagation des dislocations aient lieu pour des contraintes relativement faibles.

La Figure I-42 illustre le déplacement des dislocations induit par l'hydrogène en comparant la position de dislocations observées sous vide (en noir) et sous l'effet d'une pression partielle d'hydrogène [113]. L'image [A] est obtenue pour une pression partielle de 95 torr d'hydrogène. Les résultats de Ferreira et al. indiquent qu'une pression partielle de 70 torr est nécessaire pour activer le déplacement des dislocations [B].

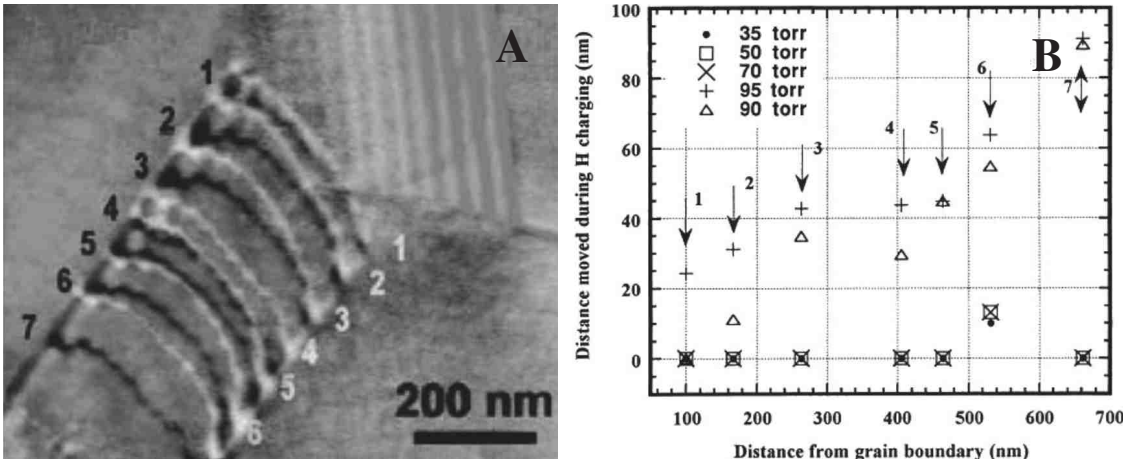


Figure I-42 : Effet de l'hydrogène sur la distance séparant les dislocations dans un empilement sur un joint de grain dans un acier austénitique 310s d'après Ferreira et al. [113]. Comparaison de la position des dislocations en l'absence d'hydrogène (en noir) et sous une pression partielle d'hydrogène de 95 torr (en blanc) [A] et évolution du déplacement des 7 mêmes dislocations par rapport au joint de grain en fonction de la pression partielle en hydrogène [B].

En revanche, la suppression de la pression d'hydrogène dans l'enceinte ne se traduit pas par un retour systématique des dislocations à leur position initiale. En effet, dans le cas d'un aluminium de haute pureté, l'introduction et le retrait d'hydrogène du matériau génèrent un mouvement réversible des dislocations observées dans un empilement [113]. A l'inverse, dans le cas de l'acier austénitique AISI 310s, le déplacement assisté par l'hydrogène des dislocations d'un empilement de dislocations n'a pas montré de comportement réversible lors du retrait de l'hydrogène [113]. En outre, ces expériences mettent en lumière le fait que l'hydrogène favorise le déplacement des dislocations et la formation d'empilements denses de dislocations.

II.3.3.3. Conséquences des interactions hydrogène-dislocation à l'échelle macroscopique

L'hydrogène joue donc un rôle sur le déplacement des dislocations, et les dislocations facilitent le transport de l'hydrogène. Ces interactions hydrogène-dislocations présentent également des conséquences à l'échelle macroscopique.

L'influence de l'hydrogène sur le glissement a été étudié dans les aciers austénitiques [114], dans du nickel [115] et dans des superalliages à base nickel [116]. Dans ces travaux, les lignes de glissement sont observées en surface de matériaux chargés ou non en hydrogène. Les résultats indiquent que l'hydrogène favorise le glissement plan. Des mesures [114] ont montré dans les aciers austénitiques que plus la teneur en hydrogène est importante, et plus la hauteur des marches de glissement s'accroit. L'hydrogène favorise non seulement le glissement plan mais également sa localisation.

Les interactions soluté-plasticité peuvent également se manifester macroscopiquement par une hétérogénéité de la déformation plastique. Les courbes de traction présentent alors des décrochements associés à la propagation de fronts de déformation plastique. Ces instabilités peuvent être attribuées à des bandes de Lüders caractérisées par un crochet de traction suivi

d'un plateau, ou à l'effet Portevin-Le Chatelier (PLC) identifié par la présence de décrochages répétés de la courbe de traction, décrochages qui sont dus à des glissements plans. Dans un domaine donné de température et de vitesse de déformation, les interactions dynamiques hydrogène-dislocations mobiles peuvent se manifester par l'apparition d'instabilités de type Portevin-Le Chatelier [117]. Il ressort de l'observation de bandes de Lüders, présentes dans des monocristaux d'acier inoxydable austénitique hydrogénés ou non, que l'hydrogène favorise la localisation de la déformation [118, 119].

III. Modélisation

Le chapitre III de ce mémoire détaillera les caractérisations effectuées. En utilisant les résultats obtenus, une modélisation de l'évolution du matériau et de ses propriétés mécaniques est réalisée. Les relations mises en évidence entre le vieillissement de l'alliage et sa résistance au fluage nous amène à coupler les modélisations de ces deux phénomènes. Ceci est nécessaire pour permettre le calcul prévisionnel de la tenue mécanique des structures étudiées. Deux aspects sont donc maintenant successivement abordés dans cette partie bibliographique : dans un premier temps, la modélisation de la cinétique de précipitation, paramètre d'ordre 1 du vieillissement de l'alliage 310S, puis, dans un second temps, la modélisation du comportement en fluage.

III.1. Modélisation des cinétiques de précipitation

Le vieillissement métallurgique de l'acier 310S modifie drastiquement la microstructure du matériau, et ce à une échelle de temps telle que l'on ne peut considérer un état stationnaire du matériau avant une grande partie de sa durée de vie. La modélisation du comportement de l'acier 310S en service nécessite donc d'en modéliser la cinétique de vieillissement. Pour cela, le modèle de précipitation de Johnson-Mehl-Avrami a été utilisé. Cette loi est détaillée ci-après afin de préciser le sens physique de ses paramètres, puis, quelques données de la littérature sur leurs valeurs sont données.

III.1.1. Hypothèses et démonstration

La fraction volumique de phase transformée au cours d'un vieillissement isotherme peut être décrite par une loi de type sigmoïde [120]. Une illustration de ces courbes en S est donnée en Figure I-43.

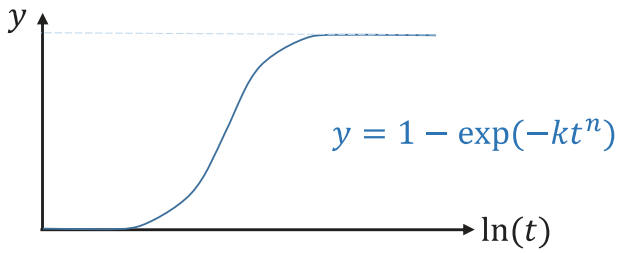


Figure I-43 : Illustration de l'évolution de la fraction volumique transformée, de type sigmoïde

La description proposée par Johnson, Mehl et Avrami [121-123] est l'une des plus couramment utilisée. Ce modèle décrit le système par une germination et une croissance de nodules

sphériques distribués aléatoirement. Différentes hypothèses sont nécessaires à la construction de celui-ci :

- La germination et la croissance coexistent durant toute la durée de la transformation ;
- La germination est homogène (i.e. équiprobable en tout point du système) ;
- La vitesse de germination est constante tout au long de la transformation :

$$I = \frac{dn}{dt} = cte \qquad \textit{équation I-9}$$

- La vitesse de croissance de la phase transformée est considérée comme linéaire :

$$G = \frac{dx}{dt} = cte \qquad \textit{équation I-10}$$

- La phase transformée croît sous la forme de sphères.

Ainsi, à l'instant t, le rayon d'un nodule qui a germé au temps τ est :

$$R_\tau(t) = G \cdot (t - \tau) \qquad \textit{équation I-11}$$

Ce qui permet de déduire le volume de ce nodule, volume transformé :

$$V_\tau(t) = \frac{4}{3}\pi {R_\tau}^3 = \frac{4}{3}\pi G^3 (t-\tau)^3 \qquad \textit{équation I-12}$$

En parallèle, le nombre de précipités dN qui ont germé dans un volume de matière V_{tot} durant un incrément de temps $d\tau$ est :

$$dN = V_{tot} I \cdot d\tau \qquad \textit{équation I-13}$$

D'où dV_{tr} le volume de phase transformée durant $d\tau$:

$$dV_{tr} = dN \cdot V_\tau = V_{tot} I \cdot \frac{4}{3}\pi G^3 (t-\tau)^3 \cdot d\tau \qquad \textit{équation I-14}$$

Les notations utilisées sont illustrées en Figure I-44.

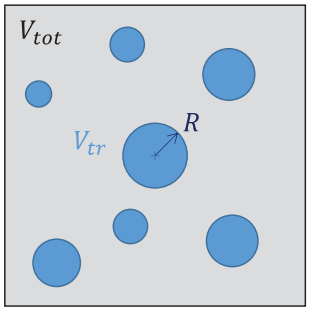


Figure I-44 : Illustration des précipités circulaires dans un volume V_{tot} et des notations utilisées

L'intégration de l'équation I-14 permet de déterminer le volume total transformé à l'instant t :

$$V_{tr}(t) = \int_0^t V_{tot} I \cdot \frac{4}{3}\pi G^3 (t-\tau)^3 \cdot d\tau \qquad \textit{équation I-15}$$

La fraction volumique formée est de :

$$Y(t) = \frac{V_{tr}(t)}{V_{tot}} = \int_0^t I \cdot \frac{4}{3}\pi G^3 \cdot (t-\tau)^3 \cdot d\tau \qquad \textit{équation I-16}$$

D'où :

$$dY = \frac{4}{3}\pi \cdot IG^3 \cdot (t-\tau)^3 \cdot d\tau \qquad \textit{équation I-17}$$

A ce stade-là, deux points ont été omis :

- La germination ne peut plus se produire dans le volume transformé, elle n'a donc lieu que dans le volume restant : $V_{dispo} = V_{tot} - V_{tr}$
- Durant la croissance, lorsque deux précipités entrent en contact ils ne peuvent plus croitre

Ce modèle peut ainsi être amélioré en tenant compte de ces deux aspects. Pour cela on définit v : le volume réel transformé.

A l'instant t, la fraction de volume non transformée est $y = \left(1 - \frac{v}{V_{tot}}\right)$.

Durant un incrément de temps dt, le volume transformé évolue de dV d'après le modèle initial, et donc d'un volume réel dv. Afin de déterminer ce volume réel dv, il convient de prendre en compte la partie de dV déjà transformée à l'instant t. Soit :

$$dv = \left(1 - \frac{v}{V_{tot}}\right) \cdot dV = (1-y) \cdot dV \qquad \textit{équation I-18}$$

D'où :

$$dy = (1-y) \cdot dY \qquad \textit{équation I-19}$$

En combinant l'équation I-15 et l'équation I-19, la fraction réelle dy transformée au cours d'un incrément de temps $d\tau$ s'écrit :

$$dy = (1-y) \cdot \frac{4}{3}\pi \cdot IG^3 \cdot (t-\tau)^3 \cdot d\tau \qquad \textit{équation I-20}$$

L'intégration de cette dernière équation donne :

$$\int_0^y \frac{dy}{(1-y)} = \int_0^t \frac{4}{3}\pi \cdot IG^3 \cdot (t-\tau)^3 \cdot d\tau \qquad \textit{équation I-21}$$

$$\Longrightarrow [-\ln(1-y)]_0^y = \left[-\frac{1}{3}\pi \cdot IG^3 \cdot (t-\tau)^4\right]_0^t \qquad \textit{équation I-22}$$

$$\Longrightarrow \ln(1-y) = -\frac{1}{3}\pi \cdot IG^3 \cdot t^4 \qquad \textit{équation I-23}$$

$$\Longrightarrow \boldsymbol{y = 1 - \exp\left(-\frac{1}{3}\pi \cdot IG^3 \cdot t^4\right)} \qquad \textit{équation I-24}$$

La fraction de phase transformée correspond donc à une équation à deux paramètres, de la forme $y = 1 - \exp(A \cdot t^B)$. Selon les hypothèses de départ et les lois choisies pour la germination et la croissance, les expressions des coefficients A et B peuvent varier.

III.1.2. Application du modèle

Certains auteurs [124-126] ont montré que la cinétique de précipitation de la phase σ et des carbures $M_{23}C_6$ peuvent être modélisées par la loi empirique de Johnson-Mehl-Avrami [121-123] :

$$y(t) = 1 - \exp(-k \cdot t^n) \qquad \textit{équation I-25}$$

Où $y(t)$ décrit l'avancement de la transformation de phase à l'instant t, n est le coefficient d'Avrami, et k une fonction de la température définie par :

$$k = k_0 \cdot \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \qquad \textit{équation I-26}$$

Où Q est l'énergie d'activation de la précipitation et R la constante universelle des gaz parfaits.

La fraction de phase précipitée à un instant t peut ainsi s'écrire :

$$f(t) = y(t) \times f_{t\to\infty} = 1 - \exp(-k \cdot t^n) \times f_{t\to\infty} \qquad \textit{équation I-27}$$

Une valeur inférieure à 1 du coefficient d'Avrami est généralement associée à une diminution de la germination et de la vitesse de croissance de l'interface dans le temps. Cahn et Ham ont développé la théorie des transformations de phases [127, 128]. Ces travaux, rapportés par Barcik [67] associent des valeurs du coefficient d'Avrami à des mécanismes spécifiques :

- $0{,}25 < n < 0{,}5$: germination préférentiellement au niveau des joints de grains
- $0{,}75 < n < 1$: germination préférentiellement au niveau des dislocations à l'intérieur des grains

Par ailleurs, Sun et al. [129] suggèrent qu'une distribution hétérogène de germes pré-existants peut entraîner un abaissement de l'exposant d'Avrami. De manière plus générale, les exposants

identifiés dans différents systèmes sont répertoriés en fonction des mécanismes impliqués dans le cadre des transformations avec croissance gouvernée par la diffusion [130] :

Taux de germination constant	5/2
Germination instantanée	3/2
Taux de germination croissant	< 5/2
Taux de germination décroissant	3/2 – 5/2
Croissance de particules de volume initial appréciable	1 – 3/2
Bâtonnets et plaquettes petits par rapport à leur séparation	1
Epaississement de longs bâtonnets	1
Epaississement de très grandes plaquettes	1
Ségrégation aux dislocations	2/3

Tableau I-6 : Valeurs prise par l'exposant d'Avrami dans le cas de transformations avec croissance gouvernée par la diffusion

III.2. Modélisation du comportement viscoplastique

La modélisation du comportement mécanique de structures telles que celle étudiée est un problème complexe. Selon les températures, les environnements, les sollicitations mécaniques et autres, de nombreux modèles ont été développés. Ces modèles permettent de prédire le comportement des matériaux cristallisés de l'échelle des dislocations jusqu'à l'échelle de mégastructures. Il s'agit dans notre cas d'obtenir un modèle du comportement macroscopique de l'alliage, dans le domaine de contraintes étudié. Ce modèle sera construit sur des données expérimentales tirées d'essais de fluage et de relaxation. L'objectif ici est de modéliser le comportement de l'acier 310S à haute température et à basses contraintes, en prenant en compte tous les paramètres spécifiques de cette étude : le cyclage thermique, l'environnement, la température d'étude, le vieillissement métallurgique. Les modèles qui pourront être employés se restreindront donc à ceux dédiés au fluage et à la fatigue-fluage, en prenant en compte la fatigue thermique induite par le cyclage thermique.

III.2.1. Les modèles viscoplastiques

Les méthodes modernes de prédictions de la durée de vie des structures nécessitent des analyses du comportement inélastique qui peuvent nécessiter des temps de calculs importants, notamment dans le cas de chargements cycliques. C'est pourquoi de nombreux travaux s'attachent à la description de ces systèmes.

Ainsi, un grand nombre de modèles existent pour prendre en compte l'effet du cyclage thermique sur les vitesses de déformations indépendantes du temps comme sur la viscoplasticité. Ces modèles permettent de décrire les comportements expérimentaux observés pour des chargements monotones ou cycliques, des températures constantes ou variables, en incluant l'effet du vieillissement et de la restauration. Parmi ces modèles, on retrouve fréquemment ceux issus du modèle de Chaboche [131] développé à l'ONERA. Ce dernier est présenté de manière hiérarchisée en Figure I-45. Il utilise une superposition de modèles de durcissement cinématiques, de durcissement/adoucissements liés au cyclage, de restauration et les effets de mémoire du matériau.

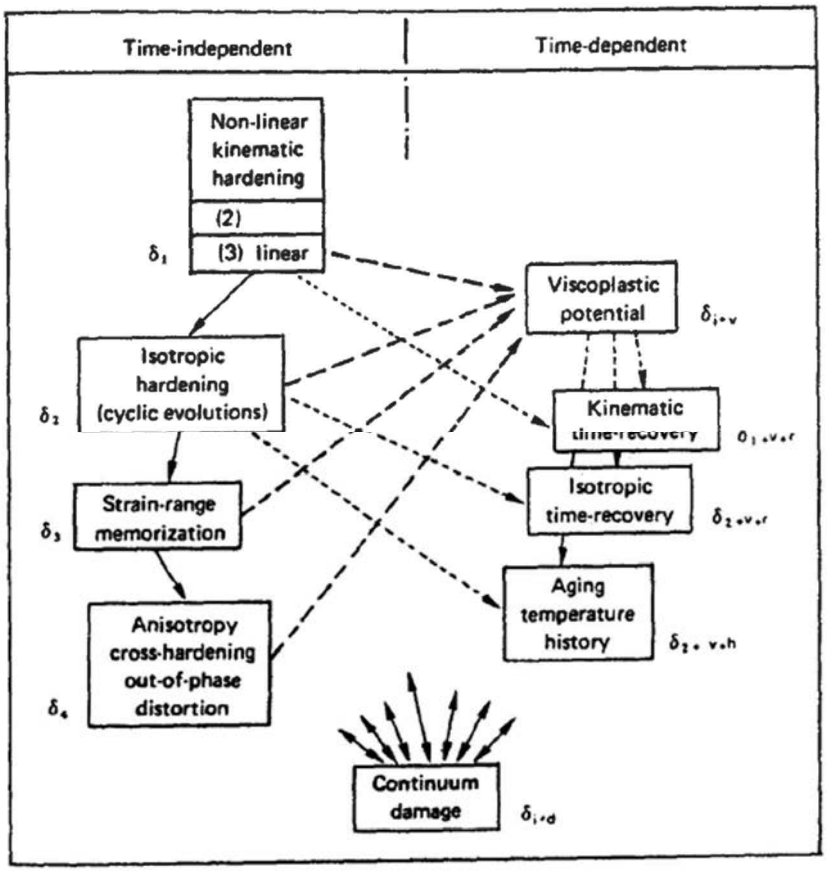


Figure I-45 : Modèle hiérarchisé décrivant la plasticité dépendante et indépendante du temps dans les métaux [132]

Ces modèles sont complexes et nécessitent des caractérisations variées et approfondies du matériau. Ils permettent de tenir compte non seulement du niveau, de l'histoire, mais aussi de la triaxialité des chargements. En revanche, ils nécessitent des temps de calculs importants car il faut intégrer toute l'histoire thermomécanique de la structure. Certains modèles moins polyvalents et moins précis sont aussi plus faciles à appliquer, comme le modèle de Norton, peuvent être utilisés pour permettre un dimensionnement tel que celui nécessaire dans notre cas.

III.2.2. Loi empirique de Norton [133]

III.2.2.1. Potentiel viscoplastique d'un matériau

Si Ω_i est le potentiel viscoplastique d'un monocristal, il permet (équation I-27) d'évaluer la vitesse de déformation viscoplastique macroscopique d'un monocristal pour un état de contrainte et d'écrouissage donné en fonction de la contrainte, des variables d'écrouissage et de la température. La vitesse de déformation viscoplastique est orthogonale à la surface équipotentielle passant par le point de fonctionnement actuel

$$\dot{\varepsilon}_{vp} = \frac{\partial \Omega_i}{\partial \boldsymbol{\sigma}} \qquad \textit{équation I-28}$$

Les matériaux polycristallins sont traités comme l'assemblage de monocristaux. Cela conduit à un potentiel viscoplastique macroscopique qui est la somme des potentiels de chaque grain pondéré par la fraction volumique. Soit pour N grains

$$\Omega(\boldsymbol{\sigma}, Y_m^1, \dots\dots\dots, Y_m^N, \sigma_{loc}^1, \dots\dots\dots, \sigma_{loc}^N, T) = \sum_{i=1}^{N} \frac{V_i}{V} \Omega_i \qquad \textit{équation I-29}$$

Où le potentiel viscoplastique macroscopique du polycristal est fonction de la contrainte moyenne $\boldsymbol{\sigma}$, des contraintes locales σ_{loc}^i, des variables d'écrouissage dans chaque grain Y_m^i et de la température. Les approches phénoménologiques reprennent cette voie en restreignant le nombre de variables retenues pour décrire l'état du matériau. Les contraintes locales ne sont plus explicitement évaluées et les variables d'écrouissage se limitent à des variables globales portant sur le matériau « moyen ».

III.2.2.2. Expression du modèle de Norton

Les modèles de comportement viscoplastique peuvent prendre des formes très variables. Ils sont tous caractérisés par une expression où la vitesse de déformation inélastique dépend de l'état d'écrouissage et de l'état actuel des contraintes.

La loi de Norton est une loi d'écoulement viscoplastique isotrope sans écrouissage. Elle est construite à partir de la contrainte équivalente de Von Mises $\bar{\sigma}$ en faisant intervenir deux coefficients, K et N, caractérisant le matériau.

$$\Omega = \frac{K}{N+1} \langle \frac{\bar{\sigma}}{K} \rangle^{N+1} \qquad \textit{équation I-30}$$

Où :

$$\langle H \rangle = \max(0, H) \quad et \quad \bar{\sigma} = \sqrt{\frac{3}{2}\, \boldsymbol{s} : \boldsymbol{s}} \qquad \textit{équation I-31}$$

Dans le cas d'un chargement uniaxial, la seule composante non nulle du tenseur de contrainte est $\sigma_{11} = \sigma$, cette expression se simplifie et devient :

$$\dot{\varepsilon}_{11}^{vp} = \left(\frac{\bar{\sigma}}{K}\right)^N \qquad \textit{équation I-32}$$

$$\dot{\varepsilon}_{22}^{vp} = \dot{\varepsilon}_{33}^{vp} = -\frac{1}{2} \dot{\varepsilon}_{11}^{vp} \qquad \textit{équation I-33}$$

Comme avec cette approche il n'y a pas d'écrouissage, la vitesse de déformation viscoplastique est constante pour une contrainte donnée. Ce modèle est ainsi complétement déterminé par les vitesses de fluage secondaire pour différentes contraintes. Le coefficient N est appelé exposant de Norton du matériau. Il s'identifie à l'aide de la pente de la courbe $\dot{\varepsilon}_{vp} = f(\sigma)$ reportée dans un diagramme bi-logarithmique. Dans le cadre de la loi de Norton, la température peut

également intervenir de façon explicite par l'intermédiaire de termes d'activation en $\exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$.

Cependant, les essais de relaxation et les essais de décharge partielle (*dip test* en anglais) montrent qu'une bonne représentation du matériau ne peut se faire qu'au travers de lois de comportement à seuil, obtenues à partir de la loi de Norton en remplaçant σ par $\sigma - \sigma_s$:

$$\dot{\varepsilon}_{vp} = \left(\frac{\sigma - \sigma_s}{K}\right)^N \qquad \text{équation I-34}$$

Sous le seuil σ_s, la vitesse de déformation est nulle. Cette contrainte seuil σ_s peut être mesurée expérimentalement au cours d'essais de relaxation. Elle correspond à la contrainte minimale obtenue pour un temps de relaxation infini. Pour un même matériau pris dans les mêmes conditions expérimentales, elle diffère selon les mécanismes du fluage mis en jeu.

III.2.2.3. Détermination expérimentale de la contrainte seuil

Dans le cas de l'acier 310S à 870°C, l'existence de cette contrainte seuil a pu être mise en évidence par des essais de relaxation lors de nos travaux.

La relaxation est l'essai dual de l'essai de fluage. L'éprouvette est chargée à une vitesse de déformation donnée $\dot{\varepsilon}_0$ jusqu'à la contrainte cible σ_0. Elle présente alors une déformation d'essai ε_i qui demeure constante par la suite. L'évolution de la contrainte en fonction du temps, gouvernée par la viscosité du matériau et par son écrouissage lors du chargement initial, est alors étudiée. Les courbes obtenues dans le cas d'une machine d'essai à rigidité infinie sont présentées en Figure I-46. Les essais de relaxation mettent en évidence une diminution de la contrainte résultant du maintien à déformation totale constante d'un élément de volume. Cette relaxation des contraintes caractérise la viscosité du matériau et permet de déterminer la relation qui existe entre la contrainte et la vitesse de déformation viscoplastique. La contrainte seuil correspond à la contrainte asymptote.

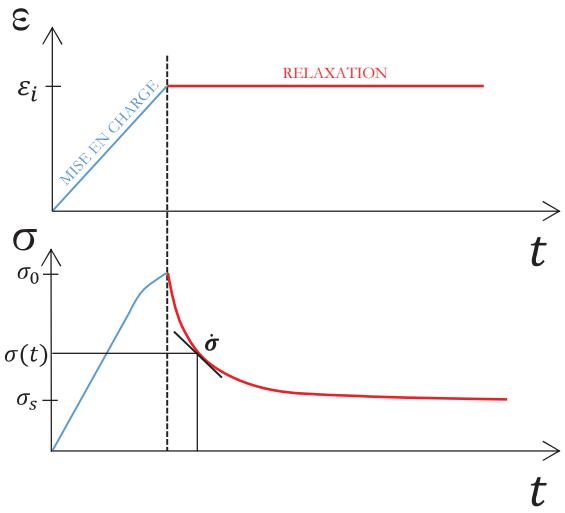


Figure I-46 : Courbes de déformation et de contrainte en fonction du temps au cours d'un essai de relaxation

Afin d'obtenir l'expression de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte, la déformation totale imposée est exprimée comme la somme de la déformation élastique ε_e et de la déformation plastique ε_p. Pendant la relaxation, cette déformation totale ε_t est maintenue constante, d'où :

$$\varepsilon_t = \varepsilon_e + \varepsilon_p = cte \qquad \textit{équation I-35}$$

En dérivant l'expression précédente par rapport au temps et en adoptant la notation $\frac{d\varepsilon}{dt} = \dot{\varepsilon}$, l'équation précédente devient :

$$\dot{\varepsilon_t} = \dot{\varepsilon_e} + \dot{\varepsilon_p} = 0 \qquad \textit{équation I-36}$$

La loi de Hooke donne la relation entre la déformation élastique et la contrainte appliquée, ce qui pour un matériau isotrope conduit à :

$$\varepsilon_e = \frac{\sigma}{E} \qquad \textit{équation I-37}$$

Où E est le module d'Young du matériau (MPa). La combinaison des deux dernières équations permet de déterminer la vitesse de relaxation :

$$\dot{\varepsilon_p} = -\frac{\dot{\sigma}}{E} \qquad \textit{équation I-38}$$

L'analyse des données de ces essais a donné lieu à une modélisation mathématique de l'évolution de la contrainte au cours du temps. Usuellement, trois formules mathématiques peuvent être utilisées pour représenter les courbes de relaxation $\sigma = f(t)$ [134]. Ces formules sont données dans le tableau ci-dessous :

Loi	Formule	Paramètres ajustables	
Logarithmique	$\sigma(t) = \sigma_0 - A.\log(Bt + A)$	A et B	équation I-39
Hyperbolique	$\sigma(t) = \sigma_s - C(t + D)^{-n}$	C, D et n	équation I-40
De Gittus	$\sigma(t) - \sigma_s = (\sigma_0 - \sigma_s) \cdot \exp(-Kt^p)$	K et p	équation I-41

Tableau I-7 : Loi de relaxation σ = f(t) [134]

La loi logarithmique est la plus courante, cependant elle n'intègre pas de contrainte seuil et il est difficile de faire correspondre une courbe donnée par cette équation à une courbe expérimentale pour des temps longs. A l'inverse, le modèle hyperbolique et le modèle De Gittus intègrent directement la contrainte seuil σ_s dans leur expression.

III.2.2.4. Données du modèle dans le cadre des aciers austénitiques

Les valeurs de K et de N sont caractéristiques de chaque matériau et de la température. Elles dépendent souvent du domaine considéré : pour les grandes vitesses de déformation, l'effet géométrique devient prépondérant et les valeurs de N augmentent [135].

Par ailleurs, l'exposant de Norton décroît généralement lorsque la température augmente : cela illustre le fait que lorsque la température augmente, le comportement du matériau est de plus en plus influencé par la viscosité. Généralement, le coefficient de Norton prend des valeurs comprises entre 3 et 20. L'évolution de coefficient de Norton de différents matériaux est reportée en Figure I-47.

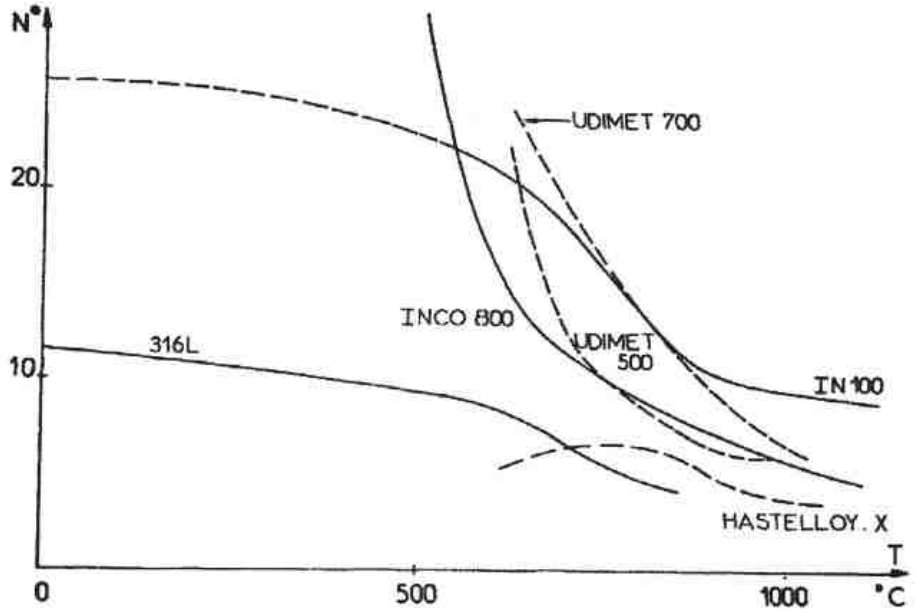


Figure I-47 : Evolution de l'exposant de Norton en fonction de la température pour quelques matériaux [135]

Dans le cas de faibles niveaux de contraintes, la déformation se fait par le mécanisme de fluage diffusionnel. Le coefficient de Norton prend alors une valeur proche de 1. Lorsque la contrainte augmente, la valeur du coefficient n augmente et le mécanisme est alors principalement lié au mouvement des dislocations.

Shi et Northwood [136] ont caractérisé le coefficient de Norton liant la contrainte à la vitesse de déformation dans un acier austénitique 310. Ils ont montré pour des essais réalisés à 700°C une augmentation monotone du coefficient de Norton pour une contrainte variant de 80 à 320 MPa. Ces résultats sont reportés en Figure I-48.

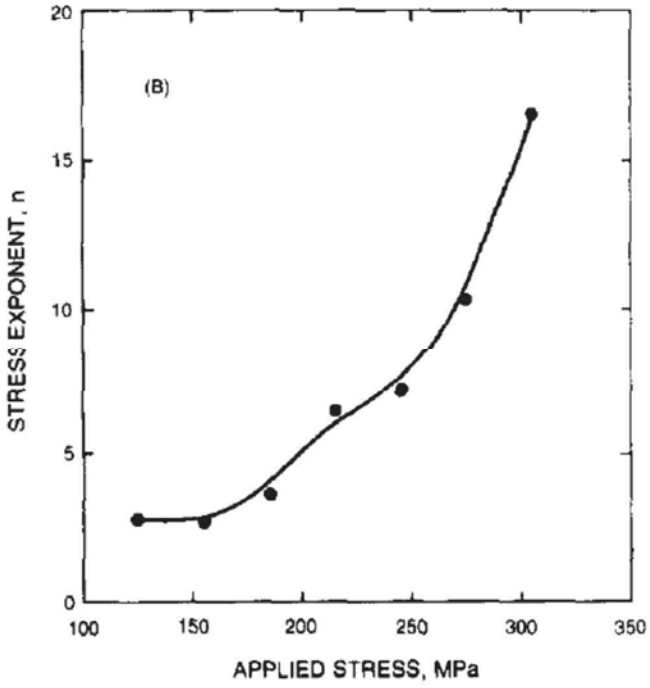


Figure I-48 : Evolution du coefficient de Norton en fonction de la contrainte appliquée concernant le fluage d'un acier 310 à 700°C.

Pour trois contraintes (170, 200, 230 MPa) testées entre 650°C et 800°C, une énergie d'activation constante de 341 kJ/mol a été identifiée [136]. Cette valeur est supérieure à l'énergie d'activation de l'autodiffusion dans le fer pur (270-310 kJ/mol [137]) et est plus proche de celle identifiée dans l'austénite (314kJ/ mol [137]). Cette remarque implique un rôle notable des éléments d'alliage sur le réseau de dislocations.

Après ce premier chapitre faisant l'état de l'art des données et modélisations pertinentes pour nos travaux, nous allons maintenant présenter les matériaux et méthodes utilisés.

Références

[1] C. A. Vandermonde, G. Monge, C. L. Berthollet (1786). *Mémoire sur le fer considéré dans ses différens états métalliques*, lu à l'Académie Royale des Sciences.

[2] A. Aron (1950). *La revue de métallurgie,* **12**, p°18-22.

[3] P. J. Cunat (2000). "Aciers inoxydables - Critères de choix et structure", *Techniques de l'ingénieur*, **4**, M4540.

[4] V. G. Rivlin, G. V. Raynor (1980). *International Metals Reviews,* **25**, 1, p°21-40.

[5] R. Yin (2005). *Corrosion Science,* **47**, p°1896-1910.

[6] M. L. G. Byrnes, M. Grujicic, W. S. Owen (1987). *Acta Metallurgica,* **35**, 7, p°1853-1862.

[7] D. M. E. Villanueva, F. C. P. Junior, R. L.Plaut, A. F. Padilha (2006). *Materials Science and Technology,* **22**, 9, p°1098-1104.

[8] F. C. Hull (1973). *Welding Research Supplement*, p°104-113.

[9] R. P. Reed (1989). *Journal of Materials,* **41**, 3, p°16-21.

[10] R. W. Swindeman, V. K. Sikka, R. L. Klueh (1983). *Metallurgical Transactions A,* **14**, 3, p°581-593.

[11] A. J. Sedriks (1996). Livre: *Corrosion of stainless steel, 2. edition*. (John Wiley and Sons, New York U.S.A.).

[12] G. Murry (2004). Livre: *Aide-mémoire de métallurgie*. (Dunod, Paris). vol. Métaux - Alliages - Propriétés.

[13] G. Murry (1994). "Soudage et soudabilité métallurgique des métaux", *Techniques de l'ingénieur*, **1**, M715.

[14] B. Weiss, R. Stickler (1972). *Metallurgical Transactions,* **3**, 4, p°851-866.

[15] M. Onink *et al.* (1993). *Scripta Metallurgica et Materialia,* **29**, 8, p°1011-1016.

[16] R. Kohlhaas, P. Dunner, P. N. Schmitz (1967). *Zeitschrift für Angewandte Physik,* **23**, 4, p°245.

[17] A. T. Gorton, G. Bitsiane, T. L. Joseph (1965). *Transactions of the Metallurgical Society of AIME,* **233**, 8, p°1519.

[18] H. J. Goldschmidt (1962). *Advanced X-Ray Analysis,* **5**, p°191.

[19] Z. S. Basinski, W. F. R. S. Hume-Rothery, A. L. Sutton. (The Royal Society, 1955). *Conference : Mathematical, Physical and Engineering Sciences,* vol. 229, p°459-467.

[20] A. I. Schaeffler (1974). *Metal Progress,* **106**, 1, p°227.

[21] W. T. DeLong (1960). *Metal Progress,* **77**, 2, p°99-100B.

[22] R. H. Espy (1982). *Engineers' Digest,* **43**, p°43.

[23] H. Hindam, D. P. Whittle (1982). *Oxidation of Metals,* **18**, 5-6, p°245-284.

[24] Y. Murata, M. Morinaga, N. Inagaki, M. Nakai (2002). *Materials Transactions,* **43**, 5, p°1258-1259.

[25] S. A. David (1981). *Welding Journal*, **60**, 4, p°63-s-71-s.

[26] T. P. S. Gill, M. Vijayalakshmi, J. B. Gnanamoorthy, K. A. Padmanabhan (1986). *Welding Journal*, **65**, 5, p°122-s-128-s.
[27] R. G. Thomas, D. Yapp (1978). *Welding Journal,* **57**, 12, p°361-s-366-s.
[28] A. V. Kington, F. W. Noble (1995). *Materials Science and Technology,* **11**, 3, p°268-275.
[29] J. A. Brooks, A. W. Thompson, J. C. Williams (1984). *Welding Journal,* **63**, p°71-s-83-s.
[30] W. E. White, I. L. May (1970). *Metallography,* **3**, p°35-50.
[31] F. Montheillet (2009). "Métallurgie en mise en forme à chaud", *Techniques de l'ingénieur*, M3031.
[32] R. A. Petković, M. J. Luton, J. J. Jonas (2013). *Canadian Metallurgical Quarterly*, **14**, 2, p°137-145.
[33] T. Sourmail (2001). *Materials Science and Technology,* **17**, p°1-14.
[34] S. S. M. Tavares, V. Moura, V. C. Da Costa, M. L. R. Ferreira, J. M. Pardal (2009). *Materials Characterization,* **60**, p°573-578.
[35] E. O. Hall, S. H. Algie (1966). *Metallurgical Reviews,* **11**, 1, p°61-88.
[36] A. Perron, C. Toffolon-Masclet, X. Ledoux, F. Buy, T. Guilbert, S. Urvoy, S. Bosonnet, B. Marini, F. Cortial, G. Texier (2014). *Acta Materialia,* **79**, p°16-29.
[37] M. H. Lewis (1966). *Acta Metallurgica,* **14**, p° 1421-1428.
[38] L. K. Singhal, J. W. Martin (1968). *Acta Metallurgica,* **16**, p°1441-1451.
[39] A. F. Padilha, P. R. Rios (2002). *The Iron and Steel Institute of Japan,* **42**, 4, p°325-337.
[40] H. L. Yakel (1983). *Acta Crystallographica B,* **39**, 1, p°20-28.
[41] S. H. Algie, E. O. Hall (1966). *Acta Crystallographica,* **20**, p°142.
[42] G. Bergman, D. P. Shoemaker (1954). *Acta Crystallographica,* **7**, p°857-865.
[43] F. R. Beckitt (1969). *Journal of Iron and Steel Institute,* **207**, 5, p°632-638.
[44] M. Hansen, K. Anderko (1958). Livre: *Constitution of binary alloys, Metallurgy and Metallurgical Engineering Series*. (McGraw-Hill, New York).
[45] R. P. Elliott (1965). Livre: *Constitution of binary alloys, First Supplement*. (McGraw-Hill, New York).
[46] F. Shunk, M. Hansen, K. Anderko (1969). Livre: *Constitution of binary alloys, Second Supplement*. (McGraw-Hill, New York).
[47] P. Poyet, P. Guiraldenq, J. Hochmann (1972). *Mémoires Scientifiques de la Revue de Métallurgie,* **69**, 11, p°775-783.
[48] M. Pohl, O. Storz, T. Glogowski (2007). *Materials Characterization,* **58**, p°65-71.
[49] A. A. Guimaraes, P. R. Mei (2004). *Journal of Materials Processing Technology,* **155-156**, p°1681-1689.
[50] I. M. Wolff, K. Premachandra, M. B. Cortie (1992). *Materials Characterization,* **28**, p°139-148.
[51] S. Goyal, R. Sandhya, M. Valsan, K. B. S. Rao (2009). *International Journal of Fatigue,* **31**, 3, p°447-454.
[52] J. Brozda, J. Madej (2008). *Engineering Failure Analysis,* **15**, p°368-377.
[53] R. W. Swindeman (1992). "The potential of modified type 310 stainless steel for advanced fossil energy applications", ORNL/TM-12057, (Oak Ridge National Laboratory, Tennessee). URL : https://www.osti.gov/scitech/servlets/purl/5550445-27cQf5/
[54] J. M. Pardal, S. S. Carvalho, C. Barbosa, T. R. Montenegro, S. S. M. Tavares (2011). *Engineering Failure Analysis,* **18**, p°1435-1444.
[55] E. C. Bain, W. E. Griffiths (1927). *Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers*, vol. 75, p°166-211.

[56] J. C. M. Farrar, A. W. Marshall. (1999). *Conference : Stainless Steel World*, vol. 99, p°147-162.
[57] A. J. Strutt, K. S. Vecchio (1999). *Metallurgical and Materials Transactions A,* **30**, 2, p°355-362.
[58] M. Terada, D. M. Escriba, I. Costa, E. Materna-Morris, A. F. Padilha (2008). *Materials Characterization,* **59**, 6, p°663-668.
[59] L. R. Woodyatt, C. T. Sims, H. Beattie (1966). *Transactions of the Metallurgical Society of AIME,* **236**, 4, p°519-527.
[60] J. Barcik (1988). *Materials Science and Technology,* **4**, 1, p°5-15.
[61] J. M. Vitek, S. A. David (1986). *Welding Journal, **65**, 4,* p°106-114.
[62] A. V. Kington, F. W. Noble (1991). *Materials Science and Engineering A,* **138**, p°259-266.
[63] T. P. S. Gill, J. B. Gnanamoorthy (1982). *Journal of Materials Science,* **17**, 5, p°1513-1518.
[64] C. C. Tseng, Y. Shen, S. W. Thompson, M. C. Mataya, G. Krauss (1994). *Metallurgical and Materials Transactions A,* **25**, p°1147-1158.
[65] C. C. Hsieh, W. Wu (2012). *International Scholarly Research Notices,* ISRN Metallurgy ID 732471, **2012**, p°1-16.
[66] H. Sieurin, R. Sandström (2007). *Materials Science and Engineering A,* **444**, p°271-276.
[67] J. Barcik (1983). *Metallurgical Transactions A,* **14**, 4, p°635-641.
[68] M. Schwind, J. Kallqvist, J. O. Nilsson, J. Ågren, H. O. Andren (2000). *Acta Materialia,* **48**, p°2473-2481.
[69] P. Marshall (1984). Livre: *Austenitic stainless steels: microstructure and mechanical properties*. (Elsevier, London)
[70] C. C. Hsieh, D. Y. Lin, W. Wu (2007). *Materials Science and Engineering: A,* **467**, 1-2, p°181-189.
[71] R. J. Gray, V. K. Sikka, R. T. King (1978). *Journal of Materials,* **30**, 11, p°18-26.
[72] A. Y. Al-Kawaie, A. Kermad (2011). *Saudi Aramco Journal of Technology*, Spring 2011. URL : https://www.researchgate.net/publication/297795086_Evaluation_of_sigma_phase_embrittlement_of_a_stainless_steel_304H_fluid_catalyst_cracking_unit_regenerator_cyclone
[73] J. W. Elmer, T. A. Palmer, E. D. Specht (2007). *Materials Science and Engineering A,* **459**, p°151-155.
[74] M. H. Lewis, B. Hattersley (1965). *Acta Metallurgica,* **13**, p°1159-1168.
[75] W. E. White, I. L. May (1970). *Metallography,* **3**, p°51-60.
[76] F. R. Beckitt, B. R. Clark (1967). *Acta Metallurgica,* **15**, 1, p°113-129.
[77] H. L. Yakel (2013). *International Metals Reviews,* **30**, 1, p°17-44.
[78] H. U. Hong, B. S. Rho, S. W. Nam (2001). *Materials Science and Engineering A,* **318**, p°285-292.
[79] V. A. Biss, V. K. Sikka (1981). *Metallurgical Transactions A,* **12**, p°1360-1362.
[80] K. Kimura, T. Matsuo, M. Kikuchi, R. Tanaka (1986). *The Iron and Steel Institute of Japan,* **72**, 3, p°484-481.
[81] D. J. Li, Y. Gao, J. L. Tan, F. G. Wang, J. S. Zhang (1989). *Scripta metallurgica,* **23**, 8, p°1319-1321.
[82] American Iron and Steel Institute (2011). "High-Temperature Characteristics of Stainless Steels", *A Designers' handbook series*, n°9004.
[83] M. F. Ashby, H. J. Frost (1982). Livre: *Deformation-mechanism maps*. (Pergamon Press Oxford).

[84] H. J. Frost, M. F. Ashby (1977). Livre: *Deformation-mechanism maps for pure iron, two austenitic stainless steels, and a low-alloy ferritic steel*. Fundamental aspects of structural alloy design (Springer). p°27-65.
[85] W. Schluter, W. Rohde, J. Granacher (1982). "Comportement de la résistance mécanique des aciers aux températures élevées", (Direction générale Marché de l'information et innovation, Luxembourg). Rapport EUR 6912.
[86] U. W. Cho, W. N. Findley (1982). *Journal of Applied Mechanics,* **49**, 2, p°297-304.
[87] Y. Q. Wang, J. Hana, B. Yanga, X. T. Wang (2013). *Materials Characterization,* **84**, p°120-125.
[88] N. Ohno, M. Kawabata, J. Naganuma (1990). *International Journal of Plasticity,* **6**, 3, p°315-327.
[89] U. W. Cho, W. N. Findley (1981). *Journal of Applied Mechanics,* **48**, 4, p°785-790.
[90] C. H. Shek, D. J. Li, K. W. Wong, J. K. L. Lai (1999). *Materials Science and Engineering A,* **266**, 1, p°30-36.
[91] R. L. Plaut, C. Herrera, D. M. Escriba, P. R. Rios, A. F. Padilha (2007). *Materials Research,* **10**, 4, p°453-460.
[92] A. Abdul-Aziz (1993). *Nasa Contractor Report 190782.* (Lewis Research Center Group, Ohio).
[93] E. Poursaeidi, M. Salavatian (2009). *Engineering Failure Analysis,* **16**, 3, p°888-898.
[94] P. Dufrénoy, G. Bodovillé, G. Degallaix (2002). *European Structural Integrity Society,* **29**, p°167-176.
[95] D. J. Kim, Y. M. Lee, J. S. Park, C. S. Seok (2008). *Materials Science and Engineering A,* **483**, p°456-459.
[96] O. Ancelet, S. Chapuliot, G. Henaff (2008). *International Journal of Fatigue,* **30**, 6, p°953-966.
[97] M. Hayashi, K. Enomoto, T. Saito, T. Miyagawa (1998). *Nuclear Engineering and Design,* **184**, 1, p°113-122.
[98] E. Yoshihisa, S. Ganesh Sundara Raman (2000). *Science and Technology of Welding and Joining,* **5**, 3, p°174-182.
[99] Y. Takahashi, H. Shibamoto, K. Inoue (2008). *Nuclear Engineering and Design,* **238**, 2, p°368-379.
[100] A. Constantinescu, E. Charkaluk, G. Lederer, L. Verger (2004). *International Journal of fatigue,* **26**, 8, p°805-818.
[101] K. G. F. Janssens, M. Niffenegger, K. Reichlin (2009). *Nuclear Engineering and Design,* **239**, 1, p°36-44.
[102] K. Kikuchi, K. Ue, Y. Kudo, M. Saito (2000). *Fusion Engineering and Design,* **49-50**, p°229-234.
[103] T. Tokiyoshi, F. Kawashima, T. Igari, H. Kino (2001). *International Journal of Pressure Vessels and Piping,* **78**, 11, p°837-845.
[104] J. Chêne (2009). *Conférence : PlastOx 2007*, p°131-145. (EDP Sciences, France).
[105] A. M. Brass, J. Chêne (1998). *Materials Science and Engineering A,* **242**, p°210-221.
[106] S. A. Danilkin, H. Fuess, H. Wipf, A. Ivanov, V. G. Gavriljuk, D. Delafosse, T. Magnin (2003). *Europhysics Letters,* **63**, 1, p°69-75.
[107] J. Chêne, A. M. Brass (1990). *Corrosion sous contrainte-Phénoménologie et mécanismes*, p°159-210. (Les Editions de Physique, France).
[108] J. Völkl, G. Alefeld (1978). Livre: *Hydrogen in Metals I: Basic Properties*. Chap. Diffusion of hydrogen in metals. (Springer, Berlin). p°321-348.
[109] H. K. Birnbaum, P. Sofronis (1994). *Materials Science and Engineering A,* **176**, p°191-202.
[110] T. Magnin, A. Chambreuil, B. Bayle (1996). *Acta Materialia,* **44**, 4, p°1457-1470.

[111] P. Rozenak, I. M. Robertson, H. K. Birnbaum (1990). *Acta Metallurgica et Materialia,* **38**, 11, p°2031-2040.
[112] C. D. Beachem (1972). *Metallurgical Transactions,* **3**, 2, p°441-455.
[113] P. J. Ferreira, I. M. Robertson, H. K. Birnbaum (1998). *Acta Materialia,* **46**, 5, p°1749-1757.
[114] D. P. Abraham, C. J. Altstetter (1995). *Metallurgical and Materials Transactions A,* **26**, p°2859-2871.
[115] W. A. McInteer, A. W. Thompson, I. M. Bernstein (1980). *Acta Metallurgica,* **28**, 7, p°887-894.
[116] W. S. Walston, I. M. Bernstein, A. W. Thompson (1992). *Metallurgical Transactions A,* **23**, 4, p°1313-1322.
[117] A. H. Windle, G. C. Smith (1968). *Metal Science Journal,* **2**, 1, p°187-191.
[118] D. Delafosse, X. Feaugas, I. Aubert, N. Saintier, J. M. Olive. (2009). *Conférence : The 2008 International Hydrogen Conference,* p°78-87.
[119] Y. Yagodzinskyy, O. Tarasenko, H. Hanninen. (2002). *Conférence : International Conference on Hydrogen Effects on Materials Behavior and Corrosion Deformation Interactions*, p°201-210.
[120] E. J. Chun, H. Baba, K. Nishimoto, K. Saida (2013). *Materials Characterization,* **86**, p°152-166.
[121] M. Avrami (1941). *The Journal of chemical physics,* **9**, 2, p°177-184.
[122] M. Avrami (1939). *The Journal of Chemical Physics,* **7**, 12, p°1103-1112.
[123] M. Avrami (1940). *The Journal of Chemical Physics,* **8**, 2, p°212-224.
[124] M. Fanfoni, M. Tomellini (1998). *Il nuovo cimento,* **20 D**, 7-8, p°1171-1182.
[125] B. F. O. Costa, J. Cieslak, S. M. Dubiel (2013). *Materials Chemistry and Physics,* **143**, p°19-25.
[126] J. Cieslak, B. F. O. Costa, S. M. Dubiel, D. Fruchart, N. E. Skryabina (2009). *Journal of Alloys and Compounds,* **467**, p°182-186.
[127] R. W. Cahn (1970). Livre: *Physical Metallurgy*. (North-Holland Publishing Company, Amsterdam). p°926.
[128] F. S. Ham (1959). *Journal of Applied Physics,* **30**, 6, p°915-926.
[129] N. X. Sun, X. D. Liu, K. Lu (1996). *Scripta Materialia,* **34**, 8, p°1201-1207.
[130] D. François, A. Pineau, A. Zaoui (2009). Livre: *Comportement mécanique des matériaux: Elasticité et plasticité*. (Lavoisier, Paris).
[131] J. Lemaitre, J. L. Chaboche (1975). Livre: *A non-linear model of creep-fatigue damage cumulation and interaction (for hot metallic structures)*. J. Hult, Ed., Mechanics of visco-elastic media and bodies (Sweden). p°1975.
[132] J. L. Chaboche (2008). *International Journal of Plasticity,* **24**, 1642-1693.
[133] D. François, A. Pineau, A. Zaoui (2009). Livre: *Comportement mécanique des matériaux: Viscoplasticité, endommagement, mécanique de la rupture et mécanique du contact*. (Lavoisier, Paris).
[134] F. Saint-Antonin (1997). "Essais de relaxation isothermes", *Techniques de l'ingénieur*, M141.
[135] J. Lemaitre, J. L. Chaboche, A. Benallal, R. Desmorat (2009). Livre: *Mécanique des matériaux solides-3eme édition*. (Dunod, Paris).
[136] L. Shi, D. O. Northwood (1993). *Acta Metallurgica et Materialia,* **41**, p°3393-3400.
[137] F. Garofalo (1965). Livre: *Fundamentals of creep and creep-rupture in metals*. (Macmillan).

Chapitre 2 : Matériaux et méthodes expérimentales

I. Matériaux d'étude

Le matériau faisant l'objet de cette étude est un acier inoxydable austénitique 310S. Cet acier est employé en milieu industriel dans le cadre de l'atelier de traitement thermique de Safran Landing Systems. Dans cette application, l'acier 310S est utilisé comme constituant de supports mécano-soudés de grandes dimensions. En effet, des composants des trains d'atterrissage subissent un traitement thermique de mise en solution à 870°C. Ces pièces massives pesant jusqu'à 500kg subissent des déformations pendant cette étape. Une solution vise à suspendre les composants plutôt que de les poser afin de limiter ces déformations.

Les supports étudiés sont conçus de manière spécifique pour supporter plusieurs pièces massives, ce qui justifie des dimensions imposantes. Ils pèsent près d'une tonne et demi et mesurent trois mètres de haut. L'assemblage mécanosoudé est constitué de tôles laminées d'épaisseur variable (10 mm, 20 mm, 50 mm) en acier inoxydable 310S et d'un tube en acier GX40NiCrSiNb35-26 obtenu par centrifugation.

I.1. Elaboration et mise en forme

L'acier 310S étudié est affiné par AOD (Argon Oxygen Decarburization) après fusion des éléments dans un four à arc électrique. Dans ce procédé d'affinage, l'oxygène est insufflé avec un gaz neutre de dilution sous pression réduite afin d'oxyder le carbone [1]. Cette phase de décarburation permet d'atteindre la faible teneur en carbone visée. Dans l'acier 310S, celle-ci doit en effet être inférieure à 0,06%. S'en suit une phase de réduction du métal en fusion.

La finition de surface de cet acier inoxydable est à l'état 1D d'après les données du fournisseur [2, 3]. Ceci indique, d'après la norme EN 10088-2, qu'une fois la coulée achevée, les tôles sont laminées à chaud jusqu'à atteindre l'épaisseur souhaitée. Celles-ci sont ensuite hypertrempées puis décapées chimiquement ce qui confère à la surface un aspect mat et légèrement rugueux. Cependant, nous n'avons pas d'informations spécifiques sur le décapage réalisé.

Les tôles assemblées pour la conception des supports étudiés présentent différentes épaisseurs obtenues par laminage à chaud. Ces tôles de matière brute sont issues de lots matières identifiés dont la composition, certifiée par le fournisseur, est donnée dans le Tableau II-1. L'ensemble des échantillons de matière à l'état de réception est étudié tel quel ou utilisé pour la réalisation de traitements thermiques.

Lot	C	Cr	Ni	Mn	Si	N	P	S	Co	Fe
P10-B	0,05	25,876	19,540	1,450	0,561	-	0,026	0,001	-	Bal.
P20-B	0,041	24,755	19,134	1,379	0,477	0,024	0,023	0,001	0,169	Bal.
P50-B	0,059	24,712	19,246	1,502	0,490	0,023	0,027	0,001	-	Bal.

Tableau II-1 : Composition (wt%) des 3 lots de matière brute fournis pour l'étude

La composition de ces différentes tôles est comparable. Ces compositions sont par ailleurs vérifiées par des mesures réalisées à l'aide d'une microsonde de Castaing. Les supports étudiés étant considérés comme des consommables, l'approvisionnement de la matière n'est donc pas suivi. La composition des tôles d'un support à l'autre présente donc une variabilité due à la variabilité de composition des coulées utilisées. Une étude plus approfondie de la composition exacte des lots de matière étudiés n'a pas été jugée nécessaire.

I.2. Présentation des matériaux de l'étude

Les échantillons de matière étudiés à l'état de réception sont nommés P10-*B*, P20-*B* et P50-*B*, correspondant respectivement aux lots de tôles d'épaisseur 10 mm, 20 mm et 50 mm.

Par ailleurs, deux lots de matière dits « vieillis » ont été extraits d'un support en fin de vie afin de mener une expertise. Des échantillons de tôles de 10 mm ayant subi 159 cycles, et des échantillons de tôles de 20 ayant subi 257 cycles dans les conditions de service sont ainsi étudiés. Ces lots de matière sont nommés respectivement P10-*Support*-159cyc et P20-*Support*-257cyc. La traçabilité de ces échantillons vieillis n'est pas possible, la composition exacte n'est donc pas connue. Cependant, les deux lots étant approvisionnés par le même fournisseur, une faible variabilité de la composition est attendue entre les lots de matière brute et vieillie. La nomenclature utilisée pour l'identification des échantillons est reportée dans le Tableau II-2. Cette étude se concentre sur les tôles de 20 mm d'épaisseur qui sont majoritairement utilisés.

MATIERE BRUTE		
P10-*B*	Plat de 10 mm	
P20-*B*	Plat de 20 mm	
P50-*B*	Plat de 50 mm	
EXERTISE SUR SUPPORTS (Safran Landing Systems)		
Echantillons	Durées de vieillissement à 870°C	
	Nb de cycles (2h10)	En heures
P10-*Support*-159cyc	159	344h30
P20-*Support*-257cyc	257	556h50

Tableau II-2 : Nomenclature utilisée pour la dénomination des lots de matière utilisés pour l'étude métallurgique

I.3. Traitements thermiques réalisés

Afin d'étudier le vieillissement de l'acier 310S à 870°C, différents traitements thermiques sont conduits sur le P20-*B*. Plusieurs séries de traitements thermiques visent à étudier l'effet de l'atmosphère, du cyclage thermique et des contraintes sur les cinétiques de vieillissement. Pour cela, des échantillons sont donc découpés puis traités. Des traitements thermiques isothermes et cycliques, avec et sans contraintes, sont menés à 870°C au CIRIMAT. D'autres échantillons subissent des traitements thermiques en conditions industrielles, dans l'atelier de Safran Landing Systems. La comparaison des microstructures obtenues pour ces différents vieillissements permet d'étudier l'effet du cyclage thermique et de l'atmosphère sur le vieillissement de l'alliage. Des traitements d'hypertrempe sont également réalisés afin de valider l'état du matériau annoncé par le fournisseur. L'ensemble des traitements thermiques réalisés, ainsi que la nomenclature mise en place pour identifier les échantillons traités, sont détaillés ci-dessous.

I.3.1. Vieillissements isothermes

Les vieillissements réalisés au CIRIMAT, sans contraintes mécaniques, sont menés dans un four Carbolite CWF 1300°C. Des échantillons de 20x15x10 mm sont préalablement découpés puis nettoyés aux ultrasons dans de l'éthanol. Pour les vieillissements isothermes, les échantillons bruts de découpe sont placés dans le four avant la chauffe. La chauffe jusqu'à la température cible de 870°C est constituée d'une rampe à 17°C.min^{-1}. Ces traitements sont achevés par une trempe à l'eau.

L'ensemble des traitements isothermes réalisés ainsi que la dénomination des échantillons obtenus sont détaillés dans le Tableau II-3.

VIEILLISSEMENTS ISOTHERMES (CIRIMAT)		
Echantillons	Durées de vieillissement à 870°C	
	En jours	En heures
P20-V_I-1J	1	24
P20-V_I-2J	2	48
P20-V_I-5J	5	120
P20-V_I-9J	9	216
P20-V_I-15J	15	360
P20-V_I-20J	20	480
P20-V_I-30J	30	720
P20-V_I-40J	40	960
P20-V_I-60J	60	1440
P20-V_I-80J	80	1920
P20-V_I-20J*	20	480
P20-V_I-60J*	60	1440

Tableau II-3 : Traitements thermiques isothermes réalisés au CIRIMAT et dénomination utilisée pour les échantillons

Les échantillons utilisés pour les études métallographiques étant découpés et préparés après les traitements thermiques, aucune attention particulière n'a été portée à l'état de surface des échantillons avant traitement. En revanche, certains échantillons spécifiques à l'étude de l'oxydation à haute température ont été préalablement polis au papier SiC P1200 (grains de 15 µm). L'état de surface obtenu permet de mesurer la cinétique d'oxydation par mesure de la prise de masse. Ces échantillons sont signalés par un astérisque : P20-V_l-20J* et P20-V_l-60J*. La mesure de la prise de masse est effectuée par une triple pesée avant et après traitement thermique. Cette pesée est effectuée à l'aide d'une balance Sartorius Genius dont la précision est de 10 µg.

I.3.2. Vieillissements cycliques

Les vieillissements anisothermes sont constitués de cycles successifs de 2h à 870°C. Ces traitements sont également réalisés sous air dans un four Carbolite CWF 1300°C. Pour cela, le four reste stabilisé à une température constante de 870°C. Les échantillons de dimension 20x15x10 mm sont introduits rapidement (<10s), ce qui permet de minimiser le refroidissement du four lors de l'ouverture (< 40°C, récupérés en moins de 2 minutes) et de maximiser la vitesse de montée en température des échantillons.

La vitesse de montée en température d'un échantillon lors de sa mise en place dans le four chaud a été mesurée en peau sur un échantillon témoin de dimensions similaires. Les résultats sont représentés sur la Figure II-1-A. La température cible est atteinte après seulement 7 minutes dans le four.

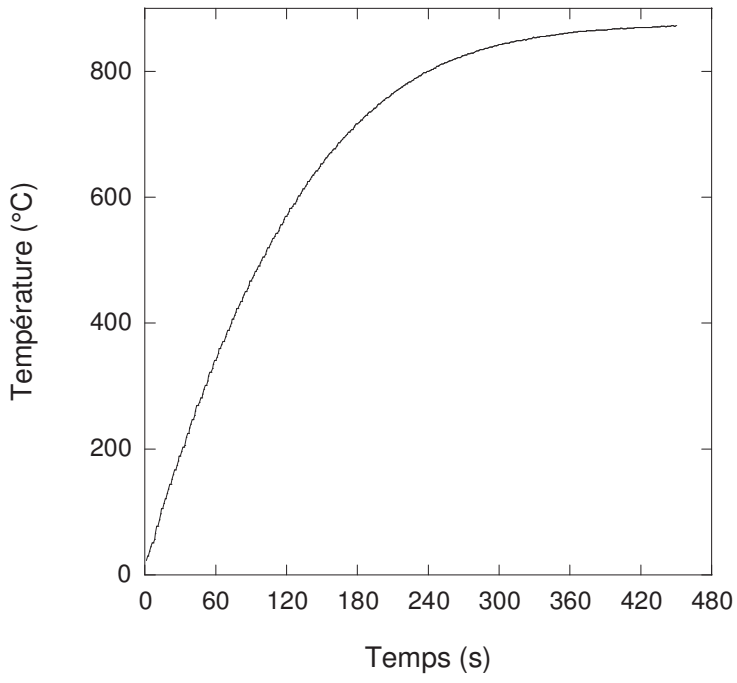


Figure II-1: Mesure de la vitesse de montée en température en peau des échantillons au cours des traitements anisothermes

Les coupons subissent alors un maintien de 2 h. Le cycle est ensuite achevé par une trempe. Les conditions de trempe employées en industrie n'étant pas reproductibles au laboratoire, les

coupons traités au CIRIMAT subissent des trempes à l'eau. Ils sont ensuite séchés puis remis dans le four pour un nouveau cycle. L'ensemble des traitements cycliques réalisés au CIRIMAT ainsi que la dénomination des échantillons obtenus sont détaillés dans le Tableau II-4.

VIEILLISSEMENTS CYCLIQUES (CIRIMAT)		
Echantillons	Durées de vieillissement à 870°C	
	Nb de cycles (2h)	En heures
P20-V_C-3cyc	3	6
P20-V_C-7cyc	7	14
P20-V_C-10cyc	10	20
P20-V_C-13cyc	13	26
P20-V_C-20cyc	20	40
P20-V_C-26cyc	26	52
P20-V_C-30cyc	30	60
P20-V_C-36cyc	36	72
P20-V_C-39cyc	39	78
P20-V_C-43cyc	43	86
P20-V_C-67cyc	67	134
P20-V_C-77cyc	77	154
P20-V_C-87cyc	87	174
P20-V_C-106cyc	106	212

Tableau II-4 : Traitements thermiques cycliques réalisés au CIRIMAT et dénomination des échantillons utilisée

I.3.3. Vieillissements in situ

Afin d'étudier le vieillissement de l'alliage dans ses conditions d'utilisation lors des traitements thermiques en production par Safran Landing Systems, des échantillons sont traités *in situ*. Pour cela des coupons de dimensions 20x30x40 mm sont découpés et placés dans un panier qui subit les mêmes traitements que les pièces de production et les supports de cette étude.

Avant le lancement d'un cycle de traitement thermique, le four est maintenu à une température de entre 650°C et 750°C. Le support et les composants à traiter sont ensuite introduits dans le four. La température diminue et atteint 600°C suite à cette ouverture. Le cycle de traitement thermique débute alors. La consigne ainsi que les températures minimales et maximales mesurées dans le four de traitement au cours de la chauffe sont représentées en Figure II-2. Les températures minimales et maximales indiquées sur cette figure correspondent aux températures extrêmes relevées au cours d'un cycle par des thermocouples placés à l'intérieur du four.

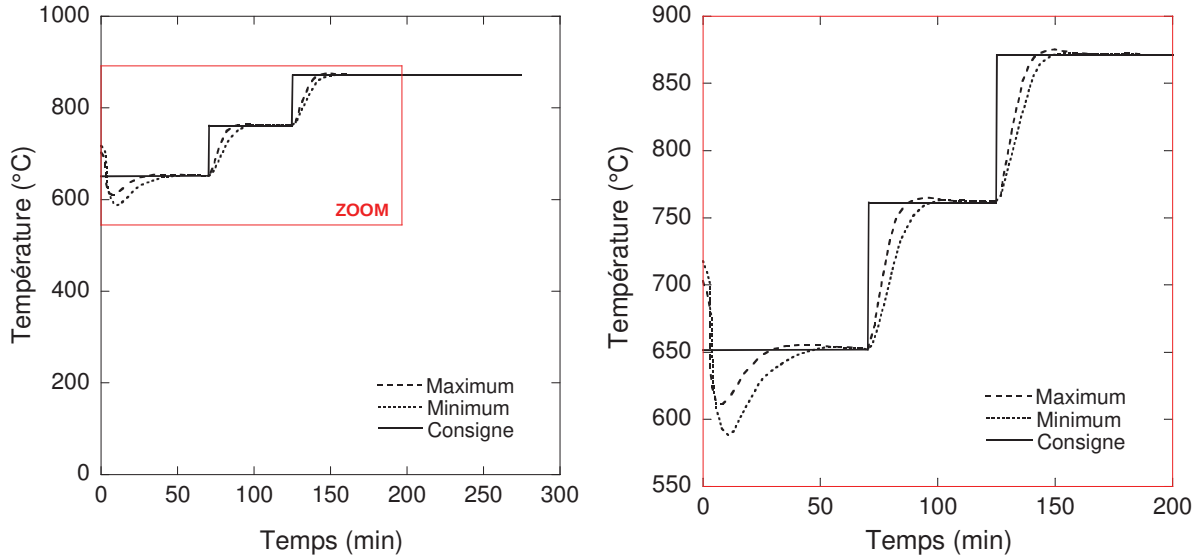


Figure II-2 : Consigne et températures minimale et maximale mesurées dans le four de traitement de traitement thermique de Safran Landing Systems au cours de la chauffe

La chauffe est constituée d'une rampe $dT/dt = 5$ à $8\ °C.s^{-1}$ jusqu'à 870°C, interrompue par deux paliers d'une demi-heure de maintien à des températures intermédiaires de 650°C et 760°C permettant une homogénéisation. La température est ensuite maintenue constante à 870°C pendant une durée de 2h10m. Le cycle de traitement est achevé par une trempe à l'huile. Des échantillons traités dans ces conditions subissent de 1 à 50 cycles. Ces traitements thermiques ainsi que la dénomination des échantillons obtenus sont détaillés dans le Tableau II-5.

VIEILLISSEMENTS IN SITU (Safran Landing Systems)		
Echantillons	Durées de vieillissement à 870°C	
	Nb de cycles (2h10)	En heures
P20-*In_Situ*-1cyc	1	2h10
P20-*In_situ*-2cyc	2	4h20
P20-*In_situ*-5cyc	5	10h50
P20-*In_situ*-10cyc	10	21h40
P20-*In_situ*-20cyc	20	43h20
P20-*In_situ*-50cyc	50	108h20

Tableau II-5 : Traitements thermiques cycliques réalisés in situ dans les fours de traitements thermique de Safran Landing Systems et dénomination des échantillons traités

I.3.4. Vieillissement sous contraintes

Le vieillissement métallurgique sous contraintes a également été étudié. Pour cela, le vieillissement d'éprouvettes de fluage après des essais de plusieurs jours à température constante est observé. Le niveau de contrainte considéré correspond à la gamme des contraintes subies par les composants étudiés. Les traitements thermiques sous contraintes réalisés au

CIRIMAT ainsi que la dénomination des échantillons obtenus sont détaillés dans le Tableau II-6.

VIEILLISSEMENTS SOUS CONTRAINTE (CIRIMAT)		
Echantillons	Durée à 870°C (min)	Contrainte (MPa)
P20-*7,8MPa*-60h	60	7,8
P20-*7,8MPa*-720h	720	7,8

Tableau II-6 : Traitements thermiques sous contraintes réalisés au CIRIMAT sur des éprouvettes de fluage et dénomination des échantillons traités

I.3.5. Traitements d'hypertrempe

L'ensemble des vieillissements est mené à 870°C. Cependant, des traitements d'hypertrempe sont réalisés pour deux températures : 1050°C et 1100°C. En effet, le fournisseur de matière annonce avoir réalisé un traitement d'hypertrempe entre 1050°C et 1100°C. Ces traitements sont donc reproduits au laboratoire afin de voir si la microstructure évolue sur les échantillons P20-*B*.

Pour cela, les échantillons sont introduits dans le four qui est stabilisé à la température de traitement choisie. Une fois le temps de maintien fixé à 15 min écoulé, les échantillons subissent une trempe à l'eau. Afin de garantir une homogénéité de la température et une vitesse de chauffe rapide, ces échantillons sont plus fins que ceux utilisés pour les observations métallographiques. Les deux échantillons traités présentent des dimensions de 10x15x5 mm. Les traitements réalisés, et la dénomination des échantillons employée dans ce manuscrit, sont présentés dans le Tableau II-7.

HYPERTREMPES (CIRIMAT)		
Echantillons	Durée (min)	Température
P20-*H*-1050°C	15	1050°C
P20-*H*-1100°C	15	1100°C

Tableau II-7 : Traitements thermiques d'hypertrempe réalisés au CIRIMAT et dénomination des échantillons traités

I.4. Préparation des échantillons et des surfaces

Les plats étudiés sont repérés selon le repère orthogonal $(\vec{L}, \overrightarrow{t_L}, \overrightarrow{t_C})$ représenté en Figure II-3, où $\vec{L}$ correspond à la direction du laminage et $\overrightarrow{t_C}$ la direction perpendiculaire aux surfaces des plats (i.e. l'épaisseur). Les études métallographiques sont toutes précédées d'une découpe et d'une préparation des surfaces caractérisées. Comme illustré par la Figure II-3, une anisotropie du matériau est observée et elle sera détaillée dans le chapitre III.

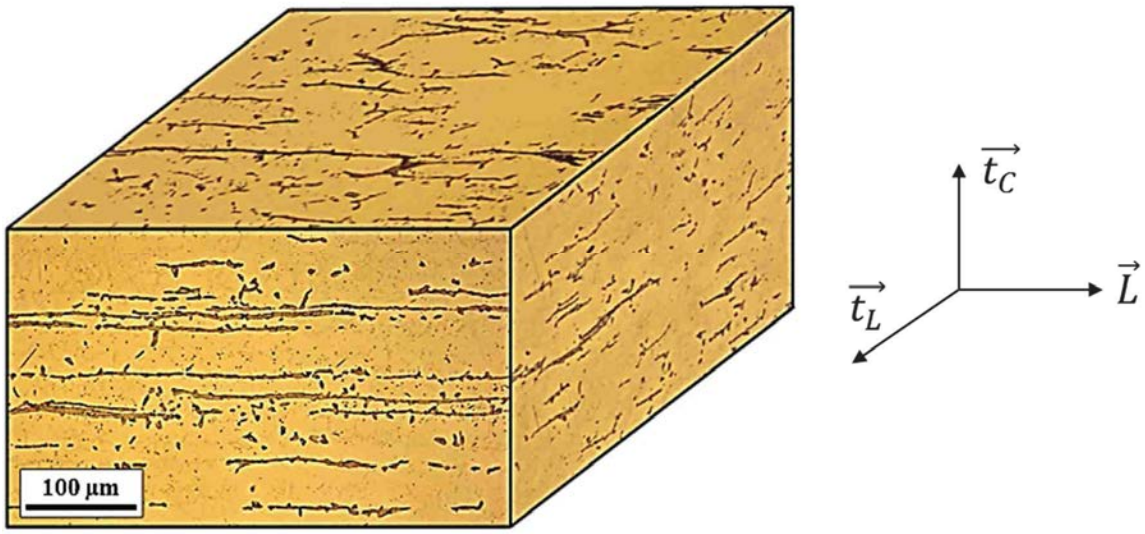


Figure II-3 : Observations en microscopie optique (MO) du matériau, repérage des axes

Les échantillons utilisés pour l'étude métallurgique de l'alliage sont découpés à l'aide d'une Micro-tronçonneuse Secotom 50 de Struers. Les préparations de surface peuvent être variables selon les analyses. La gamme complète de polissage utilisée est composée :

- d'un polissage grossier réalisé sur des papiers SiC de granulométrie décroissante : 80, 180, 320, 600, 1000, 1200, 2400, 4000 ;
- d'un polissage avec suspension diamantée, avec une taille de grain de 1 µm ;
- d'un polissage à l'alumine Al_2O_3 ;
- d'un polissage final aux oxydes actives OP-S combinant une attaque chimique et une abrasion fine

Selon l'application visée, cette gamme de polissage est partiellement réalisée, comme détaillé dans le tableau ci-dessous. Concernant les observations (MO et MEB), l'OP-S peut être utilisée de manière occasionnelle, afin de créer un léger contraste entre la matrice et les précipités sans l'utilisation d'autres attaques chimiques.

	SiC 80 - 2400	1 µm	Al_2O_3	OP-S
MO	X	X	X	(X)
MEB	X	X	X	(X)
Dureté	X			
DRX	X			
DRX – Contraintes résiduelles	X	X	X	X
Synchrotron	X			
Microsonde	X	X	X	
EBSD	X	X	X	

Tableau II-8 : Gammes de polissage utilisées selon les caractérisations effectuées

L'étude de l'oxydation du matériau nécessite de prendre des précautions particulières. Afin d'observer la couche d'oxyde formée, sans qu'elle ne soit détériorée par le polissage mécanique, les surfaces oxydées sont protégées par un électro-dépôt de cuivre. Pour cela, la surface oxydée est nettoyée puis métallisée par un dépôt d'une très fine couche d'argent (3 minutes par face au métalliseur). Un dépôt cathodique est ensuite réalisé dans un bain de cuivrage composé de :

- 1L de H_2O
- 50g de H_2SO_4
- 200g de $CuSO_4$

Pendant le dépôt (30 min), le bain est maintenu sous agitation et une densité de courant constante de 0,02A est délivrée. Un enrobage de l'échantillon ainsi préparé permet une protection de la couche d'oxyde. La surface d'intérêt, perpendiculaire à la surface oxydée de l'échantillon, est ensuite préparée de manière classique jusqu'au polissage final.

II. Méthodes de caractérisation

II.1. Caractérisations en microscopie optique

II.1.1. Matériel

L'ensemble des microscopies optiques présentées dans cette étude a été réalisé sur un microscope inversé Nikon Eclipse MA200 équipé d'une caméra Nikon DS-Fi2. Certains réglages particuliers tels que l'utilisation du diaphragme d'ouverture, du diaphragme de champs et du mode champ sombre ont pu être utilisés et seront précisés au fil de ce manuscrit, le cas échéant. L'acquisition des images est réalisée à l'aide du logiciel d'imagerie NIS-Elements ®.

II.1.2. Attaques métallographiques

L'étude du vieillissement et des paramètres influant ce vieillissement a nécessité de nombreuses observations métallographiques. Ces observations ont permis d'appréhender et de quantifier les facteurs inhérents au vieillissement tels que l'évolution des phases présentes.

Après une étude bibliographique et différents tests, certaines attaques chimiques ont été sélectionnées. Les attaques chimiques par immersion et par voie électrolytique retenues permettent de révéler les paramètres métallurgiques de l'acier 310S. Les différentes attaques employées dans le cadre de cette étude sont détaillées et illustrées dans le Tableau II-9. Ces attaques sont réalisées après une préparation de la surface allant jusqu'à un polissage final à l'alumine. Les métallographies obtenues à l'aide de ces attaques permettent de mesurer les tailles de grains, les fractions volumiques de phases ainsi que l'évolution de leur morphologie grâce à l'analyse d'images.

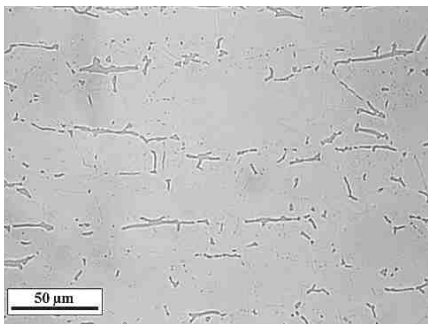
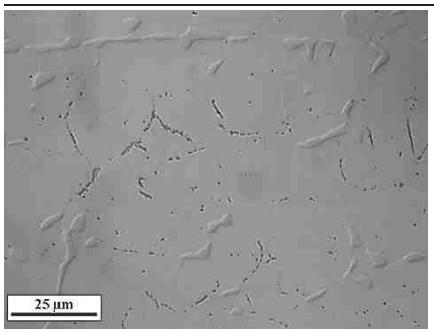
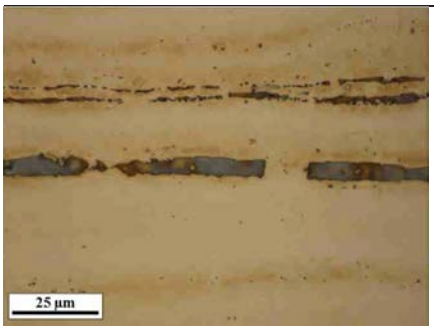
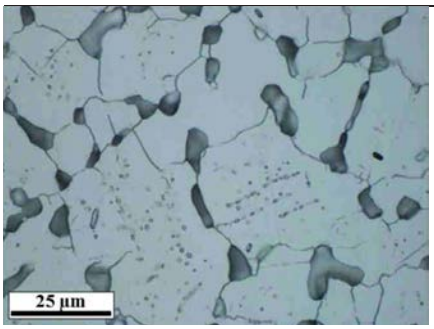
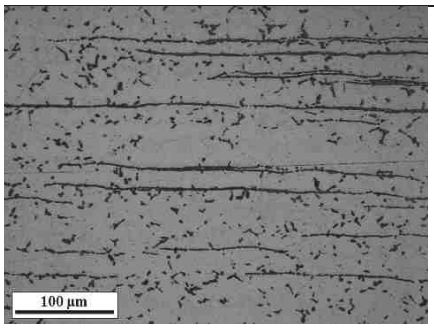
	OP-S Suspension à la silice colloïdale, taille de particules de 0,04 µm et pH : 9-10 Utilisé pendant le polissage final, permet d'obtenir un très bon état de surface. Permet l'observation d'un faible contraste entre matrice et précipités, lié à une légère différence de niveau
	OP-S + Murakami [4] Attaque par immersion, 30 secondes 100 mL H_2O, 10 g NaOH, 10 g $K_3Fe(CN)_6$ Révèle les carbures. Différentes réactions sont observées suivant la nature et la composition des carbures. Coloration brune des carbures $M_{23}C_6$ dans le 310S
	NaOH Attaque électrolytique 6V, 30 secondes Attaque à la fois la phase σ et la ferrite δ
	Acide oxalique $C_2H_2O_4$ Attaque électrolytique 4V, 30 secondes Révèle les précipités, les carbures et les joints de grains. Dissolution importante et irrégulière de la matrice autour des précipités empêchant son utilisation pour une analyse quantitative des fractions de phases
	HCl [5, 6] + Kalling [7] Décapage à l'acide chlorhydrique 5 secondes Puis attaque Kalling par immersion, 5 secondes Erosion cathodique superficielle entraînant la dissolution de la phase σ mais pas celle la ferrite δ ou des carbures

Tableau II-9 : Informations et illustrations des attaques métallographiques utilisées sur des échantillons après un polissage final à l'alumine

II.2. Caractérisations en microscopie électronique

Une grande partie des moyens de caractérisation par microscopie électronique utilisés est localisée au Centre de MicroCaractérisation Raimond Castaing (UMS 3623). Les caractérisations sont menées par le personnel qualifié de l'UMS. Seules les observations et les mesures EDS réalisées sur un Microscope Electronique à Balayage LEO-435-VP sont menées au CIRIMAT.

II.2.1. Microscopie électronique à balayage (MEB)

L'imagerie par microscopie électronique à balayage n'est que peu utilisée dans cette étude. En effet, la différence entre le poids électronique moyen des deux phases principales (matrice γ et phase σ) et la dimension des précipités ne rendent pas cet outil d'observation pertinent dans notre cas. Néanmoins, deux MEB sont utilisés dans cette étude.

Un microscope électronique à balayage à émission de champ (FEG) de modèle *JEOL 7800F Prime* est utilisé pour observer la répartition et la taille des carbures. Les observations sont, dans ce cas, réalisées grâce à Mr Yannick Thebault. Les images sont acquises avec un détecteur d'électrons rétrodiffusés pour une tension d'accélération de 10 kV, une faible distance de travail (4 à 6 mm), et un courant de sonde compris 1 et 1,5 nA.

Des analyses par spectrométrie à dispersion d'énergie X (EDX détecteur IMIX) sont quant à elles conduites sur un MEB LEO-435-VP afin de mesurer sur des sections transverses des profils de compositions chimiques, notamment sous la couche d'oxyde qui se forme lors du vieillissement sous air. Pour cela, la distance de travail est fixée à 15 mm, une tension d'accélération à 15 kV et un courant de sonde de 1 nA.

II.2.2. Microsonde de Castaing

Afin de mettre en relief l'évolution des propriétés mécaniques au cours du vieillissement, la composition chimique de l'alliage à l'état brut et vieilli est étudiée à l'aide d'une Microsonde Electronique CAMECA SXFive. Les mesures sont alors réalisées par Mme Sophie Gouy et Mr Philippe De Parceval de l'UMS Castaing.

Cette microsonde de Castaing est équipée de 5 spectromètres WDS permettant l'analyse quantitative d'autant d'éléments chimiques. Des cartographies et des profils linéaires permettent de voir la répartition de ces éléments chimiques entre les différentes phases en présence. Les pointés consécutifs sont espacés de 2 µm afin de ne pas affecter les mesures en cours par les mesures précédentes. Ces 2 µm étant du même ordre de grandeur que les dimensions caractéristiques des précipités observés, les profils linéaires ont été réalisés en diagonale afin d'avoir une mesure environ tous les 1 µm de profondeur.

Des analyses ont été menées sur des échantillons P20-*B* et P20-*In_situ*-257cyc. Les taux de fer, chrome, nickel, silicium et manganèse ont été mesurés en chaque point d'acquisition pour une tension d'accélération de 15 kV et un courant de sonde de 20 nA.

II.2.3. Microscopie électronique en transmission (MET)

La microscopie en transmission est utilisée dans un premier temps pour caractériser la cristallographie des phases présentes dans la matière brute et dans la matière vieillie. Les observations et mesures sont réalisées sur un MET JEOL JSM 2100F. La préparation des échantillons et les observations sont réalisées par Mme Marie-Christine Lafont. La méthode de préparation des échantillons est manuelle, avec la découpe et le polissage d'un coupon circulaire de 100 µm d'épaisseur et de 3 mm de diamètre aux faces parallèles, suivis d'un amincissement par voie électrolytique permettant de rendre une partie de l'échantillon transparente aux électrons. Cet amincissement électrolytique est réalisé sur des échantillons circulaires de diamètre 3 mm et d'épaisseur inférieure à 100 µm à l'aide d'un TenuPol-5 de la marque Struers contenant un électrolyte. L'électrolyte utilisé est composé de méthanol (90 cm^3), d'acide perchlorique (100 cm^3) et de butyl cellosolve (200 cm^3). L'électrolyte est refroidi à l'azote avant de réaliser l'attaque, qui est menée avec les paramètres suivants :

- Tension : U=22V ;
- Flux : 8 ;
- T = - 0,4°C ;
- Sensibilité : 120.

La chimie à l'interface entre un précipité σ et la matrice est étudiée à l'aide d'un MET JEOL JEM-ARM200F Cold FEG corrigé sonde. Les mesures sont réalisées par Mr Lucien Datas. Cet appareil est couplé à un spectromètre EDX CENTURIO-X et à un spectromètre en perte d'énergie (EELS) GATAN GIF QUANTUM ER (résolution 0.1eV) qui permettent de déterminer les profils chimiques liés à la croissance des précipités avec une grande précision. La lame MET utilisée pour ces observations est préalablement prélevée dans une zone d'intérêt par des découpes FIB (Figure II-4-B). Ces découpes ont été réalisées par Mme Claudie Josse à l'aide d'un MEB/FIB FEI HELIOS 600i. La lame mince obtenue est illustrée en Figure II-4-A.

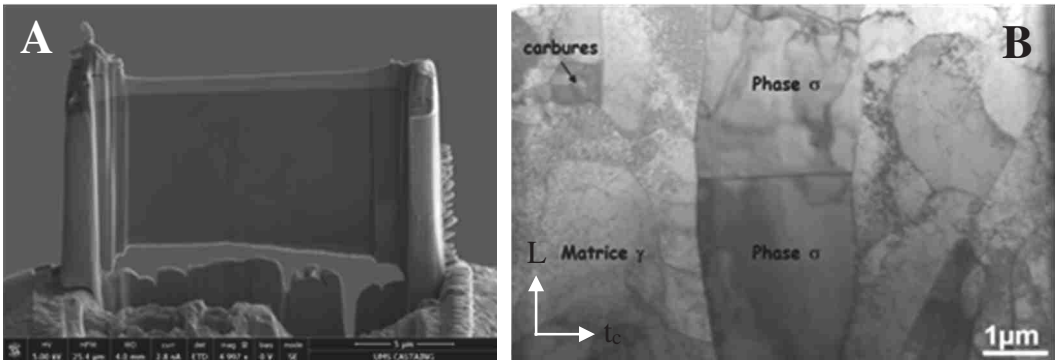


Figure II-4 : Observation [A] MEB et [B] MET de la lame MET découpée au FIB dans le plan (L,t_c) sur un ruban de phase σ

II.3. Diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD)

L'identification de phases et l'analyse cristallographique est complétée par des analyses EBSD. Celles-ci sont réalisées par Mme Claudie Josse à l'aide d'un MEB à émission de champ de modèle JEOL JSM 7100F TTLS LV équipé d'un Détecteur EDS SDD X-Max 80 mm2 Oxford

Instruments AZtecEnergy et d'un détecteur EBSD AZtec HKL Advanced Nordlys Nano équipé de 4 détecteurs FSD. Les données relatives à l'orientation cristallographique des grains sont traitées à l'aide du logiciel Oxford Channel 5. Les mesures sont réalisées pour une tension d'accélération de 20 kV et une inclinaison de la surface de l'échantillon de 70°. Pour ces paramètres, la résolution spatiale est inférieure à 1 nm.

Les images présentées dans cette étude sont acquises avec un pas de 0,5 µm dans le plan (L,t_c). La préparation des échantillons est réalisée par un polissage en automatique à faible pression (10N) afin de minimiser l'écrouissage de la surface. Suite à cette préparation minutieuse, le recours à un polissage vibratoire n'est pas nécessaire dans le cas du 310S : le taux d'indexation des phases est supérieur à 97%. Les cartographies de figures de pôle inverse (IPF) représentent la distribution des orientations des cristaux normales à une direction définie (X0-Y0-Z0).

Des observations sont réalisées sur des échantillons bruts (P20-*B*) ainsi que sur des échantillons ayant subi des vieillissements courts (P20-*In_situ*-1cyc, P20-*In_situ*-2cyc, P20-*In_situ*-5cyc) et longs (P20-*Support*-257cyc).

II.4. Caractérisations par diffraction des rayons X

II.4.1. Diffraction des Rayons X

Différents types d'analyses ont été réalisées par Diffractions des Rayons X. Dans un premier temps, les phases en présence ont été identifiées et quantifiées par analyse de diffractogrammes. Les diffractogrammes utilisés ont été acquis sur un diffractomètre Brucker D8 Discover. Les mesures ont été réalisées par Mr Cédric Charvillat du CIRIMAT et Mr Nicolas Ratel-Ramond du CEMES à la plateforme Nano-X. La plateforme Nano-X est une plateforme de caractérisation par diffraction et diffusion des rayons X qui possède un appareil dédié à la mesure des déformations et des textures. Elle est localisée au CEMES, et portée par 4 laboratoires Toulousains (CEMES, CIRIMAT, LCC et LPCNO). Les analyses de données sont effectuées par la méthode Rietveld décrite dans la partie II.5.3. D'autre part, ce même diffractomètre a été utilisé afin de réaliser des mesures de contraintes résiduelles. La méthode de mesure des contraintes résiduelles est décrite dans la partie II.5.4.

L'appareil utilisé est équipé d'une micro-source cobalt et d'un jeu de collimateurs permettant de définir des tailles de faisceau allant d'un diamètre de 50 à 800 µm. Dans le cadre de cette étude, c'est le plus grand collimateur qui a été utilisé afin de maximiser la surface d'analyse (~0,5mm² avec le collimateur de 800 µm). Un berceau Chi-Phi-XYZ est utilisé pour le positionnement de l'échantillon, et un système laser/vidéo permet l'alignement de l'échantillon. L'appareil est également équipé d'un détecteur 2D Vantec 500 (2D Mikrogap Technology) de diamètre actif 140 mm (2048x2048 canaux).

L'utilisation d'un diffractomètre possédant une anode cobalt a permis d'éliminer le fond continu lié à la fluorescence du fer que l'on observe avec une anode cuivre. Ceci a permis d'améliorer la précision des analyses Rietveld.

Des analyses ont également été menées à partir de diffractogrammes obtenus à l'aide d'un rayonnement synchrotron, autorisant un volume d'analyse intéressant pour des zones d'études spécifiques. Les paragraphes ci-dessous précisent les méthodologies employées.

II.4.2. Diffraction du rayonnement synchrotron

Les mesures de DRX par rayonnement synchrotron ont été réalisées à l'ESRF[1] sur la ligne ID11 selon le protocole expérimental schématisé en Figure II-5. Des échantillons de 2 mm d'épaisseur ont été étudiés sous air à l'aide d'un faisceau de 80 keV. Le faisceau utilisé présentait une section rectangulaire de 7 µm x 300 µm. A cette énergie, le faisceau traverse tout l'échantillon. Le volume analysé pour chaque mesure présentée est donc de :

$$V_{mes} = 2\ mm\ \times 7\ \mu m \times 300\ \mu m = 4{,}2.10^{-3}\ mm^3$$

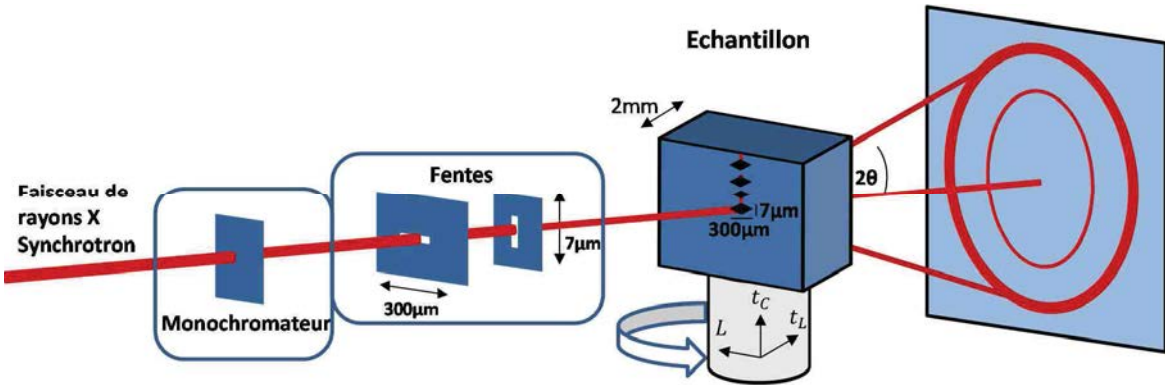


Figure II-5 : Schématisation du dispositif expérimental utilisé à l'ESRF (ligne ID11)

Différents échantillons sont analysés : P10-*B*, P20-*B*, P20-*Support*-159cyc et P20-*Support*-257cyc. Afin de comparer le cœur et la surface des échantillons, les échantillons ont été découpés dans une direction particulière. Les 2 mm d'épaisseur ont été prélevés selon la direction travers long. Ainsi un point d'analyse correspond au volume $2\ mm\ \times 7\ \mu m \times 300\ \mu m$ dans le repère (t_L, t_C, L) Pour chaque échantillon, trois séries de 10 mesures ont été réalisées suivant la direction t_C de la surface vers le cœur avec un pas de 500 µm. La direction de ces 3 séries de scan est schématisée en Figure II-6.

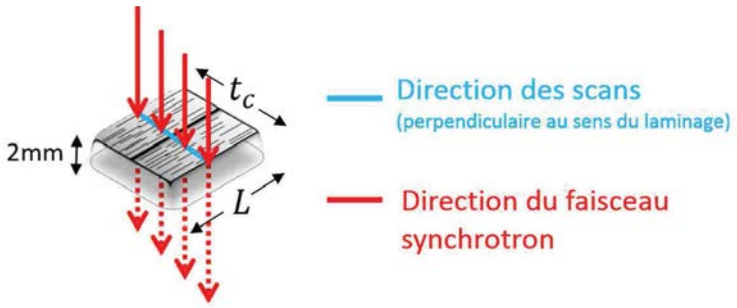


Figure II-6 : Schématisation des scans des mesures réalisés avec un pas de 500 µm sur les échantillons étudiés au synchrotron

[1] ESRF, The European Synchrotron, 71 Avenue des Martyrs, 38000 Grenoble, France

II.5. Méthodologies mises en œuvre

II.5.1. Mesures de tailles de grains

Les mesures de taille de grains sont réalisées par la méthode des intercepts linéaires. Après préparation de la surface des échantillons, une attaque électrolytique à l'acide oxalique est menée afin de révéler les joints de grains. Des échantillons sont préparés dans les trois plans (L, t_C) , (L, t_L) et (t_L, t_C), et pour différentes profondeurs afin d'étudier la variation de la taille de grain sur l'épaisseur de la tôle. Les micrographies optiques sont acquises pour un grossissement x20, permettant de visualiser dix à quinze grains sur la longueur de l'image. Pour ce grossissement, les images correspondent à une surface de 622x466 µm. Des lignes sont ensuite tracées sur les micrographies selon deux directions du repère (L, t_L, t_C). Le nombre de grains interceptés et la longueur de ces lignes sont utilisés pour évaluer la taille moyenne des grains [8].

Les mesures du nombre de grains interceptés sont faites sur une longueur totale de 10 mm sur la matière brute (P20-*B*). La convergence des mesures étant plus rapide sur la matière vieillie (P20-*Support*-257cyc), une longueur plus faible de 5 mm est analysée.

Des mesures des tailles de grains ont également été menées à partir des clichés EBSD à l'aide du logiciel Oxford Channel 5. Les données ainsi recueillies donnent une information qualitative sur des hétérogénéités observées. Cependant, étant donné le faible nombre d'images analysées, aucune donnée statistique ne peut être déduite de ces mesures.

II.5.2. Analyses d'images

Le traitement et l'analyse des micrographies sont menés à l'aide du logiciel ImageJ [9, 10]. En fonction de la mesure visée, les images sont acquises au microscope optique à différents grandissements. De même que pour les mesures de taille de grains, l'étude de la phase σ ainsi que la majorité des observations sont réalisées à l'aide d'un objectif x20. En revanche, l'étude de la fraction de carbures est faite à l'aide d'un objectif x50.

Les images sont, dans un premier temps, traitées afin de maximiser le contraste. Pour cela, l'histogramme présentant la fréquence de niveaux de gris de pixels est tracé. L'intervalle de niveaux de gris (0-255) est fixé de manière à correspondre aux niveaux de gris présents sur la micrographie. Cette étape est illustrée en Figure II-7 par le traitement d'une micrographie : la micrographie A correspond à l'image avant ce traitement, associée à son histogramme de niveaux de gris. La micrographie B, après traitement, présente un contraste plus optimisé. L'histogramme associé permet de visualiser le choix des niveaux de gris minimal et maximal choisis.

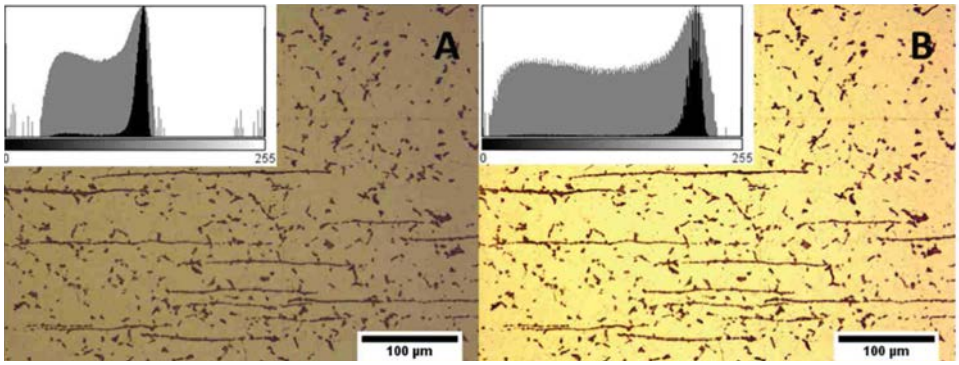


Figure II-7 : Micrographie d'un échantillon P20-Vc-67cyc, [A] avant et [B] après optimisation de la gamme de niveaux de gris représentée, et histogrammes des niveaux de gris de l'image associés (en noir échelle linéaire, en gris échelle logarithmique)

Dans un deuxième temps, l'image est binarisée après l'application d'un seuillage manuel. L'application de ce seuillage permet de trier précipités, carbures et joints de grains selon les données recherchées. Le seuil choisi reste fixé pour une série d'images réalisées dans les mêmes conditions sur un échantillon.

Cette valeur de seuil est choisie après analyse de l'histogramme. Plusieurs méthodes peuvent être utilisées pour cela. Ces méthodes sont illustrées en Figure II-8 sur l'histogramme précédent (après maximisation du contraste). Les méthodes représentées en rouge et en bleu correspondent respectivement au minimum local entre les deux pics, et au niveau médian entre les deux maxima locaux.

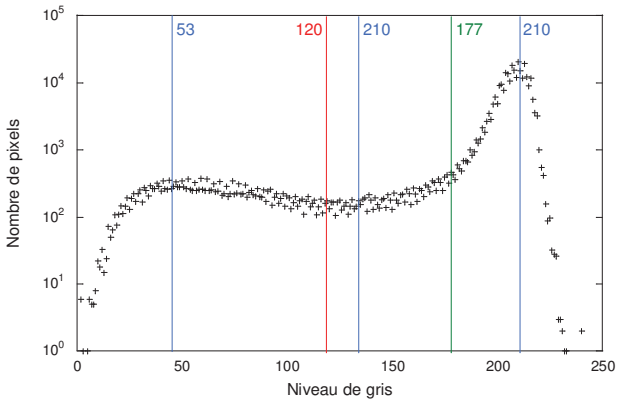


Figure II-8 : Histogramme des niveaux de gris correspondant à la micrographie de la Figure II-7-B et représentation des différentes méthodes de seuillage

A l'usage, les deux méthodes usuelles (bleu et rouge) se sont avérées inappropriées. Des artefacts liés aux attaques chimiques ainsi que la variation de luminosité sur une même phase inhérente au microscope optique complexifient le seuillage. Dans le cas de la Figure II-8, le seuil optimal correspond au point d'inflexion entre le plateau des niveaux de gris intermédiaires, et le pic d'intensité correspondant à la population étudiée (méthode avec seuil en vert sur la Figure II-8).

Une fois le seuil choisi, l'image est binarisée comme illustré en Figure II-9. Ce seuillage permet la binarisation des images qui est utilisée de manière récurrente dans le cadre des caractérisations choisies. Elle permet d'obtenir de manière automatisée de nombreuses données sur les particules définies (dimensions, diamètres de Feret, circularité). Les précipités tronqués par le cadre de l'image ont été analysés de la même manière sans distinction avec ceux inscrits dans l'image, ceci afin de prendre en compte les précipités en « ruban ».

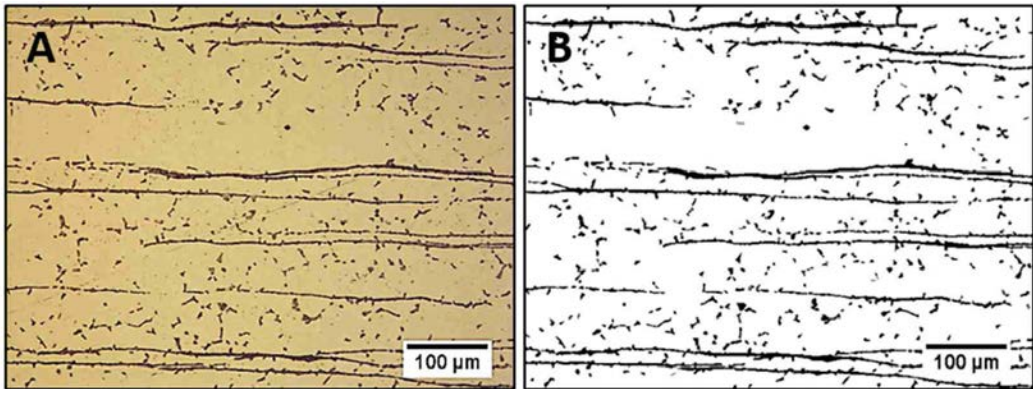


Figure II-9 : [A] Micrographie après attaque Kalling d'un échantillon à P20-V_C-39cyc, et [B] exemple de binarisation après seuillage. Les précipités isolés dans le cas présent correspondent à la phase σ

II.5.2.1. Fractions de précipités

Les deux indicateurs les plus significatifs du vieillissement de l'acier 310S sont la fraction de phase σ et celle de carbures $M_{23}C_6$ formés. L'évolution du matériau est caractérisée en fonction des durées de vieillissement. L'application d'un seuillage sur les images acquises au microscope optique permet de dissocier les précipités étudiés de la matrice (voir Figure II-9). Le niveau de gris moyen de l'image binarisée permet donc de déduire la fraction surfacique du ou des précipité(s) binarisé(s). Par exemple, le niveau de gris moyen de la Figure II-9-B est 23,9. La fraction surfacique de phase σ ainsi mesurée est donc :

$$f_\sigma = \frac{23{,}9}{255} = 9{,}4\% \qquad \textit{équation II-1}$$

Dans cette étude, la fraction de phases δ et σ, ainsi que la fraction de carbures présents dans des échantillons ayant subi des traitements thermiques variables sont mesurées. Pour cela, des attaques Murakami, Kalling et NaOH sont préalablement réalisées afin de révéler respectivement les carbures, la phase σ et la ferrite δ. Les analyses d'images sont menées sur un ensemble représentatif de 40 micrographies acquises à l'aide d'un objectif x20. La somme de ces micrographies correspond à une surface d'analyse de 11,5 mm².

II.5.2.2. Populations de précipités de phase σ

L'ensemble des précipités de phase σ est considéré comme la somme de 2 populations de précipités dissociées selon leur morphologie : précipités en ruban ou non. Ces deux populations distinctes sont mises en évidence sur les échantillons ayant subi des vieillissements isothermes et cycliques.

Pour cela, l'image est dans un premier temps traitée et binarisée (Figure II-9-B), ce qui permet de sélectionner la phase σ. L'extraction automatique des paramètres des particules identifiées permet d'évaluer la densité des particules ainsi que leurs dimensions. La différenciation de ces deux populations se fait par la circularité $\mathcal{C}$ des particules définie par :

$$\mathcal{C} = 4\pi \frac{A}{P^2} \qquad \textit{équation II-2}$$

Où A et P sont respectivement l'aire et le périmètre de la particule étudiée.

La micrographie précédente illustre ces deux populations : d'une part des précipités allongés, et d'autre part des précipités intergranulaires d'apparence quasi-circulaires. Les bandes de phase σ présentent une morphologie héritée de celle des bandes de ferrite δ, dont la circularité est très faible. La deuxième population correspond aux précipités intergranulaires qui se forment à partir de l'austénite pour des vieillissements plus longs. Ces précipités présentent une circularité plus élevée.

La distribution de la circularité des précipités mesurée pour 900 précipités sur un échantillon P20-*Vc*-67cyc est représentée en Figure II-10. Les deux populations distinguées à l'œil nu sur les micrographies sont ainsi séparées de manière statistique. Le critère de distinction de ces deux familles a été fixé pour une circularité $\mathcal{C} = 0{,}2$ d'après l'histogramme ci-dessous. Ce critère de circularité correspond dans le cas d'une ellipse à un rapport grand axe sur petit axe légèrement inférieur à 5.

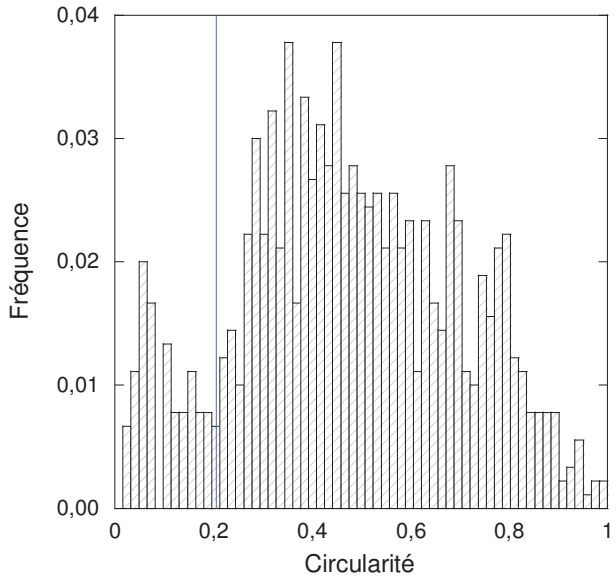


Figure II-10 : Histogramme représentant la distribution de la circularité mesurée sur 900 précipités sur un échantillon P20-Vc-67cyc

L'application de filtres sur le logiciel ImageJ permet de sélectionner la population choisie. Dans le cas de la Figure II-9, les deux populations distinguées avec ce critère $\mathcal{C} = 0{,}2$ sont représentées en Figure II-11.

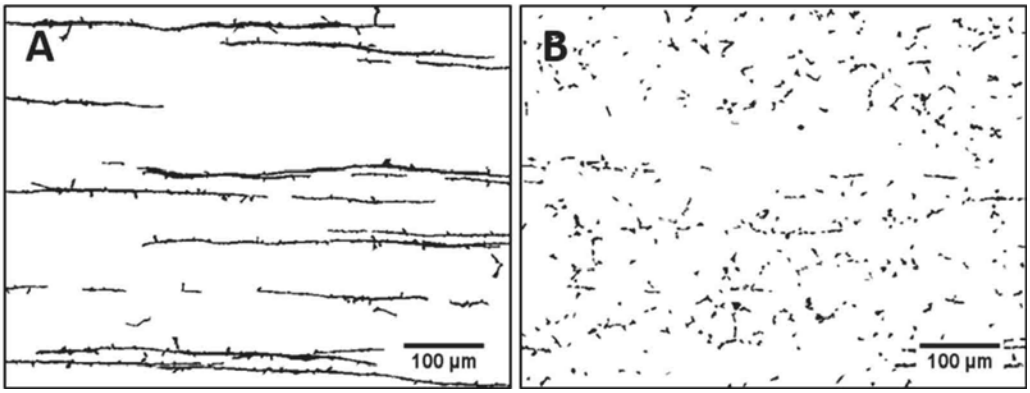


Figure II-11 : Illustration des deux types de populations de précipités identifiées triées en fonction de leur circularité : $\mathcal{C} \leq 0{,}2$ [C] et $\mathcal{C} > 0{,}2$ [D]

II.5.2.3. Epaisseur des bandes et position de l'interface γ/σ

Dans cette étude, la cinétique de précipitation de la phase σ à partir de l'austénite est étudiée de manière expérimentale et par des calculs thermodynamiques. La cinétique de croissance de la phase σ dans l'austénite γ est mesurée de manière statistique par analyse d'images. Pour cela, des micrographies d'échantillons vieillis sont traitées : après binarisation, les précipités sont triés en fonction de leur circularité pour ne garder que les bandes. En effet, les bandes étant présentes dès les plus courts vieillissements, elles permettent d'obtenir des données statistiques représentatives de la croissance des précipités dès l'état de réception.

Afin de mesurer la largeur des bandes sur les micrographies dans le plan (L, t_c), qui correspond à leur épaisseur en trois dimensions, la surface de chaque précipité i est associée à un parallélépipède dont la surface A_i et la longueur L_i sont identiques. Ce processus est schématisé en Figure II-12 et décrit par 4 étapes :

1) L'analyse d'image permet de sélectionner les bandes dont la circularité est inférieure à 0,2. L'aire A_i ainsi que la longueur L_i (correspondant au diamètre de Feret maximal de la particule des bandes) sont mesurées ;
2) Les données obtenues permettent, pour chaque précipité i, de définir un précipité équivalent de forme parallélépipédique, d'aire et de longueur identiques ;
3) La largeur l_i de ce précipité fictif, égale au rapport de l'aire A_i sur la longueur L_i, correspond à la largeur moyenne du précipité initial analysé ;

$$\forall i \in [1, n],\ \ l_i = \frac{A_i}{L_i}$$

4) L'ensemble de la population de bandes ainsi traitées permet, par une moyenne arithmétique, de déduire l'épaisseur moyenne des bandes pour un état de vieillissement i.e. à un instant t :

$$l_t = < l_{i,t} >$$

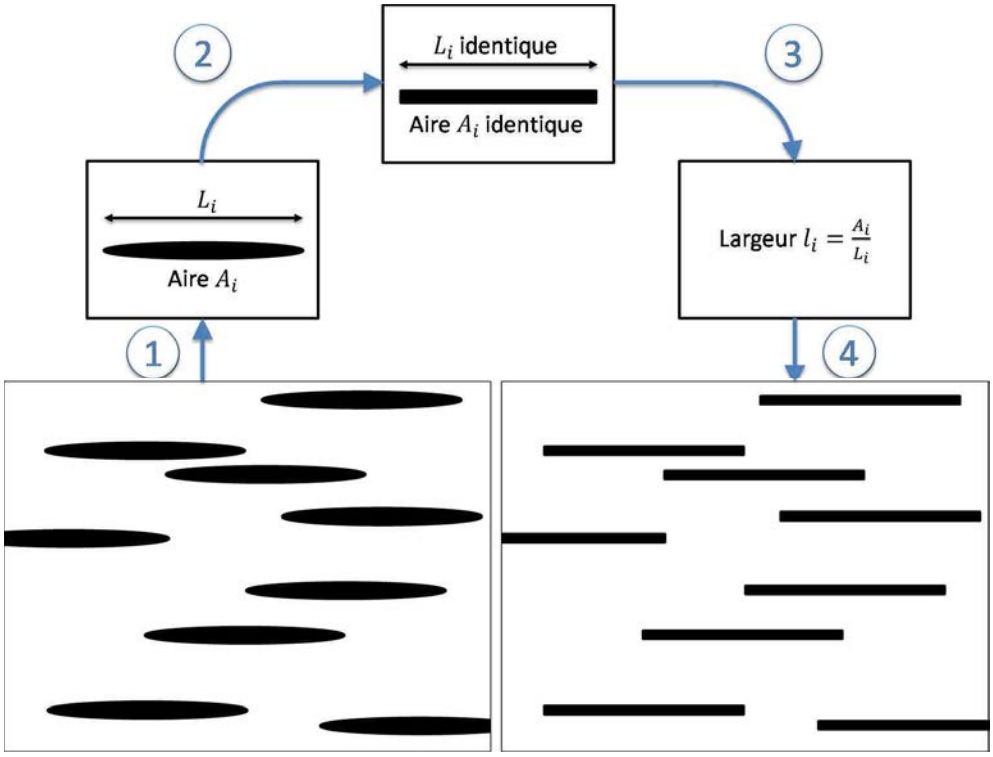


Figure II-12 : Schématisation de la méthode de traitement des données sur les bandes de phase σ permettant d'extraire une largeur moyenne $l_t = < l_{i,t} >$

Les mesures sont réalisées sur des micrographies obtenues à l'aide d'un objectif x20 sur 10 micrographies ce qui correspond à une surface d'analyse d'environ 3 mm². La moyenne des largeurs des précipités mesurées pour différents état de vieillissement permet de déterminer la vitesse de croissance de des bandes. En effet, pour une bande la demi hauteur moyenne x_t est associée à la position de l'interface γ/σ par rapport au plan médian du précipité comme illustré en Figure II-12.

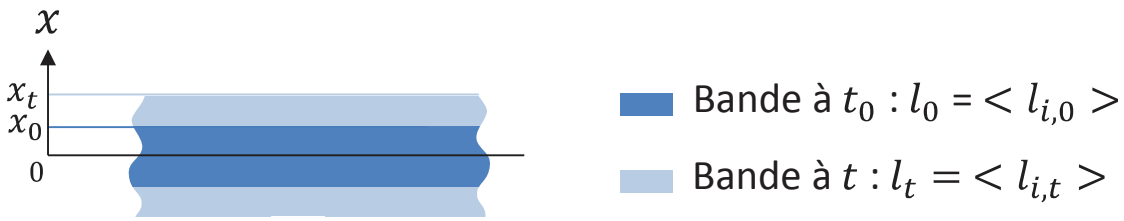


Figure II-13 : Illustration de la position de l'interface x en fonction de la largeur de bande au cours de la croissance

Avec :

$$x_t = \frac{l_t}{2} \qquad \textit{équation II-3}$$

Les données statistiques sur la largeur moyenne des bandes pour un état du vieillissement t permettent de déduire une évolution de la position de l'interface γ/σ dans le temps. Cette

information permet de comparer expérimentalement la cinétique de croissance de la phase σ pour des vieillissements isothermes et anisothermes.

II.5.2.4. Cinétique de germination

En complément de l'étude de la croissance de la phase σ, des données statistiques sur la densité de bandes et de précipités intergranulaires (non issus de la transformation de la ferrite) sont analysées. La mesure de la densité de précipités pour différentes durées de vieillissement permet d'estimer la cinétique de germination de la phase σ dans l'austénite. Les deux populations de précipités sont ainsi étudiées, au cours des vieillissements isothermes et anisothermes.

Comme précédemment, les mesures de densités de précipités sont réalisées sur 10 micrographies (objectif x20) ce qui correspond à une surface totale d'analyse de 3 mm². Les précipités détectés correspondent donc à des précipités ayant entamé leur croissance car la taille minimale prise en compte est de 3 μm^2.

II.5.3. Méthode Rietveld [11]

Cette méthode d'analyse des diffractogrammes de rayons X sur poudres fut développée en 1969 par le Professeur Hugo Rietveld [11]. Cette méthode consiste à simuler un diffractogramme à partir d'un modèle des phases en présence, puis d'ajuster les paramètres de ce modèle afin que le diffractogramme simulé soit le plus semblable possible au diffractogramme mesuré (méthodes des moindres carrés).

Les variables affinées lors de l'ajustement sont celles qui déterminent les positions des raies, les formes des raies et les intensités des raies via les paramètres structuraux atomiques (groupes d'espace, paramètres de maille, composition chimique et position des atomes dans la maille), les tailles de cristallites, la présence de défauts cristallins (dislocations, fautes d'empilement, macles, …) mais également le type d'appareillage utilisé.

- Le signal lié à l'appareillage (source, fente, rayon, filtre, …) est préalablement calibré à l'aide d'un échantillon de poudre de LaB_6 dont le paramètre de maille et la taille des cristallites sont connus.
- La composition des phases préalablement obtenue par des mesures EDX a été également validée par des mesures en microsonde de Castaing.
- Le background du spectre expérimental est affiné par un polynôme de degré 4 à 6.

La méthode de Rietveld a été menée à l'aide du logiciel Topas [12] et a permis le dosage des différentes phases présentent dans les échantillons analysés.

II.5.4. Mesures de contraintes résiduelles internes par Diffraction des Rayons-X

Les contraintes résiduelles déterminées par diffraction des rayons X peuvent être différenciées en 3 ordres différents (macroscopique, mésoscopique et microscopique). Dans cette étude, nous nous sommes intéressés seulement aux contraintes internes de 1er ordre dites macroscopique et correspondant à la valeur moyenne des contraintes dans une phase sur le volume diffracté. La

méthode des $sin^2\psi$ est appliquée pour déterminer l'évolution des contraintes résiduelles dans le matériau à l'état brut puis vieilli. Les échantillons P20-*B* et P20-*Support*-257cyc sont ainsi étudiés en surface et à cœur dans le plan (L, t_L).

La méthode de diffractométrie X permet d'analyser les déformations élastiques du réseau cristallin. L'analyse se base sur la mesure de la variation de la distance interréticulaire d'une famille de plans cristallins. Cette distance varie de Δd_{hkl} en fonction des contraintes résiduelles présentes dans le matériau. La déformation élastique ainsi générée induit un déplacement $\Delta\theta_{hkl}$ du pic de diffraction associé à la phase et à la famille de plans cristallographiques considérés. Le passage de la distance interréticulaire au déplacement des pics de diffraction se fait grâce à la loi de Bragg.

La loi de Bragg [13] donne :

$$2.d_{hkl}.\sin(\theta_{hkl}) = n.\lambda \qquad \textit{équation II-4}$$

La différenciation de cette loi permet d'estimer la déformation ε :

$$\Delta\lambda = 2.[\Delta d_{hkl}.sin(\theta_{hkl}) + d_{hkl}.\cos(\theta_{hkl}).\Delta\theta_{hkl}] \qquad \textit{équation II-5}$$

$$\Delta\lambda = 0 \implies \Delta d_{hkl}.\sin(\theta_{hkl}) = -d_{hkl}.\cos(\theta_{hkl}).\Delta\theta_{hkl} \qquad \textit{équation II-6}$$

$$\varepsilon = \frac{\Delta d_{hkl}}{d_{hkl}} = -\text{cotan}(\theta_{hkl}).\Delta\theta_{hkl} \qquad \textit{équation II-7}$$

Pour interpréter les résultats obtenus dans ce travail, il est essentiel de garder à l'esprit que les déformations évaluées par décalage du pic de diffraction ($\Delta\theta_{hkl}$) sont :

- Des déformations élastiques moyennées sur le volume analysé. En effet, en diffraction, le volume d'analyse dans l'échantillon est défini par l'intersection des faisceaux incidents et diffractés. La déformation mesurée est donc une déformation moyenne sur le volume diffractant.
- Spécifiques à l'orientation des cristaux de chaque phase. La direction de mesure de la déformation est la direction du vecteur de diffusion $\vec{Q}$, normal aux plans $\{hkl\}$ considérés.

La Figure II-14-A montre que pour un matériau parfait non contraint, la valeur initiale $d_{0,hkl}$ de la famille de plans $\{hkl\}$ est indépendante de l'orientation des plans $\{hkl\}$ par rapport à la surface (définie par les angles ψ). Lorsqu'on soumet ce matériau à une contrainte σ, uniaxiale, la Figure II-14-B montre que la variation des distances d_{hkl} de cette famille de plans dépend de l'orientation de ces plans par rapport à la direction de traction.

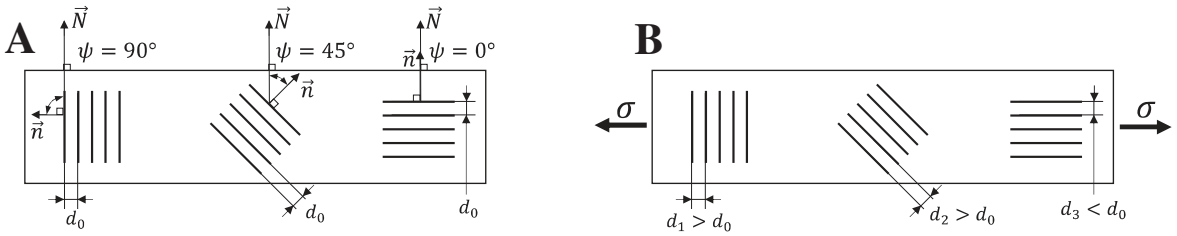


Figure II-14 : Variation de la distance inter-réticulaire en fonction de l'angle ψ. [A] état du matériau non déformé, [B] application d'une contrainte σ

La déformation ε mesurée dépend donc de la direction (φ, ψ) dans laquelle est effectuée la mesure. De cette déformation, il est possible de déduire l'état de contrainte du matériau. Dans la prochaine partie, nous présentons la méthode des $sin^2\,\psi$.

II.5.5. Détermination des contraintes par la méthode des $sin^2\,\psi$

C'est en 1958 que Macherauch a développé la méthode des $sin^2\psi$ [14, 15]. On suppose que les hypothèses suivantes sont respectées :

- Les cristaux composant le matériau étudié ont un comportement élastique linéaire (Loi de Hooke).
- Les grains sont de petites tailles et orientés de manière aléatoire (pas de texture cristallographique).
- L'état de contraintes et de déformation est homogène dans le volume irradié par les rayons X.

Si l'on considère le cas d'un état triaxial de contraintes, il est nécessaire de mesurer la déformation suivant une direction $\vec{Q}$ décrite par deux angles φ et ψ de la Figure II-15

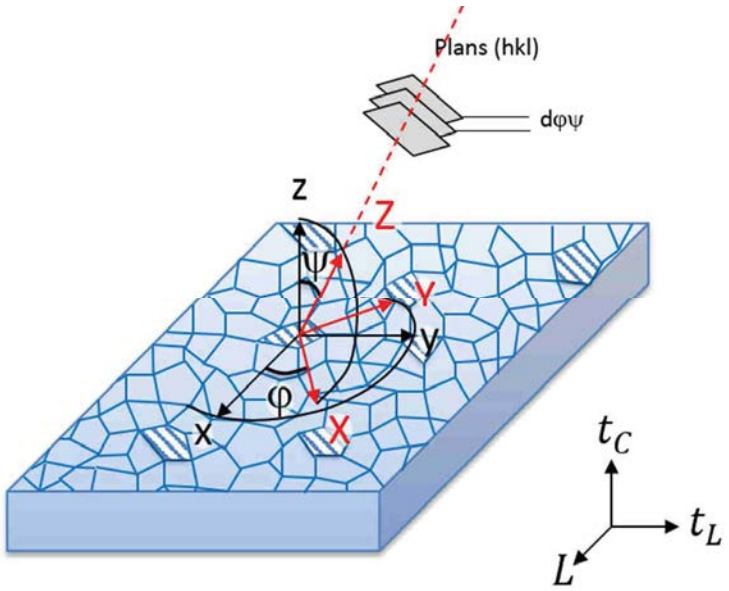


Figure II-15 : Illustration des grains diffractants et définition des angles φ et ψ par rapport au référentiel de l'échantillon pour une famille de plans (hkl) donnée

Les lois de la mécanique des milieux continus permettent de relier la déformation moyenne $\varepsilon_{\varphi\psi}$ suivant une direction définie par les angles φ et ψ et la contrainte σ par l'équation suivante :

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = 1 - \frac{\sin(\theta_{\varphi\psi})}{\sin(\theta_0)} \qquad \textit{équation II-8}$$

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \frac{1}{2} S_{2,hkl}.\left[(\sigma_\varphi - \sigma_{33}).sin^2(\psi) + \sigma_{33} + \tau_\varphi.\sin(2\psi)\right] + S_{1,hkl}.Tr(\sigma) \qquad \textit{équation II-9}$$

Avec :

$\sigma_\varphi = \sigma_{11}.cos^2(\varphi) + \sigma_{22}.sin^2(\varphi) + \sigma_{12}.\sin(2\varphi)$ et $\tau_\varphi = \sigma_{13}.\cos(\varphi) + \sigma_{23}.\sin(\varphi)$

$\theta_{\varphi\psi}$ est la position du pic de diffraction mesuré dans la direction (φ, ψ) ; $Tr(\sigma)$ est la trace du tenseur des contraintes et τ_φ, le cisaillement.

$S_{1,hkl}$ et ½ $S_{2,hkl}$ sont les Constantes d'Elasticité Radiocristallographiques (C.E.R.). Pour les calculer, plusieurs approches sont possibles : l'approximation de Voigt, l'approximation de Reuss et l'approximation de Kröner-Eshelby [16, 17].

Dans la suite de ce travail, nous avons utilisé le modèle de Kröner-Eshelby. Dans le cas de notre alliage, les C.E.R. de la famille de plans {311} de l'austénite obtenues sont :

$$S_{1,311} = -2.10^{-6} MPa^{-1} \qquad \text{et} \qquad ½\, S_{2,311} = 7.10^{-6} MPa^{-1}$$

La courbe $\varepsilon_{\varphi\psi} = f\,[sin^2(\psi)]$ est une ellipse dont une branche correspond aux valeurs positives de ψ et l'autre aux valeurs négatives. La pente de cette ellipse est proportionnelle à $(\sigma_\varphi - \sigma_{33})$ et son ouverture est proportionnelle au cisaillement τ_φ.

L'existence d'une texture cristallographique limite l'application de cette méthode et conduit à des oscillations dans la courbe $\varepsilon_{\varphi\psi} = f\,[sin^2(\psi)]$.

Le diffractomètre Brucker D8 Advance utilisé dans le cadre de ces mesures est équipé d'un berceau Chi-Phi-XYZ permettant le positionnement de l'échantillon et d'un détecteur 2D. Les données sont traitées à l'aide du logiciel LEPTOS afin d'extraire l'état de contraintes résiduelles dans le plan surfacique analysé.

II.6. Calculs thermodynamiques

La structure à l'équilibre de l'alliage 310S sur la gamme de température étudiée, i.e. de la température ambiante jusqu'à 900°C, a été calculée à l'aide du logiciel de calculs thermodynamiques ThermoCalc® [18]. La base de données TCFE8 sur les aciers a été utilisée pour calculer ces équilibres. Les résultats sont détaillés dans la partie I.2.2 du chapitre 3.

III. Caractérisation des propriétés mécaniques

Cette étude a été initialement motivée par l'observation de déformations de fluage accélérées de structures en acier 310S en conditions industrielles qui imposent au matériau des sollicitations extrêmes : cyclage thermique à 870°C sous atmosphère réductrice, avec refroidissement rapide par trempe à l'huile. Afin d'évaluer les vitesses de déformation dans les conditions industrielles, un protocole d'essais in situ a été mis en place. En parallèle, une étude a été réalisée au CIRIMAT afin de déterminer l'effet des différents paramètres et leur influence sur l'évolution des microstructures et le comportement en fluage de l'acier 310S.

Dans tous les essais mécaniques de cette étude, les grandeurs utilisées pour l'exploitation des données et la comparaison des résultats obtenus pour les différents essais réalisés sont la déformation vraie et la contrainte vraie décrite par les formules suivantes :

$$\varepsilon = \ln\left(1 + \frac{L - L_0}{L_0}\right) \qquad \textit{équation II-10}$$

$$\sigma = \frac{F}{S_0}(1 + \varepsilon) \qquad \textit{équation II-11}$$

Où S_0 et L_0 sont respectivement la section et la longueur initiale de la partie utile de l'éprouvette, et F la force donnée par la cellule de force.

III.1. Géométrie des éprouvettes

Les éprouvettes qui ont été utilisées lors de ces différents types d'essais présentent différentes géométries. Le Tableau II-10 compare les différentes sections initiales pour les trois types d'éprouvettes utilisées au cours de cette étude. Ces choix de sections permettent d'obtenir des résultats comparables pour les différentes géométries utilisées.

Essais	Type de section	Section (mm^2)	Longueur utile (mm)
ECCI	Circulaire	12,3	28
In situ	Circulaire	12,6 à 23,7	60
CIRIMAT	Rectangulaire	7,5	34

Tableau II-10 : Comparaison des sections initiales des éprouvettes utilisées au cours des différents essais mécaniques menés

Ces géométries sont détaillées ci-dessous.

III.1.1. Essais normalisés ECCI

Des essais de traction à froid ont été réalisés par le laboratoire ECCI. Ces essais ont été menés selon la norme ASTM E8/E8M rev. 11-12 sur des éprouvettes cyclindriques usinées selon la

PCS 1003 ed. 01. Ces éprouvettes présentent un diamètre de 3,96 mm (0,16 in), et une longueur utile de 28 mm. Le plan des éprouvettes est reporté en Figure II-16.

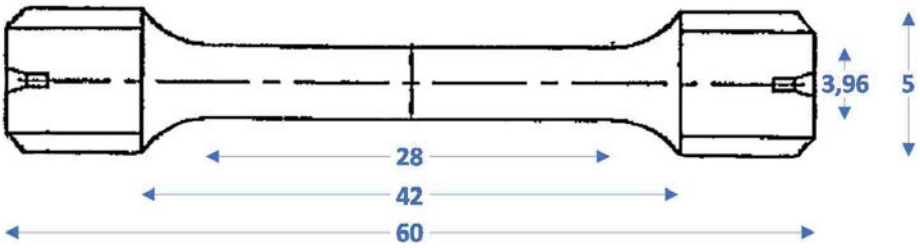


Figure II-16 : Cotes des éprouvettes utilisées pour les essais de traction réalisés par ECCI

III.1.2. Essais in situ

Des éprouvettes cylindriques ont été usinées selon les directions $\vec{L}$ et $\overrightarrow{t_L}$ des tôles P20-*B* pour la réalisation d'essais de fluage *in situ*. Les cotes choisies sont illustrées en Figure II-17. La longueur utile de ces éprouvettes a été rectifiée après usinage au tour fraiseur afin d'éliminer les défauts de surface.

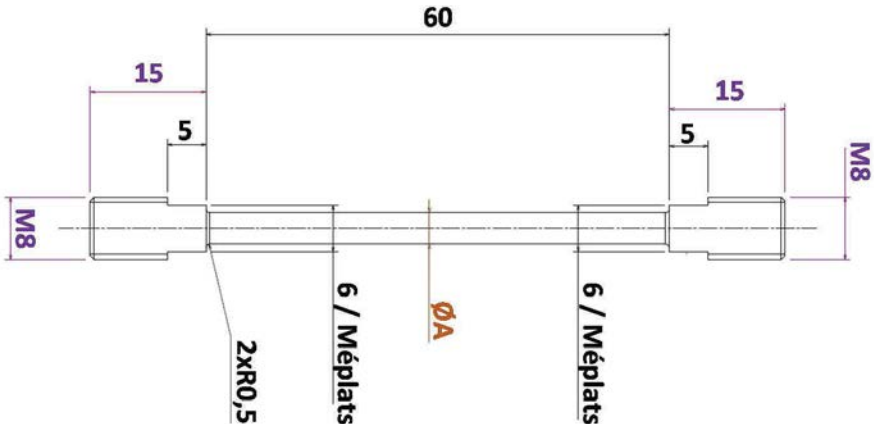


Figure II-17 : Plan des éprouvettes utilisées pour les essais in situ

Des méplats sont usinés sur les filets des éprouvettes afin de faciliter le montage/démontage de l'ensemble, sans induire de contraintes de torsion dans la partie utile. Ces méplats sont également utilisés pour identifier les éprouvettes par un gravage.

La longueur utile initiale des éprouvettes est de 60 mm. Le diamètre de la zone utile varie entre 4 et 5,5 mm selon les séries d'éprouvettes. Les différentes séries sont identifiées par un nombre de 1 à 3. Ces séries sont constituées de 6 éprouvettes testées dans les mêmes conditions expérimentales (contrainte et orientation dans la tôle) afin d'avoir un résultat représentatif et d'évaluer l'écart-type. Les 6 éprouvettes d'une même série sont identifiées par une lettre entre A et F également gravées sur les méplats.

III.1.3. Essais réalisés au CIRIMAT

Les éprouvettes utilisées pour les essais menés au CIRIMAT ont une section rectangulaire $S_0 = 2{,}5\ mm \times 3\ mm$. Cette géométrie est illustrée en Figure II-18. Deux lots matière ont été utilisés : le lot de matière brute P20-*B*, ainsi que le lot de matière vieillie P20-*Support*-257cyc.

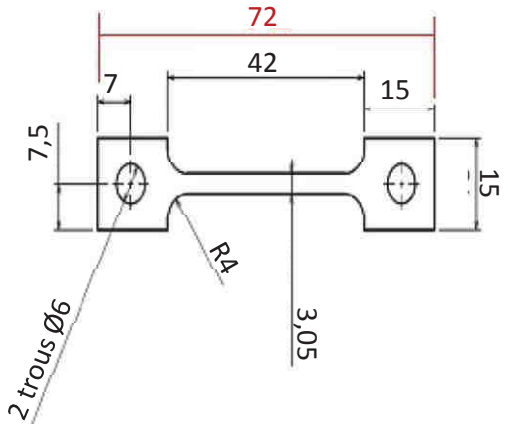


Figure II-18 : Schématisation de la géométrie des éprouvettes utilisées pour les essais mécaniques. Epaisseur 2,5mm

Des éprouvettes ont été prélevées dans les tôles brutes selon deux directions orthogonales, dans le sens du laminage et selon la direction $\overrightarrow{t_L}$, la largeur de l'éprouvette correspondant dans les deux cas au travers court de la plaque (Figure II-19).

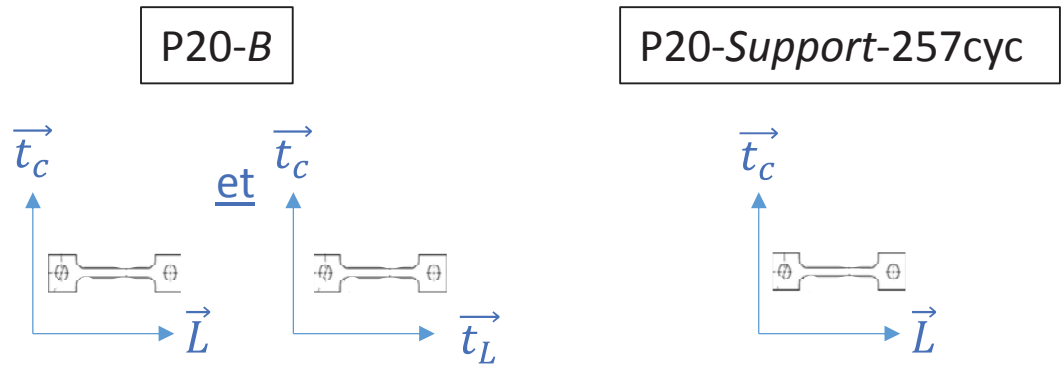


Figure II-19 : Plans dans lesquels sont usinées les éprouvettes pour les deux lots de matière utilisés

En revanche les éprouvettes usinées dans la matière vieillie ont toutes été prélevées dans la direction du laminage. Le taux de phase σ contenu dans ces échantillons étant proche du taux maximal extrapolé à partir de l'étude du vieillissement, l'étude de cet état permet d'évaluer le comportement mécanique de l'alliage dans son état vieilli. La stabilisation métallurgique relative de cet état-là sera discutée au vu des résultats obtenus.

III.2. Traitements thermiques sur éprouvettes d'essais mécaniques

Afin d'étudier le comportement mécanique de l'acier 310S dans des états de vieillissement intermédiaires, des traitements thermiques isothermes et cycliques ont été réalisés sur les éprouvettes décrites au III.6 mais uniquement pour certaines usinées selon la direction de laminage des tôles dans le lot de matière P20-*B*.

Les traitements thermiques ont été conduits suivant le même protocole que les traitements réalisés sur les échantillons métallographiques (cf. I.3.1 et I.3.2). Les dénominations des éprouvettes en fonction des lots de matière et des traitements thermiques subis sont reportées dans le tableau ci-dessous.

MATIERE BRUTE		
Eprouvettes	Remarque	
Ep_*B*	Plat de 20 mm	
EXERTISE SUR SUPPORTS (Safran Landing Systems)		
Eprouvettes	Durées de vieillissement	
	Nb de cycles (2h10)	En heures
Ep_*Support*_257cyc	257	556h50
VIEILLISSEMENTS ISOTHERMES (CIRIMAT)		
Eprouvettes	Durées de vieillissement	
	En jours	En heures
Ep_V_i_3J	3	72
Ep_V_i_5J	5	120
Ep_V_i_11J	11	264
Ep_V_i_20J	20	480
Ep_V_i_60J	60	1440
VIEILLISSEMENTS CYCLIQUES (CIRIMAT)		
Eprouvettes	Durées de vieillissement	
	Nb de cycles (2h)	En heures
Ep_V_c_15cyc	15	30
Ep_V_c_25cyc	25	50
Ep_V_c_35cyc	35	70

Tableau II-11 : Désignation des éprouvettes en fonction des lots matières et des traitements thermiques subis

Après les traitements thermiques, les éprouvettes sont polies à l'aide de papier SiC afin d'éliminer la couche surfacique affectée par l'oxydation à chaud. Pour cela, une couche de 100 µm minimum est enlevée à l'aide d'un papier SiC P80 sur les faces et sur l'épaisseur de l'éprouvette. Puis des papiers P180, P320, P600, et P1000 sont utilisés successivement pour éliminer les défauts de surface.

III.3. Essais normalisés réalisés par ECCI

Des essais de traction à 20°C ont été sous traités afin de valider les données mécaniques annoncées par le fournisseur. Les mesures d'allongement ont été effectuées à l'aide d'un extensomètre à couteaux pour une longueur initiale L_0 :

$$L_0 = 5{,}65 \cdot \sqrt{S_0} = 19{,}8\ mm \qquad \textit{équation II-12}$$

Les éprouvettes ont été usinées dans les lots P20-*B* et P20-*Support*-257cyc, permettant de comparer les caractéristiques mécaniques de la matière brute et de la matière vieillie. Des prélèvements ont été effectués dans le sens long et dans le sens travers long. Les éprouvettes prélevées dans la matière vieillie (lot P20-*Support*-257cyc) sont issues de zones soumise à des efforts en traction, compression et non sollicitées afin d'évaluer un possible effet des contraintes

sur le vieillissement du matériau. Des observations MEB et des pointés EDX ont été effectués sur les faciès de rupture.

III.4. Mesure de module d'Young par résonnance acoustique

L'objectif de cette étude est de réaliser des mesures de module d'Young à cœur et en surface sur des échantillons de P20-*B* et P20-*Support*-257cyc. Les localisations correspondant au « cœur » et à la « surface » sont schématisées en Figure II-20. Des dénominations spécifiques ont été utilisées pour ces 4 échantillons, à savoir :

- BS : échantillon brut (lot P20-B), prélevé en surface
- BC : échantillon brut (lot P20-B), prélevé à cœur
- VS : échantillon vieilli (lot P20-*Support*-257cyc), prélevé en surface
- VC : échantillon vieilli (lot P20-*Support*-257cyc), prélevé à cœur

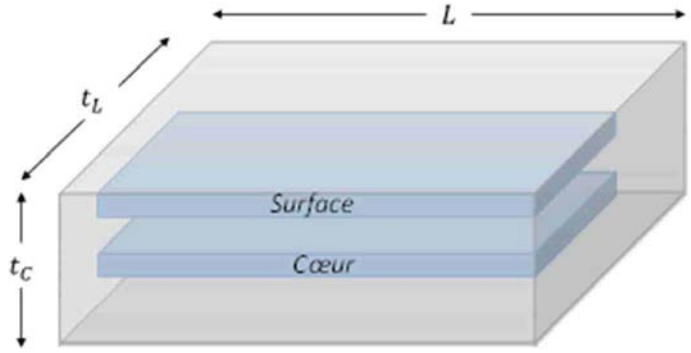


Figure II-20 : Schéma des zones de prélèvement des échantillons par rapport aux tôles utilisées

Les mesures sont faites pour des températures variant entre 20°C et 900°C. La géométrie typique d'un échantillon est une poutre de dimensions approximatives $80 \times 20 \times 2\ mm^3$. Les dimensions précises des échantillons testés sont données dans le Tableau II-12, ainsi que leurs masses et les caractéristiques de l'état de surface.

Echantillon	BS	BC	VS	VC
Matériau/caractéristique/traitements éventuels/remarques	poli miroir		poli miroir, un coin a un petit chanfrein	poli miroir
Masse [g]	27,936	28,107	27,325	34,239
Longueur [mm]	79,833	79,930	65,877	79,833
Largeur [mm]	19,790	20,603	22,000	22,000
Epaisseur [mm]	2,266	2,190	2,404	2,483
Ecart max sur les mesures de longueur [mm]	0,23	0,06	0,07	0,04
Ecart max sur les mesures de largeur [mm]	0,04	0,31	0,1	0,03
Ecart max sur les mesures d'épaisseur [mm]	0,062	0,052	0,042	0,055
Masse volumique [kg/mm^3]	7804,9	7794,5	7841,7	7852,3

Tableau II-12 : Dimensions et caractéristiques des échantillons utilisés pour les mesures de module d'Young par résonnance acoustique

Ces mesures sont réalisées selon la norme ASTM E1876. Cependant le parallélisme des faces imposé par celle-ci n'est pas respecté (norme : <0,1%, échantillons testés : <2%), les échantillons ne sont donc pas conformes. Cependant, ces défauts de parallélismes sont typiquement rencontrés pour les petites dimensions. Tant qu'ils demeurent faibles (<2%), comme c'est le cas ici, ils ne remettent pas en cause la validité des mesures de module de Young.

Le montage en flexion illustré en Figure II-21 est utilisé pour la détermination du module d'Young des matériaux monocouches, élastiques et isotropes. La mesure repose sur la théorie des ondes mécaniques dans les solides. Une impulsion, brève et unique, est donnée à l'échantillon à l'aide d'un marteau. La réponse sonore produite par l'échantillon, consécutivement à ce choc, est écoutée avec un microphone. L'échantillon vibre à sa fréquence de résonance. La fréquence (ou la hauteur du son) sera caractéristique des points d'appui mécaniques de l'éprouvette, de sa géométrie et de ses propriétés élastiques. Avec ce montage, c'est la plus petite fréquence, c'est-à-dire celle du mode fondamental, qui est privilégiée. Pour les mesures en température, l'ensemble du montage est placé dans un four.

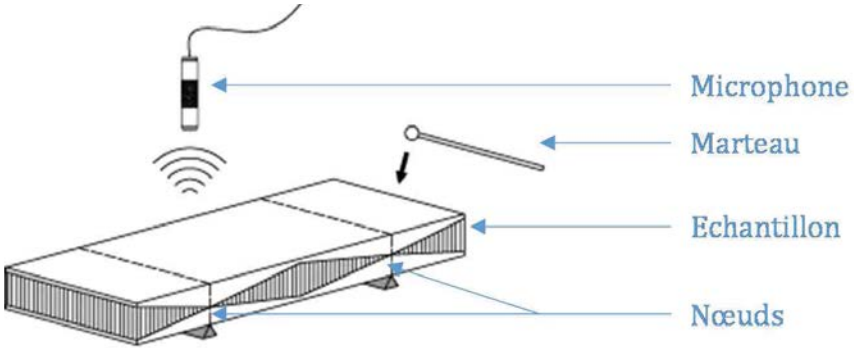


Figure II-21 : Principe de résonance en fréquence dans le cadre du montage en flexion

Le dispositif utilisé respecte toutes les recommandations de la norme ASTM E1876. Le signal acoustique est détecté au moyen d'un microphone dont le domaine de sensibilité est de 20 Hz à 50 kHz. Le système électronique a une précision suffisante pour discriminer des fréquences avec une précision inférieure à 0.1 %. Enfin, le système d'attache de l'échantillon est réalisé de telle sorte que l'échantillon reste isolé de toute vibration extérieure. Les régions d'attache sur l'échantillon sont définies au plus proches des lignes nodales (ligne de déplacement nul) du mode de vibration recherché.

Le module d'Young est déduit à partir de la fréquence de résonance f_f du 1er mode propre (mode fondamental) à l'aide de la formule :

$$E = 0.9465 \left(\frac{m f_f^2}{w}\right)\left(\frac{L}{t}\right)^3 \left(T_{1a} - \frac{T_{1b}}{T_{1c}}\right) \qquad \text{équation II-13}$$

Avec :

$$T_{1a} = 1.0 + 6.585(1 + 0.0752\nu + 0.8109\nu^2)\left(\frac{t}{L}\right)^2 - 0.868\left(\frac{t}{L}\right)^4 \qquad \text{équation II-14}$$

$$T_{1b} = 8.34(1.0 + 0.2023\nu + 2.173\nu^2)\left(\frac{t}{L}\right)^4 \quad \text{équation II-15}$$

$$T_{1c} = 1.0 + 6.338(1.0 + 0.1408\nu + 1.536\nu^2)\left(\frac{t}{L}\right)^2 \quad \text{équation II-16}$$

Avec m la masse, f_f la fréquence de résonance en flexion, ν le coefficient de Poisson, w la largeur de l'échantillon, L sa longueur, et t son épaisseur. Enfin les valeurs numériques sont des ajustements empiriques donnés par le constructeur.

Lorsque seul l'essai avec montage en flexion est réalisé, la valeur du coefficient de Poisson est choisie arbitrairement, typiquement 0.275. Dans l'équation II-13, la sensibilité du module de Young à la valeur du coefficient de Poisson demeure très faible (par exemple, $E = 72 \mp 0{,}08$ GPa pour $\nu = 0{,}275 \mp 0{,}1$).

Afin d'évaluer le module d'Young pour différentes températures entre 20°C et 900°C, un cycle thermique est imposé. Le cycle réalisé correspond à 20°C → 900°C → 20°C à $1°C.min^{-1}$. Le palier à 900 °C dure 5 minutes. Une coupure de courant d'une durée de 20 à 60 min autour de 875 °C a eu lieu à la chauffe sur l'échantillon BS (cycle1). La centrale d'acquisition est sur onduleur, mais pas le four. L'essai BS_cycle1 est donc incomplet, il manque des valeurs entre 875 et 900 °C à la chauffe et au refroidissement. C'est comme si le cycle avait été 20-875-20 °C. Pour pallier ce problème, un deuxième essai, BS_cycle2, a été réalisé et il s'est parfaitement déroulé.

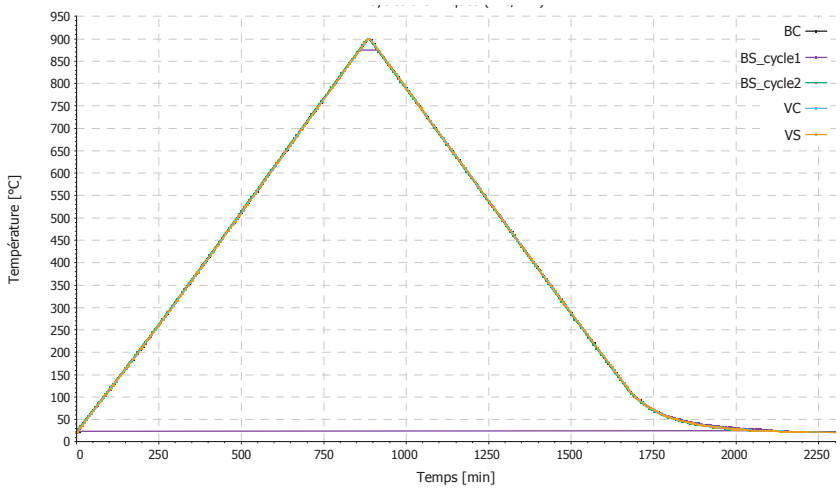


Figure II-22 : Cycles thermiques vu par les 4 échantillons. La vitesse de la rampe est de $1°C.min^{-1}$

III.5. Essais in situ

L'étude du comportement viscoplastique d'un matériau en conditions industrielles est un challenge à part entière. Un design spécifique a été conçu en collaboration avec les usineurs, la gestion de la production et les ouvriers afin de trouver une solution technique n'affectant pas la production, et s'adaptant au mieux aux exigences de chacun. Ce montage original (Figure II-23) a permis d'évaluer les vitesses de fluage de l'alliage dans les conditions *in situ* pour de faibles

charges représentatives des chargements des supports, comprises entre 4 et 8 MPa. Le montage embarqué conçu et réalisé pour cette étude est illustré dans la Figure II-23.

Afin de diminuer les effets de surface et de faciliter l'usinage, des éprouvettes à section cylindrique ont été sélectionnées (Figure II-23-D). Des têtes filetées ont permis une fixation des éprouvettes en série et à la plaque support, dont l'assemblage et le démontage se font à la main. La charge est appliquée aux éprouvettes par une masse cylindrique creuse de 10 kg. Le diamètre de l'éprouvette est ainsi le paramètre ajustable permettant de faire varier la contrainte dans les éprouvettes.

Aucune mesure de la température ne peut être menée sur le montage au cours des traitements thermiques *in situ*. Des thermocouples situés dans le four permettent d'évaluer la vitesse de chauffe (voir Figure II-2). La température de traitement de 870°C est maintenue pendant 2h10 après que les thermocouples placés dans le four atteignent cette température. Le refroidissement se fait par une trempe à l'huile de l'ensemble support et pièces à traiter, y compris nos éprouvettes qui subissent donc un fluage sous cycles thermiques.

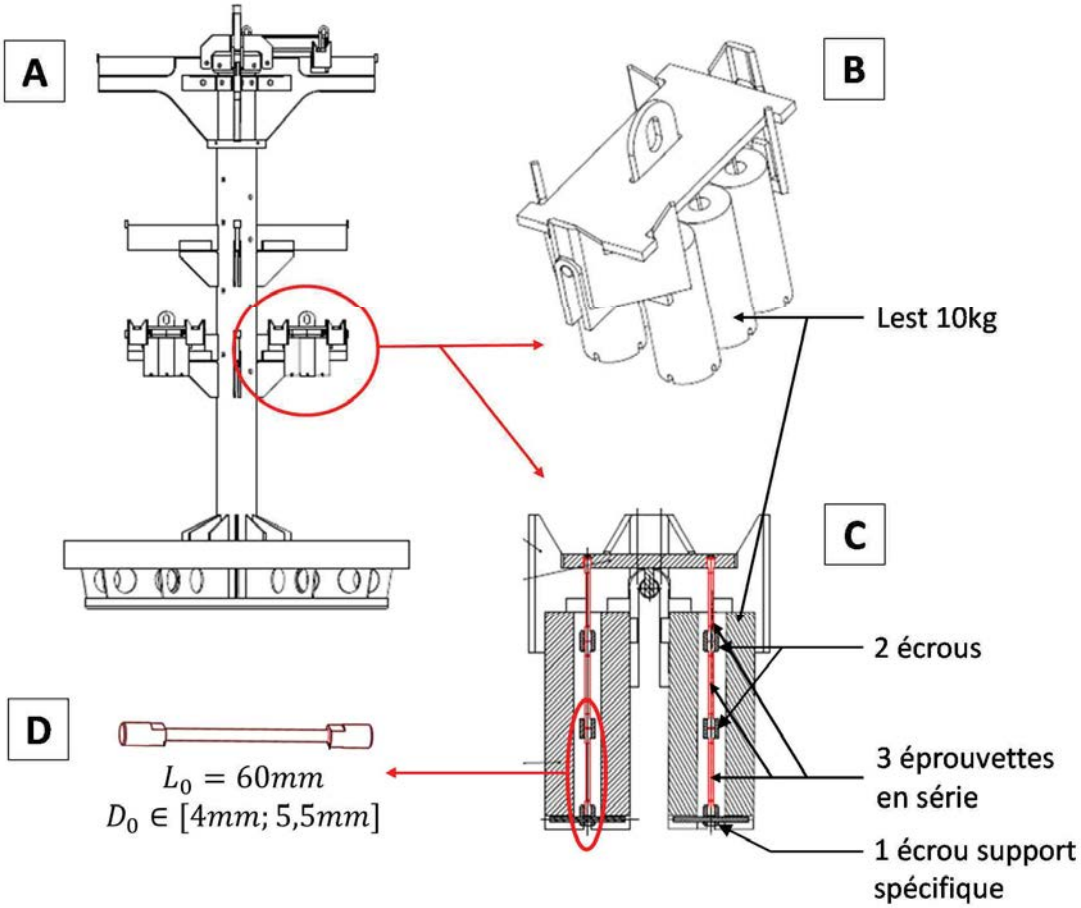


Figure II-23 : Illustration du montage permettant les essais in situ, [A] en position sur un support utilisé par la production, [B] vue de la plaque support et des masses suspendues, [C] coupe autorisant la visualisation des éprouvette montées par 3 en séries, [D] éprouvette seule

Afin de minimiser la masse globale du montage, des triplets de 3 éprouvettes sont montés en série. Ainsi une même masse de 10 kg applique une force identique sur les 3 éprouvettes, solidarisées par des écrous spécifiquement conçus. L'espacement entre les séries d'éprouvettes

a été déterminé de manière à ne pas contraindre le déplacement des masses les unes par rapport aux autres, tout en limitant le balancement occasionné par les phases de transfert du support entre le four et le bac de trempe. Lors de ces phases, le support et sa charge en composants traités représentent une masse totale de 3 tonnes qui glisse sur des rails prévus à cet effet, générant des vibrations difficilement mesurables. Ainsi, plutôt que des masses suspendues, des masses cylindriques creuses ont été préférées de manière à rehausser le centre de gravité de l'ensemble *série d'éprouvettes + masse* pour limiter le risque de flexion des éprouvettes lors de ces phases de transfert.

Des écrous spécifiques ont été réalisés de sorte qu'ils puissent être vissés au bas des séries d'éprouvettes, et sur lesquels les masses puissent être stabilisées tout en permettant la trempe des éprouvettes à la fin du cycle. Ces écrous sont visibles sur la Figure II-24.

Au cours des essais, le montage a subi jusqu'à 50 cycles dans les fours de production. Entre temps, l'ensemble a été démonté et remonté régulièrement de manière à mesurer les déformations des éprouvettes. Pour cela, l'allongement a été déterminé par des mesures réalisées au pied à coulisse entre les têtes des éprouvettes. Pour chaque éprouvette, 4 mesures de l'allongement ont été effectuées en 4 positions repérées sur les têtes. L'évolution de la section des éprouvettes a également été mesurée afin de vérifier la conservation du volume de la zone utile. Dans ce cas, 3 séries de 2 mesures ont été effectuées à 3 hauteurs différentes de la zone utile. Les emplacements des mesures sont illustrés sur la Figure II-24 par les traits en pointillés. Préalablement, des repères ont été gravés sur des méplats usinés dans les têtes afin de faciliter le montage et le démontage des éprouvettes.

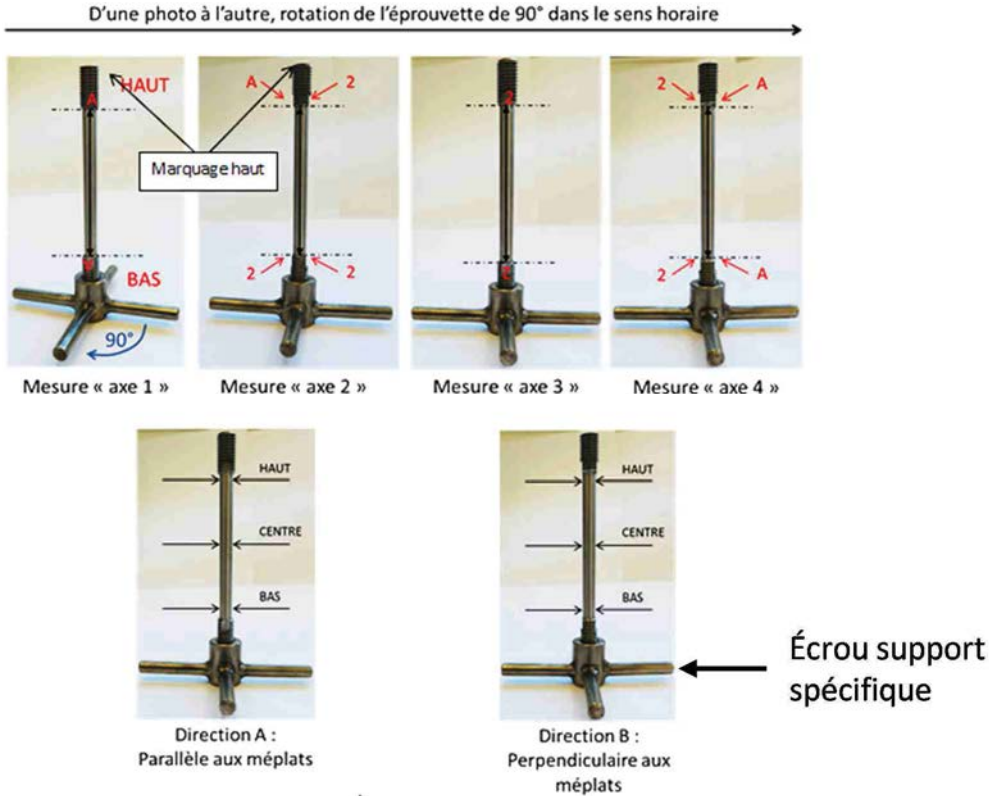


Figure II-24 : Illustration des mesures (4 sur la longueur utile et 6 du diamètre) après rotations de 90° effectuées sur une éprouvette (A2) repérées par rapport aux gravures « A » et « 2 » sur les têtes de l'éprouvette

III.6. Essais réalisés au CIRIMAT

Au cours de cette étude, des essais de traction, de fluage et de relaxation ont été réalisés. Les dispositifs expérimentaux mis en place ont permis de réaliser ces essais jusqu'à 870°C. Des essais isothermes et anisothermes ont été menés sur une large gamme de contraintes (de 4 MPa à 100 MPa pour les essais de fluage), et sous atmosphère contrôlée. Une machine de traction environnementale et un banc de fluage ont été utilisés. Les caractéristiques de ces équipements sont décrites par la suite. Différents moyens de mesure de la déformation de la zone utile peuvent être utilisés lors de la réalisation des essais. Ces moyens sont présentés dans la partie III.6.2. Les protocoles expérimentaux seront également détaillés par la suite.

III.6.1. Dispositifs expérimentaux mis en place au CIRIMAT

III.6.1.1. Machine de traction environnementale (MTS)

Ce dispositif est utilisé pour la réalisation des essais de traction, de relaxation, de fluage sous atmosphère contrôlée et d'une partie des essais de fluage sous air. Il s'agit d'une machine de traction/compression électro-mécanique MTS™ équipée d'une enceinte environnementale permettant de travailler sous atmosphère contrôlée (vide secondaire ou flux gaz) et à des températures pouvant aller jusqu'à 1100°C grâce à un four à lampes. Le dispositif est photographié en Figure II-25. La capacité de la cellule de charge est de 5 kN et sa sensibilité de 1 N. Les essais sont pilotés par le logiciel Testworks™. Le déplacement de la traverse est piloté par une vis à bille actionnée par un moteur pas-à-pas. La limite inférieure de vitesse de déplacement traverse est de l'ordre de 0,2 µm/s.

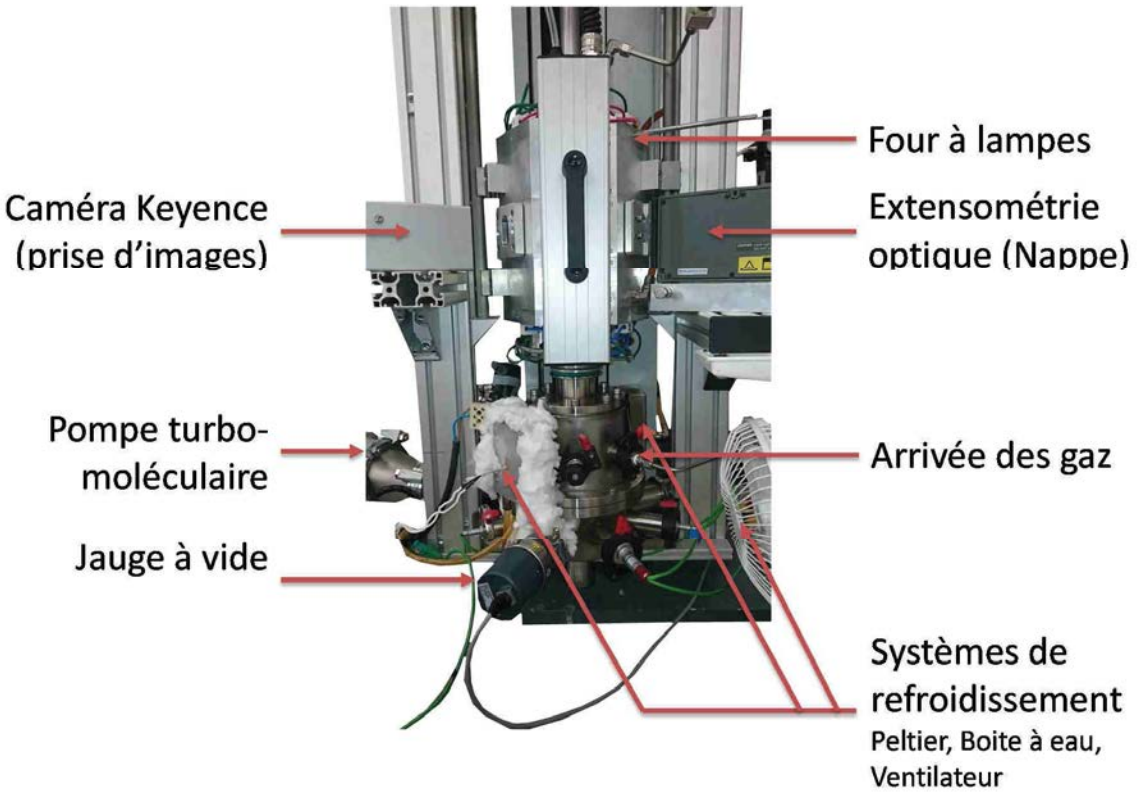


Figure II-25: Machine de traction environnementale haute température

L'enceinte environnementale étanche peut être placée sous vide secondaire par l'activité successive d'une pompe primaire puis d'une pompe turbo-moléculaire. Le niveau de vide atteint par ce système à température ambiante est de l'ordre de 1.10^{-5} mbar, à plus haute température en revanche des valeurs de vide légèrement supérieures mais du même ordre de grandeur sont obtenues (4.10^{-5} mbar). Des gaz spéciaux peuvent également être introduits dans l'enceinte et utilisés en balayage.

Le logiciel Testworks™ permet l'acquisition et l'exportation des données des essais : la mesure du capteur de force F, le déplacement de la traverse et la longueur utile de l'éprouvette *L* mesurée grâce à l'extensométrie laser (cf. III.6.2).

L'enceinte réalisée autour de la cellule d'essai contient un four trois zones de deux lampes en vis à vis, régulées indépendamment les unes des autres. Trois thermocouples K soudés par points sur la zone utile de l'éprouvette (extrémités et centre de la zone utile) permettent de contrôler et de réguler la température de l'éprouvette en asservissant les trois zones du four. Un réglage optimal des régulateurs PID permet une régulation au degré près pour toutes les températures d'essais entre 600°C et 870°C. Lors des essais réalisés sur ce dispositif, la température suit une rampe de 20°C à 870°C en 15 minutes, soit une vitesse de chauffe de $1°C.s^{-1}$. Lors de cette chauffe, une pré-charge de 20N est appliquée, correspondant à une contrainte de 2,7MPa afin de maintenir l'éprouvette en légère tension pendant sa dilatation et celle de la ligne. La température est ensuite maintenue stable à 870°C tout au long de l'essai.

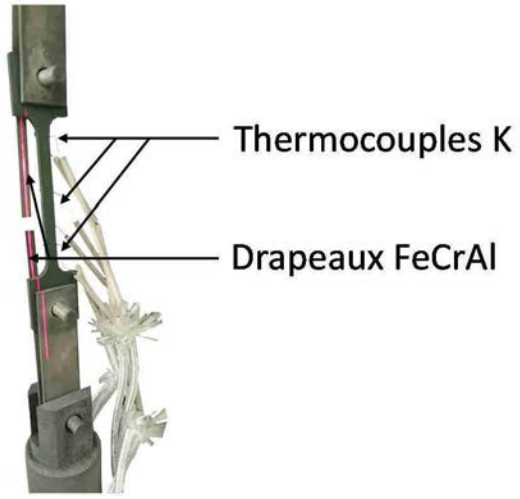


Figure II-26 : Eprouvette mise en place fixée à la traverse par des goupilles, avec drapeaux en FeCrAl interceptant le faisceau de la nappe laser et thermocouples soudés par points.

La cellule de force est placée dans l'enceinte, or sa température en fonctionnement ne doit pas dépasser 40°C. Des moyens ont donc été mis en œuvre pour soutirer un maximum de chaleur au niveau de la traverse, entre l'éprouvette et la cellule de force, via un système de de refroidissement multisource. Malgré cela, la puissance des lampes inférieure a dû être bridée lors des essais à 870°C. Cette solution a induit un gradient de température plus important, de 5°C à 10°C, mais a permis de réaliser des essais de longue durée sans que la mesure de la cellule de force ne soit affectée par sa température.

III.6.1.2. Banc de fluage

Un banc de fluage a également été utilisé pour réaliser des essais de fluage sous air. L'enceinte de four n'étant pas étanche, ce dispositif est uniquement utilisé pour des essais sous air. En revanche, sa grande stabilité mécanique a permis de réaliser des essais de fluage longues durées et basses contraintes jusqu'à 4 MPa, soit 30N étant donnée la géométrie des éprouvettes utilisées.

Pour les essais réalisés sur ce dispositif, la température suit une rampe de 20°C à 870°C en 30 minutes, soit une vitesse de chauffe de 30°C.min^{-1}. Lors de cette chauffe, une pré-charge de 20N est appliquée, correspondant à une contrainte de 2,7MPa, là encore pour garder l'éprouvette en légère tension. La température est ensuite maintenue stable à 870°C tout au long de l'essai.

Dans ce dispositif, illustré en Figure II-27, des poids morts sont utilisés pour lester un bras de levier de 1 mètre de long, multipliant les efforts transmis à l'éprouvette.

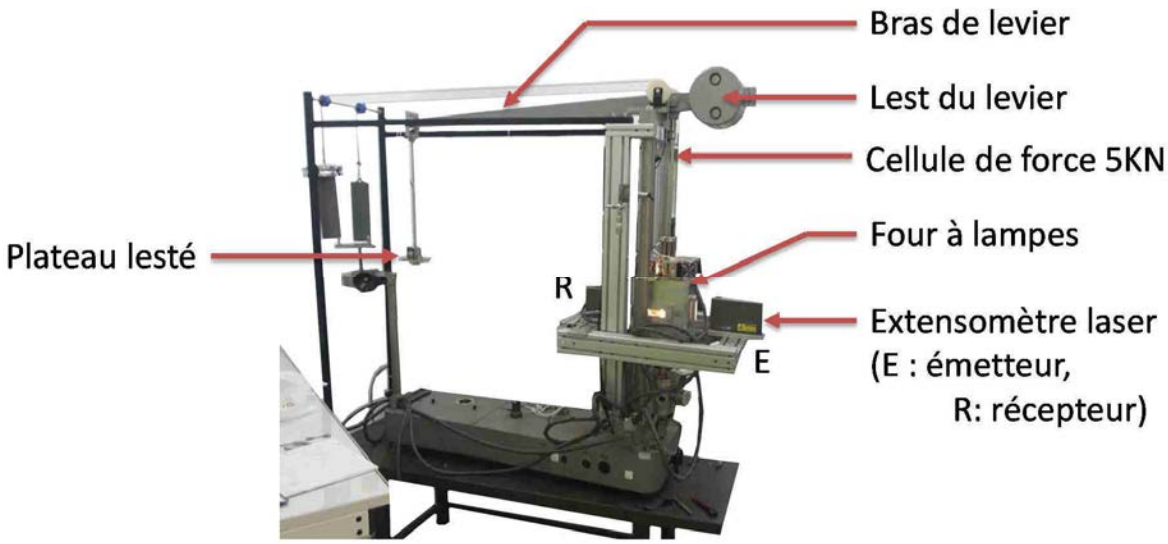


Figure II-27 : Banc de fluage et éléments constitutifs

Ce dispositif et les forces en présence sont schématisés en Figure II-28. Le bras de levier est en liaison pivot avec le bâti au point O. La masse totale des poids morts m_B est appliqué au point B. Un poids mort de masse m_A est fixé au bras de levier de manière à compenser le moment induit par la masse propre du bras de levier m_G appliqué en son centre de gravité G. L'effort $\vec{F}$ est transmis à l'éprouvette verticale par une traverse en liaison pivot avec le bras de levier au point E.

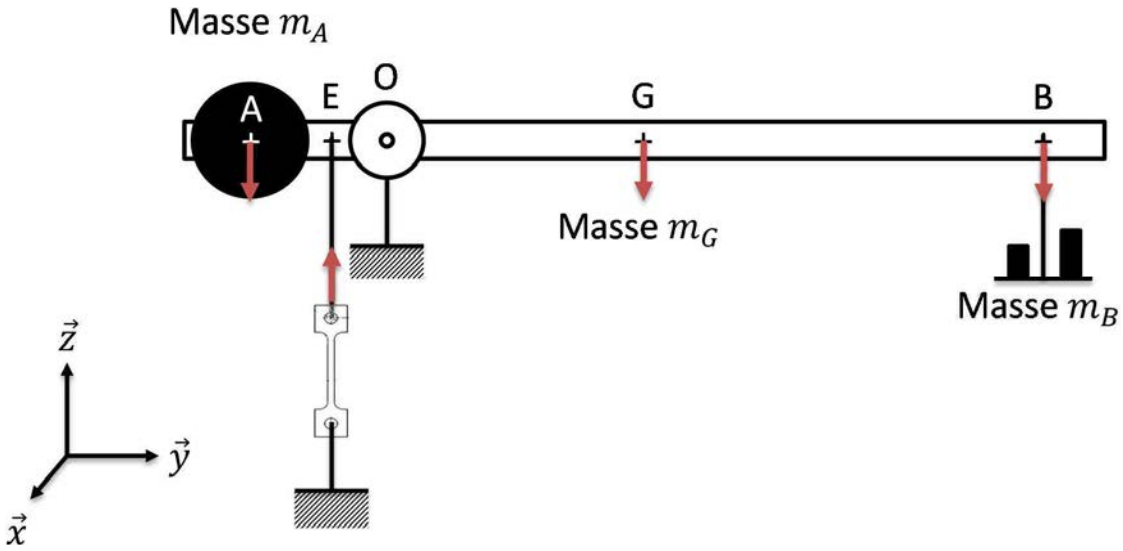


Figure II-28 : Schématisation du principe du banc de fluage à bras de levier

L'équilibre des forces implique que la somme des moments de ces forces au point O soit nulle, soit :

$$\overrightarrow{OA} \wedge \overrightarrow{P_A} + \overrightarrow{OE} \wedge \vec{F} + \overrightarrow{OG} \wedge \overrightarrow{P_G} + \overrightarrow{OB} \wedge \overrightarrow{P_B} = 0 \qquad \textit{équation II-17}$$

$$OA.gm_A + OE.F = OG.gm_G + OB.gm_B \qquad \textit{équation II-18}$$

Or la distance OA est choisie de manière à équilibrer le moment induit par le poids propre du bras de levier. D'où :

$$OA = \frac{OG.m_G}{m_A} \qquad \textit{équation II-19}$$

Le centre de gravité de l'ensemble *bras de levier+Lest A* se trouve alors au point O. La force *F* appliquée à l'éprouvette est donc :

$$F = \frac{OB}{OE}.gm_B \qquad \textit{équation II-20}$$

Avec $\left\|\overrightarrow{OB}\right\| = 1m$ et $\left\|\overrightarrow{OE}\right\| = 5cm$, soit :

$$F = 20.g.m_B \qquad \textit{équation II-21}$$

Où g est la constante d'accélération de la pesanteur. Par exemple, l'application d'un poids mort de 100g au bout du bras de levier permet ainsi d'appliquer un effort de 20N à l'éprouvette. Une cellule de force placée sur la traverse entre l'éprouvette et le bras de levier permet de mesurer la force appliquée à l'éprouvette.

Un four à lampes, constitué de 4 lampes de 25 cm de long situées sur un même niveau est placé autour de l'éprouvette, permettant de réaliser des essais jusqu'à 1200°C avec une homogénéité

en température relativement bonne. Ce four n'a donc qu'une seule zone de chauffe, et non 3 comme le dispositif précédent. La zone utile de l'éprouvette est donc chauffée moins uniformément.

Deux thermocouples sont soudés par points aux extrémités de la zone utile des éprouvettes. Un thermocouple servant au pilotage de la température grâce à un Eurotherm® est placé en bas de l'éprouvette. Un thermocouple de contrôle permettant d'évaluer le gradient de température sur la partie utile de l'éprouvette est placé en haut de la zone utile. La différence de température entre ces deux thermocouples autorisant la validité d'un essai a été fixée à $\Delta T = \pm 9°C$ soit 1% d'erreur relative sur la consigne.

Compte tenu des gradients thermiques et des fonctionnements différents des deux installations (MTS à chaud et banc de fluage), la concordance des résultats a été vérifiée (voir Annexe A).

III.6.2. Moyens de métrologie

III.6.2.1. Extensométrie laser

Le suivi des déformations de la zone utile des éprouvettes au cours des différents essais est majoritairement réalisé au moyen d'un dispositif d'extensométrie laser Mitutoyo. En effet, l'enceinte chauffée ne permet pas d'obtenir une mesure de l'allongement par contact. De plus, des fenêtres en quartz sont présentes sur les parois de l'enceinte placée autour de la cellule d'essai. Cependant ces fenêtres sont trop petites (pas assez hautes par rapport à la longueur utile des éprouvettes) pour permettre une mesure de l'allongement de l'éprouvette directement. C'est donc le déplacement relatif de deux drapeaux en FeCrAl soudés par points au niveau des têtes de l'éprouvette qui permet de déterminer les déformations subies au cours de l'essai. Cette méthode est présentée sur la photographie en Figure II-26 et le schéma en Figure II-29.

Le principe d'interception du faisceau de laser par les drapeaux est illustré par le schéma ci-dessous. L'allongement de la distance entre les drapeaux correspond alors à l'allongement de la longueur utile de l'éprouvette. Ce principe d'extensométrie est utilisé pour tous les essais réalisés sur le banc de fluage, ainsi que sur une partie des essais réalisés sur la machine de traction environnementale.

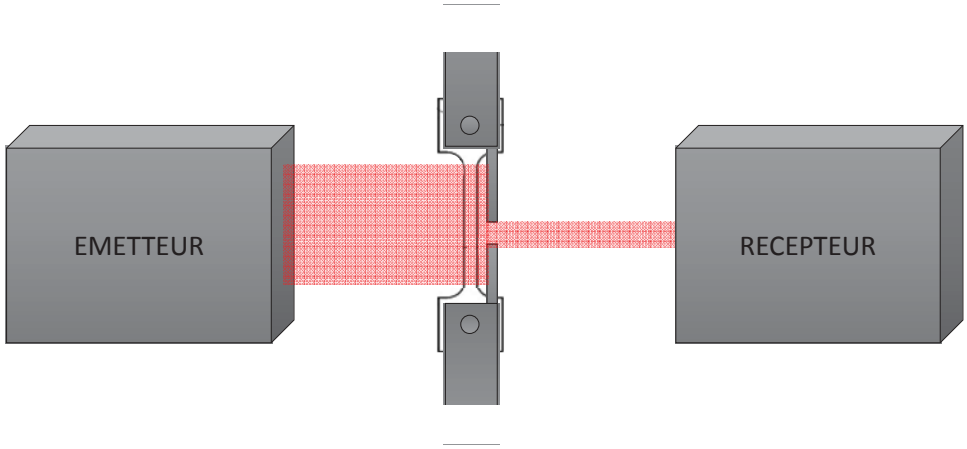


Figure II-29 : Schéma du principe d'extensométrie laser associée à l'utilisation de drapeaux

III.6.2.2. Caméra Keyence et analyse d'images

Au cours de cette étude, l'impossibilité d'utiliser le laser pendant plusieurs mois a été compensée par la mise en place d'une caméra Keyence®. Dans cette configuration, des bandes horizontales sont placées sur la zone utile de l'éprouvette. Ces bandes sont réalisées à l'aide d'un spray d'alumine après la mise en place de masques sur l'éprouvette. Lors de l'essai, un timer permet la prise d'images à intervalles réguliers. Les images ainsi obtenues (voir Figure II-30-A) sont ensuite traitées à l'aide du logiciel *CV-X100 Series Simulation*® qui offre plusieurs outils de mesures. Deux méthodes d'analyse d'images ont été utilisées : la première permet une mesure de l'espace entre deux bandes consécutives (Figure II-30-B) et la deuxième permet de mesurer l'intervalle entre les centres de deux bandes consécutives (Figure II-30-C).

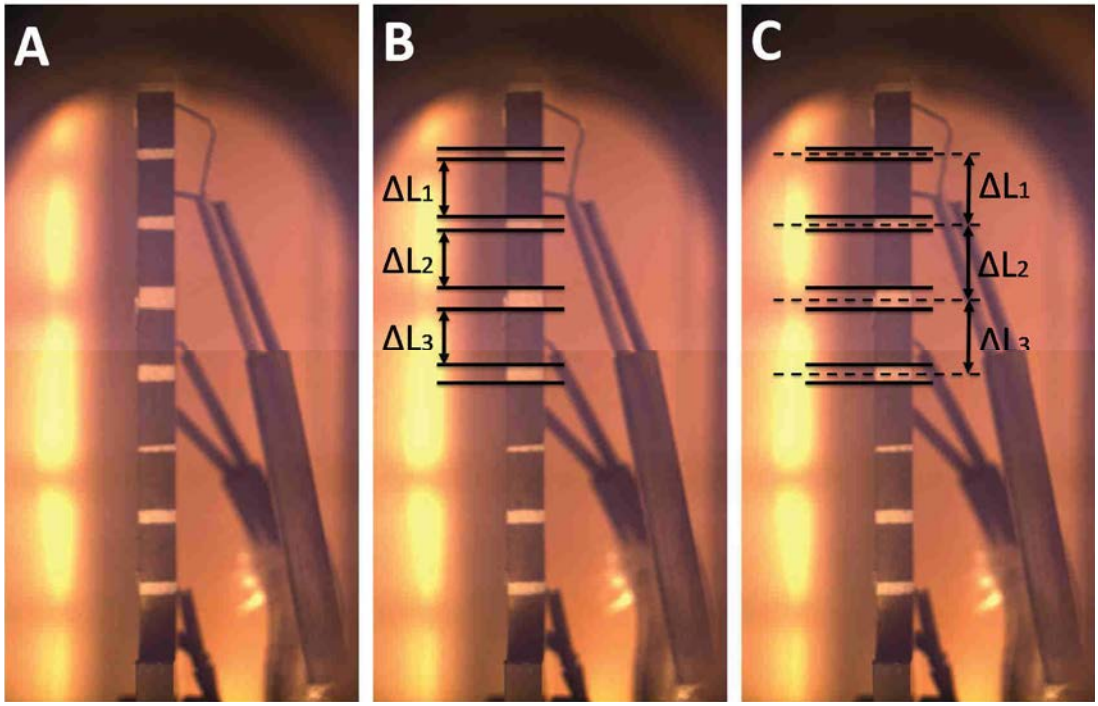


Figure II-30 : [A] Eprouvette de fluage avec « zébrage » à l'alumine pour mesure de l'allongement à l'aide d'une caméra Keyence et schématisation des deux méthodes d'analyse possibles : [B] mesure des intervalles entre bandes et [C] des intervalles entre les centres de deux bandes successives

Les deux méthodes de métrologie présentées ci-dessus permettent une mesure macroscopique de l'allongement de l'éprouvette. Les deux méthodes d'analyse d'images ont montré une bonne concordance des résultats avec les mesures d'allongement par extensométrie laser. Cependant, la méthode mesurant l'espace entre deux bandes consécutives a été retenue dans ce manuscrit car elle est moins sensible au parallélisme et à la netteté des bandes, et les résultats obtenus sont ainsi moins bruités (cf. Annexe B).

III.6.2.3. Corrélation d'images avec le logiciel ARAMIS

Une troisième solution technique a été utilisée lors d'essais de traction permettant d'obtenir une information plus localisée sur la déformation. Il s'agit d'un logiciel de mesure 3D des Déformations Sans Contact fonctionnant à partir de photos prises à intervalles réguliers au cours

de l'essai. Ce logiciel ARAMIS permet de calculer le champ de déformation de l'éprouvette après avoir mesuré un champ de déplacement. Pour cela, un mouchetis fin est déposé sur l'éprouvette à l'aide d'un spray d'alumine (Figure II-31-A). Lors du traitement d'image, l'image couleur est passée en noir et blanc et les contrastes sont maximisés (Figure II-31-B), puis le logiciel traite ce qu'il identifie comme des *facettes* correspondant à des quadrangles de tailles prédéfinies. Un facteur de recouvrement de ces facettes est également prédéfini. Chaque facette est considérée comme un point de mesure, dont les déplacements internes et relatifs sont calculés pour chacune des images successives. Une fois le mouchetis et les paramètres de l'analyse d'image optimisés, il est possible de calculer le champ de déformation de l'éprouvette, ce qui permet notamment d'accéder aux déformations locales et donc à la striction (Figure II-31-C).

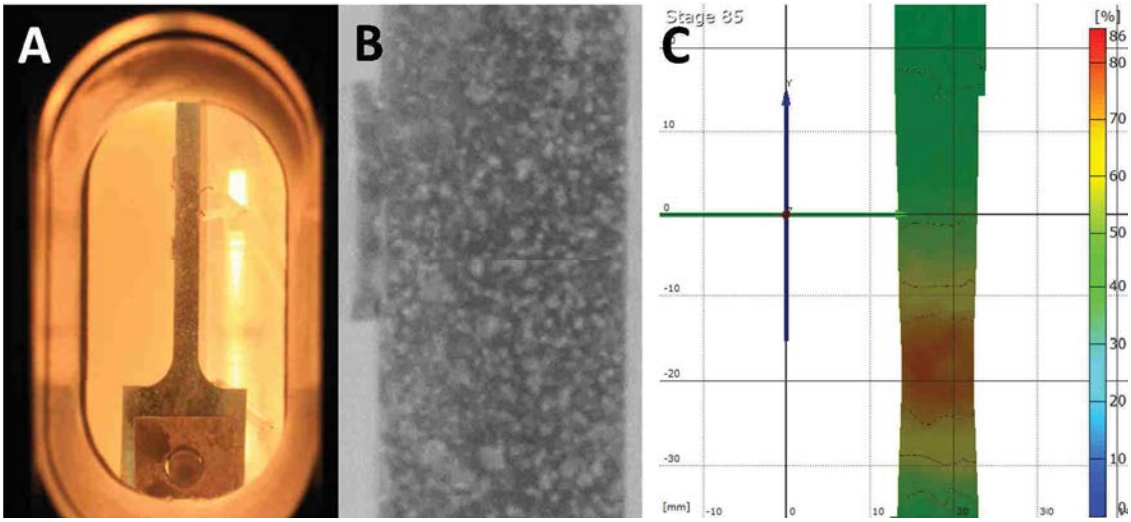


Figure II-31 : Illustration de l'utilisation du logiciel ARAMIS avec photo de l'éprouvette : [A] après dépôt du mouchetis d'alumine, [B] traitement de l'image en noir et blanc et [C] résultat obtenu avec localisation de la déformation au cours de la striction

Cependant il ne peut être utilisé comme moyen de mesure des déformations macroscopiques au cours des essais de fluage longs et son utilisation nécessite un temps de traitement des données nettement plus long que les deux techniques présentées précédemment.

III.6.3. Protocoles d'essais

Pour tous les essais à chaud, la longueur utile initiale L_0 prise en considération est la longueur mesurée une fois la température stabilisée, précédant l'instant où la mise en charge est réalisée.

III.6.3.1. Essais de traction

Le comportement élasto-plastique de la matière à l'état de réception (P20-*B*) et à l'état vieilli (P20-*Support*-257cyc) a été caractérisé. Pour cela, des essais de traction ont été menés sous air sur des éprouvettes prélevées dans le plan $(\vec{L}, \vec{t_c})$. Ces essais de traction simple ont été réalisés sur la MTS qui permet un pilotage en vitesse de déplacement imposée. La vitesse de déformation imposée au cours de ces essais est de $\dot{\varepsilon} = 10^{-3} s^{-1}$. Des essais ont été réalisés à

20°C et pour des températures variables allant jusqu'à 900°C. L'allongement de l'éprouvette a été mesuré par extensométrie laser pour l'intégralité des essais de traction menés au CIRIMAT.

III.6.3.2. Essais de fluage

- Essais de fluage isotherme

Le comportement visco-plastique du matériau à 870°C à l'état brut de réception et pour différents stades du vieillissement a été caractérisé par des essais de fluage. Ces essais ont été réalisés sur la MTS et sur le banc de fluage. Sauf mention contraire, le matériau est considéré comme non vieillissant au cours d'un essai, la durée des essais étant majoritairement négligeable devant la cinétique de vieillissement de cet alliage. Ce point est cependant vérifié par analyse de la microstructure après essai.

Au cours des essais de fluage, une attention particulière a été portée aux vitesses de fluage secondaire. En effet, il a été observé que dans des conditions de fluage sous cycles de température, le fluage primaire est très court et négligeable devant le fluage secondaire (voir essais in situ).

Le comportement viscoplastique de l'alliage sera donc modélisé à 870°C par la loi de Norton avec seuil :

$$\dot{\varepsilon} = \left(\frac{\sigma - \sigma_s}{K_N}\right)^N \qquad \textit{équation II-22}$$

Où K_N et N sont des paramètres caractéristiques de chaque matériau et de la température. La valeur de l'exposant N peut être variable en fonction du domaine de vitesse de déformation considéré, celui-ci ayant tendance dans certains cas à diminuer pour les faibles vitesses. Différents essais de fluage effectués à des contraintes différentes pour une même température permettent la détermination des coefficients qui lient la vitesse de déformation en fluage secondaire et la contrainte.

- Essais de fluage sous cycles thermiques

La modification du comportement viscoplastique de l'alliage par les cycles thermiques successifs entre 40°C et 870°C a été étudiée. Pour cela, des essais de fluage ont été réalisés sous contrainte constante et avec une température variable.

Les essais cycliques à contrainte constante ont été réalisés sur le banc de fluage. Des essais associant un cyclage thermique et un cyclage mécanique ont été réalisés sur la MTS.

Les cycles de température imposés sont représentés sur la Figure II-32. Ces cycles sont constitués d'une rampe de montée en température à 0,5°C.s^{-1}, suivi d'un maintien isotherme à 870°C pendant une heure ou pendant deux heures, et achevés par un refroidissement à l'air de 20 min. Les tracés des deux relevés de température permettent également d'évaluer le gradient de température sur la partie utile de l'éprouvette.

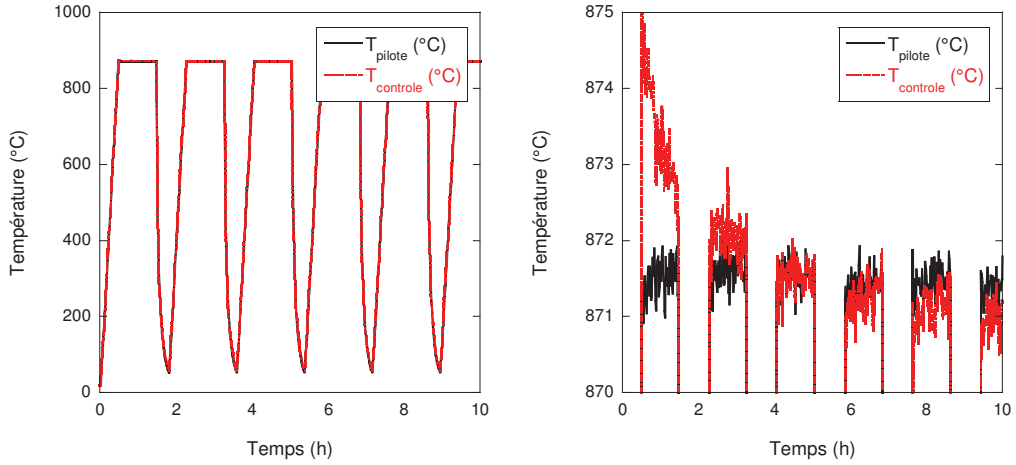


Figure II-32 : [A] Tracé des relevés de température des deux thermocouples utilisés lors des essais cycliques sur le banc de fluage et [B] zoom sur la différence entre les deux relevés au cours des premiers cycles

III.6.3.3. Essais de fluage sous environnement

Ces essais ont été menés uniquement sur la MTS. Afin d'évaluer l'effet d'hydrogène gazeux sur le comportement mécanique de l'alliage à haute température, des essais sous atmosphère contrôlée sont également réalisés. Pour cela, les essais sont menés sous un flux constant d'argon hydrogéné. Du Varigon®5 de Linde est utilisé au cours de ces essais. Celui-ci contient un argon de qualité scientifique et une fraction volumique en H_2 de 5% (±10%).

Avant la mise en chauffe, l'enceinte de la MTS à chaud est préalablement nettoyée par une purge. Pour cela, l'enceinte est placée sous un vide secondaire de minimum 5.10^{-4} mbar avant d'être remplie d'argon hydrogéné. Lors des premiers essais réalisés, l'enceinte était alors fermée et les essais étaient réalisés sous atmosphère confinée. La MTS a ensuite été modifiée afin de permettre un flux d'argon hydrogéné au cours de l'essai. Dans ces conditions, un débitmètre placé sur la partie supérieure du four permet de régler le débit. Les essais présentés dans ce manuscrit ont été réalisés sous un flux continu de 0,05 litres par minute. Une fois le flux stabilisé, une rampe en température est imposée jusqu'à 870°C. La contrainte de fluage est appliquée une fois la thermique de l'éprouvette stabilisée.

III.6.3.4. Essais de relaxation

Il est important de noter que la réalisation des essais de relaxation est délicate et qu'elle nécessite de contrôler très précisément les paramètres du chargement. De plus, compte tenu des faibles niveaux de déformation mis en jeu pendant la relaxation, la rigidité de la machine présente une influence importante sur les résultats de relaxation. La solution idéale est dans ces cas-là de réaliser les essais de relaxation à déformation d'éprouvette constante, c'est-à-dire en asservissant la déformation de l'éprouvette.

Cependant, cette méthode était irréalisable dans le cadre de l'utilisation de la MTS à chaud. Les essais ont donc été menés en considérant une rigidité infinie de la machine, après avoir laissé un laps de temps suffisant pour que le bâti et la traverse soient stabilisés en température. Ce laps de temps a été évalué à deux heures minimum au vu de l'évolution de la position de la

traverse. En effet, tant que le bâti n'est pas stabilisé, sa dilatation implique une évolution de la position de la traverse alors que la pré-charge est appliquée à l'éprouvette.

La contrainte d'essai est ensuite appliquée. La mise en charge se fait à vitesse de déformation imposée $\dot{\varepsilon}_0 = 10^{-3}\ mm.s^{-1}$. Une fois la contrainte cible atteinte, le déplacement de la traverse est bloqué et la relaxation de la contrainte est enregistrée. La fréquence d'acquisition au cours de ces essais a été augmentée dans les premiers instants de la relaxation afin d'avoir un nombre de points suffisants pour modéliser au mieux la relaxation. La relaxation est enregistrée pendant une durée minimale de 20h.

III.6.4. Méthodologie de traitement des données

III.6.4.1. Essais de traction

Les contraintes et déformations réelles sont calculées à partir des données obtenues au cours des essais de traction. Le tracé de la contrainte en fonction de la déformation (Figure II-33) permet d'obtenir les caractéristiques mécaniques élasto-plastiques du matériau. Ces données recherchées sont : Le module d'Young E, la limite élastique $R_{p0,2}$, la résistance maximale R_M et l'allongement à rupture A

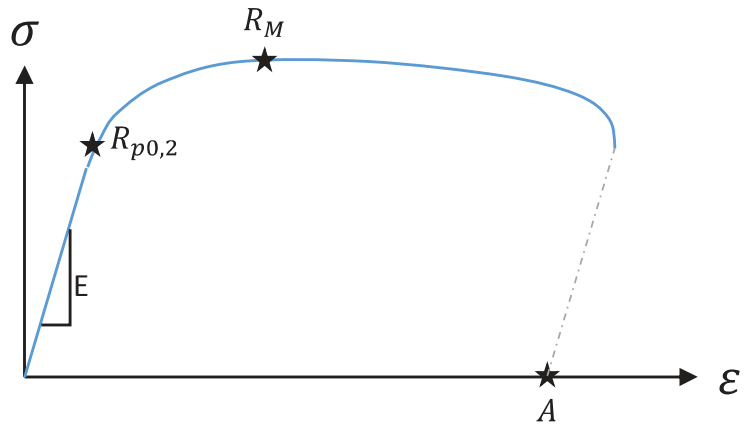


Figure II-33 : Représentation d'une courbe de traction et des données extraites

III.6.4.2. Essais de fluage

Les données obtenues au cours des essais de fluage isotherme permettent d'obtenir la vitesse de fluage pour la contrainte testée. Généralement la déformation réelle étant inférieure à 1%, la variation de la section est négligée, la contrainte est donc considérée comme constante au cours de l'essai. Dans le domaine correspondant au fluage secondaire, une régression linéaire de la courbe déformation réelle en fonction du temps est effectuée. La pente obtenue donne la vitesse de fluage recherchée pour la contrainte de l'essai.

Certains essais, réalisés pour des durées suffisamment longues, induisent une déformation non négligeable de l'éprouvette (>1%). Dans ce cas, la variation de section est prise en compte et la déformation réelle est tracée en fonction de la contrainte réelle. Les courbes expérimentales de déformation en fonction du temps sont bruitées. Elles sont donc lissées par une fonction

polynomiale. La dérivée de cette fonction nous permet d'obtenir la vitesse de déformation en fonction de la contrainte sur la gamme de contrainte balayée.

III.6.4.3. Essais de fluage cycliques

L'analyse des résultats se fait en étudiant la déformation lors des paliers isothermes à 870°C. Cette méthode d'analyse est illustrée en Figure II-34. Dans un premier temps, la déformation de l'éprouvette au cours de l'essai est calculée à partir de l'allongement mesuré entre les drapeaux (Figure II-34-A), les données sont ensuite triées pour retenir uniquement les points où T > 870°C. Ces points, tracés en fonction du temps à température sont représentée en Figure II-34-B. Une régression linéaire est ensuite réalisée afin de déterminer la vitesse de fluage secondaire (Figure II-34-C).

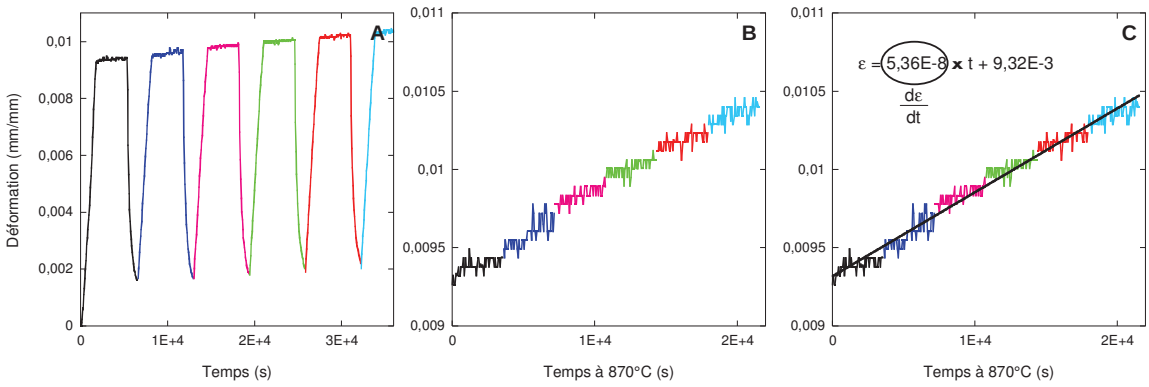


Figure II-34 : [A] Suivi de la déformation au cours d'un essai cyclique, chaque cycle de température étant identifié par une couleur, [B] tracé de la déformation en fonction du temps de maintien à 870°C et [C] détermination de la vitesse de fluage secondaire

III.6.4.4. Essais de relaxation

Dans cette étude, la loi De Gittus (Equation I-40) a montré une bonne correspondance avec les données expérimentales dans l'ensemble des cas étudiés. Cette loi a donc été retenue pour modéliser les courbes de relaxation. On retiendra donc sa dérivée par rapport au temps :

$$\dot{\sigma}(t) = (\sigma_0 - \sigma_\infty).(-\mathrm{Kpt}^{p-1}).\exp(-Kt^p) \qquad \textit{équation II-23}$$

Les paramètres de ces lois ont été déterminés pour chacune des courbes expérimentales en utilisant la méthode des moindres carrés. Le modèle de Gittus est utilisé de manière systématique pour obtenir la relation entre la vitesse de déformation et la contrainte, sur la gamme de contraintes balayée au cours de la relaxation.

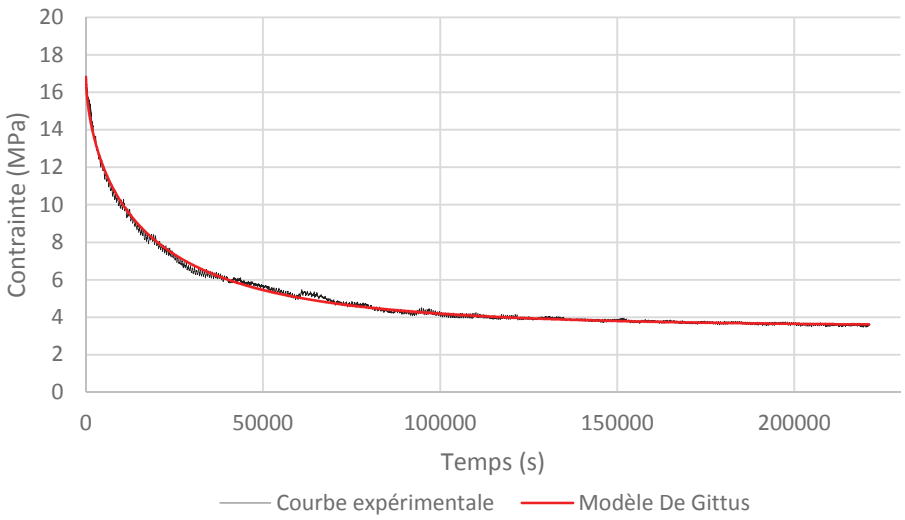


Figure II-35 : Exemple de l'application du modèle De Gittus aux données expérimentales. Essai de relaxation réalisé sur P20-In_situ-257cyc à 870°C pour $\sigma_0 = 16\ MPa$

Références

[1] P. J. Cunat (2008). "Affinage des aciers inoxydables", *Techniques de l'ingénieur*, M7760.

[2] ASTM International (2013). ASTM A240 : Standard Specification for Chromium-Nickel Stainless Steel Plate, Sheet, and Strip for Pressure Vessels and for General Applications, West Conshohocken.

[3] ASTM International (2016). ASTM A480/A480M or ASTM A666 : Standard Specification for General Requirements for Flat-Rolled Stainless and Heat-Resisting Steel Plate, Sheet, and Strip, West Conshohocken.

[4] G. Van der Voort, G. Lucas, E. Manilova, J. Michael (2004). *Microscopy and Microanalysis*, **10**, 2, p°1-6.

[5] D. Henriet, P. Didier. (1992). "Method for pickling or cleaning materials of steel, in particular stainless steel", (U.S. Patent No 5164016 A).

[6] L. F. Li, P. Caenen, J. P. Celis (2008). *Corrosion Science,* **50**, 3, p°804-810.

[7] F. Hairer, A. Karelova, C. Krempaszky, E. Werner, T. Hebesberger, A. Pichler (2008). *"Etching techniques for the microstructural characterization of complex phase steels by light microscopy"*. URL : http://www.mtf.stuba.sk/docs/internetovy_casopis/2008/4mimorc/hairer.pdf

[8] ASTM International (1996). ASTM E112: Standard Test Methods for Determining Average Grain Size, West Conshohocken.

[9] T. J. Collins (2007). *Biotechniques Supplement,* **43**, 1, p°25-30.

[10] M. D. Abramoff, P. J. Magalhaes, S. J. Ram (1997). "Image Processing with ImageJ", (Biophotonics International, Bethesda, USA).

[11] H. M. Rietveld (1969). *Journal of Applied Crystallography,* **2**, p°65-71.

[12] Bruker (2005). *TOPAS V3: General profile and structure analysis software for powder diffraction data*. User's Manual (Bruker AXS, Karlsruhe, Germany).

[13] W. L. Bragg (1912). *Nature,* **90**, p°410.

[14] E. Macherauch (1958). *Conférence : International Kolloquium der Hochschule for Elektrotechnik*, vol. 1, p°359-364.

[15] E. Macherauch, P. Müller (1961). *Zeitschrift für angewandte physik,* **13**, 7, p°305-312.

[16] M. François (1997). Document de formation générale, (ENSAM Paris). Chapitre 4 : Détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X.

[17] J. C. Michel (1998). « Méthode d'homogénéisation des matériaux en mécanique ». Ecole Thématique du CNRS, p°79.

[18] B. Sundman, B. Jansson, J. O. Andersson (1985). *Calphad,* **9**, 2, p°153-190.

Chapitre 3 : Résultats expérimentaux

Ce chapitre présente les résultats obtenus au cours de cette étude. Une première partie s'attache à caractériser le matériau, de son état de réception, à son état métallurgiquement stable à 870°C. Les différents stades du vieillissement et les transformations de phases observées seront détaillées et caractérisées. La seconde partie présente les résultats obtenus lors de la caractérisation du comportement mécanique de l'acier 310S entre 20°C et 870°C. De plus, les différents paramètres identifiés, tels que le cyclage thermique, l'atmosphère gazeuse, et les contraintes mécaniques imposées aux outillages dans les conditions *in situ* seront mis en lien avec le vieillissement et le comportement mécanique de l'alliage. Les couplages entre vieillissement métallurgique et propriétés mécaniques feront l'objet d'une attention particulière.

I. Etude métallurgique de l'alliage

Les paramètres métallurgiques de l'alliage à l'état de réception ainsi que son vieillissement sont étudiés. Les conditions industrielles fixent la température d'utilisation des outillages à 870°C. Ainsi, l'étude du vieillissement de l'alliage se concentre uniquement sur cette température. La formation de la phase σ à 870°C dans l'acier austénitique 310S mène à une modification considérable du comportement mécanique de l'alliage. La caractérisation et la compréhension de cette précipitation sont donc au cœur de cette étude. Cette première partie vise également à comprendre le vieillissement accéléré observé dans les conditions industrielles. Pour cela, l'influence de différents paramètres sur la cinétique de cette transformation sont étudiées expérimentalement, à savoir : le vieillissement sous contraintes, l'atmosphère spécifique et le cyclage thermique.

Une caractérisation préalable des matériaux P10-*B*, P20-*B* et P50-*B* n'a pas mis en évidence de différences particulières entre ces produits. Cette étude se concentre donc sur le plat de 20, qui permet d'avoir le matériau dans deux états : P20-*B* et P20-*Support*-257cyc. Dans un premier temps, les caractéristiques du matériau à l'état de réception sont détaillées. L'étude du vieillissement dans des conditions variables à 870°C fait l'objet d'une deuxième partie. La mise en évidence et la compréhension d'un vieillissement accéléré, observé dans les conditions d'emploi par Safran Landing Systems, sont explorées dans une troisième partie, et des hypothèses sont formulées pour expliquer ce phénomène au vu des résultats expérimentaux obtenus.

I.1. Microstructure à l'état de réception

Cette partie détaille les résultats obtenus lors de l'étude métallurgique du matériau à l'état de réception. La microstructure ainsi que les phases en présence sont décrites et quantifiées. De fortes hétérogénéités chimiques et microstructurales sont également mises en évidence.

I.1.1. Microstructure de la matrice austénitique γ

Une étude de la taille de grain de la matrice austénitique est réalisée par l'analyse d'images obtenues en microscopie optique. Des échantillons du lot P20-*B* sont prélevés dans le plan $(\vec{L}, \vec{t_L})$ à différentes profondeurs de la surface puis préparés pour la réalisation d'observations métallographiques. Les prélèvements sont effectués en proche surface, puis pour des profondeurs de 2 mm et 5 mm, ainsi que dans le plan médian des plaques (profondeur de 10 mm). Une attaque électrolytique à l'acide oxalique est ensuite utilisée pour révéler la microstructure. Les mesures réalisées par la méthode de l'intercept [1] (cf. chapitre 2, II.5.1) permettent d'évaluer une taille de grain variant entre 25 et 30 µm sur l'épaisseur du P20-*B* (Figure III-1). Aucune anisotropie n'a été mise en évidence en comparant les mesures réalisées dans le sens long et le sens travers long. L'écart-type maximal sur ces mesures, obtenues pour l'échantillon prélevé à une profondeur de 10 mm, est de 2,5 µm. Abstraction faite de la mesure en proche surface, les autres mesures semblent indiquer une diminution de la taille de grain vers la surface. Ceci pourrait être expliqué par l'écrouissage variable sur l'épaisseur du matériau induit par le laminage à chaud.

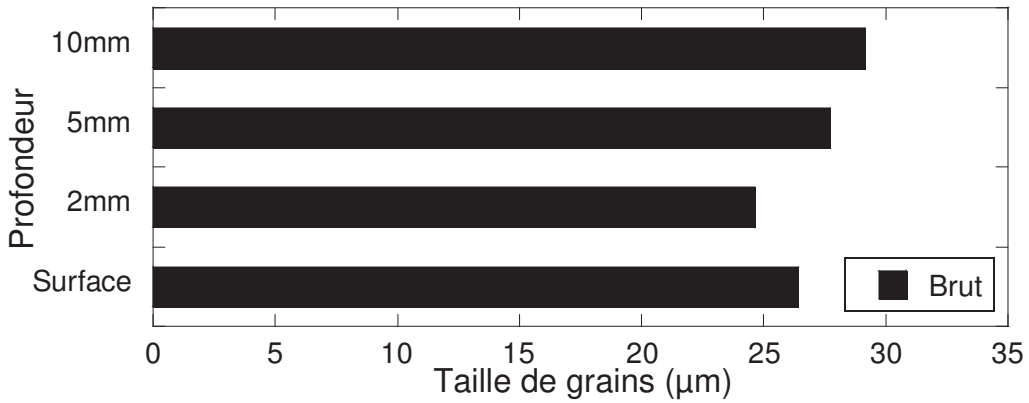


Figure III-1: Taille de grain moyenne (en µm) mesurée à différentes profondeurs dans le P20-*B par la méthode des intercepts. Mesure dans les directions L et* t_L

Une analyse plus fine de la taille de grain est réalisée à cœur par EBSD, sur une surface de 600x420 µm², comme illustré en Figure III-2-A. Elle met en évidence une forte hétérogénéité de cette taille de grain. Cette hétérogénéité est représentée par la dispersion des mesures, illustrée par le diagramme en boîte de la Figure III-2-B : sur cette zone, la taille de grain varie entre 2,5 µm² et 39379 µm². Ce résultat apporte une information qui n'était pas visible sur les observations réalisées par microscopie optique. En effet, après l'attaque électrolytique, il est difficile de distinguer les joints de macles des joints de grains, et les grains de petite dimension sont moins bien distingués. Les informations cristallographiques fournies par les analyses

EBSD sont donc particulièrement intéressantes dans ce cas. Les diagrammes en boîte présentés indiquent les valeurs minimales et maximales mesurées, ainsi que la médiane et les quartiles inférieurs et supérieurs calculés.

La taille de grain moyenne obtenue ainsi présente une précision moindre étant donné la faible surface analysée, en comparaison à la surface étudiée par la méthode des intercepts.

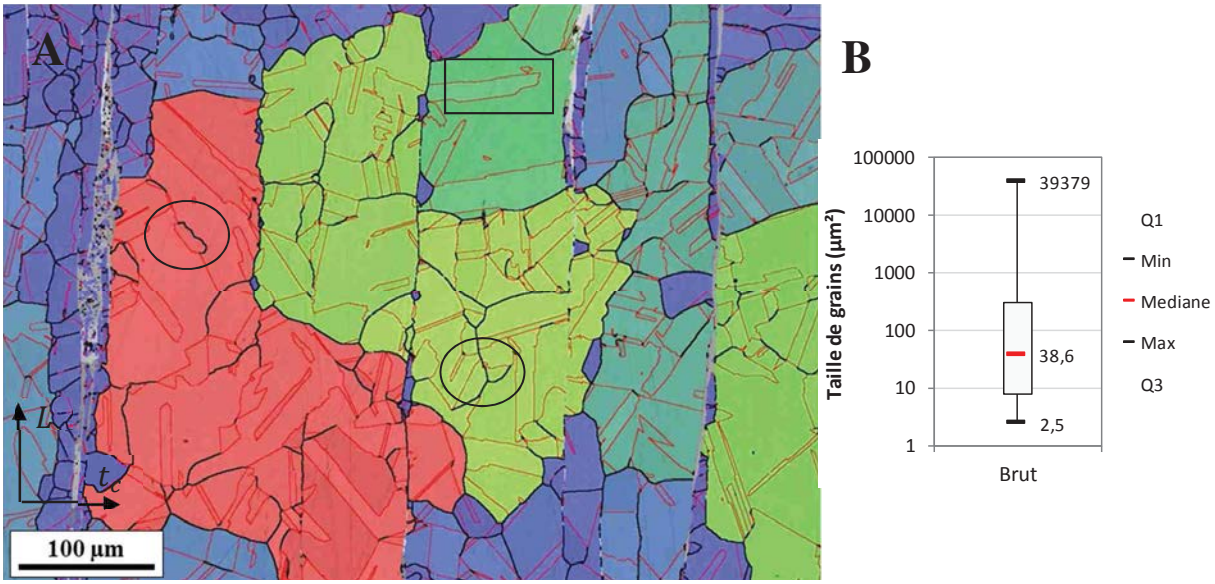


Figure III-2: [A] Observation EBSD d'un échantillon P20-*B à cœur (L,t_c). En noir sont tracés les joints de grains (>2°), en rouge les macles, et en jaune les sous-joints de grains (<2°). Les grains sont colorés selon leur dimension, du bleu au rouge pour des tailles de grain croissantes. [B] représentation statistique des tailles de grain mesurées sur cette image donnée par le diagramme en boîte*

Les grains les plus volumineux apparaissent comme étant partiellement recristallisés, avec des joints de grains non fermés (en noir, encerclés sur la Figure III-2-A). De nombreuses macles, dont la désorientation est définie par une rotation d'angle 60° autour de l'axe <111> sont visibles (en rouge, encadrée sur la Figure III-2-A). Il s'agit principalement de macles thermiques. En revanche, peu de sous-joints de grains (angle <2°, en jaune) sont visibles sur ce cliché. Ces observations sont certainement les conséquences d'une recristallisation dynamique discontinue au cours du laminage à chaud [2].

Cette image met également en évidence une structuration régulière, dans le sens du laminage (vertical sur la Figure III-2-A), accompagnée ou non de précipités. La distribution régulière de ces lignes, constituées de précipités (en gris) et de joints de grains, forme un alignement traversant la longueur des plaques. Les distances mesurées entre ces bandes sont de l'ordre de 110 µm. Celles-ci sont vraisemblablement héritées de l'espace inter-dendritique primaire, puis sont modifiées par le laminage à chaud.

Par ailleurs, des analyses EBSD et des mesures de texture par DRX sont effectuées afin d'étudier une possible texture de la microstructure. Aucune texture particulière n'est mise en évidence lors de cette étude, ce qui tend à valider l'hypothèse d'un mécanisme de recristallisation dynamique discontinue lors de la mise en forme du matériau.

En revanche, une importante quantité de défauts cristallins (macles et dislocations) est mise en évidence dans l'austénite lors d'observations réalisées en microscopie en transmission (Figure III-3).

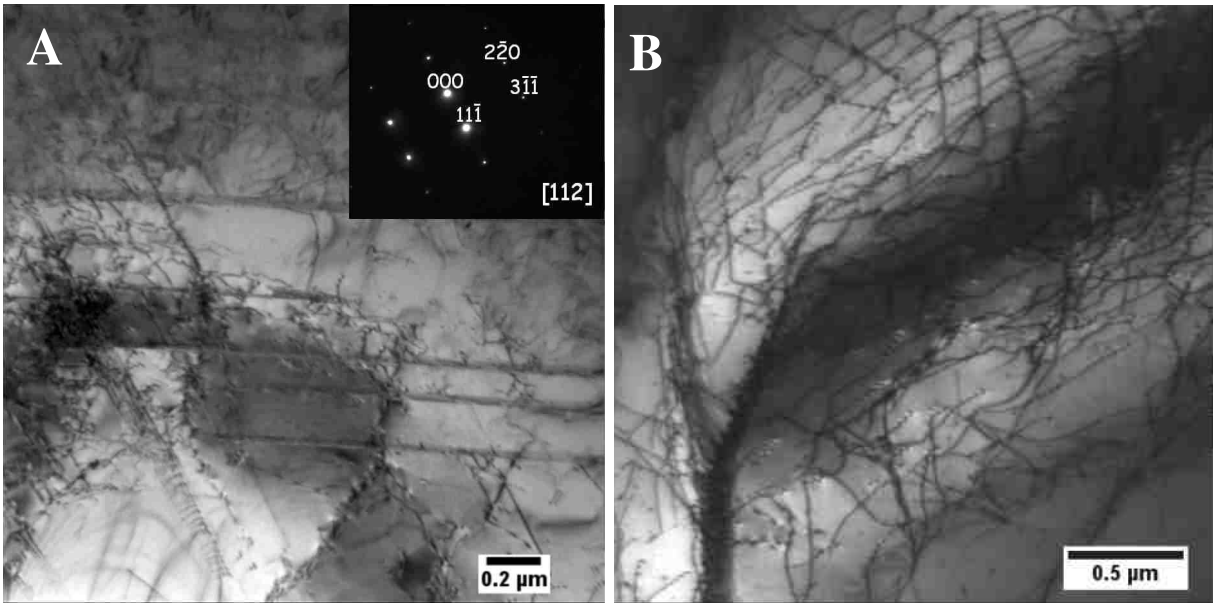


Figure III-3 : Observation MET des défauts cristallins [A] de type macles sur un échantillon P20-*B et [B] concentration de dislocations*

I.1.2. Précipités : nature et organisation

I.1.2.1. Observations expérimentales

Plusieurs méthodes ont été utilisées afin de caractériser les précipités observés dans le matériau à l'état de réception. Il s'agissait notamment de mettre en évidence la présence de ferrite δ. L'analyse des diffractogrammes obtenus par DRX et par diffraction de rayonnements synchrotron n'a pas permis de valider la présence de ferrite δ, les fractions volumiques n'étant pas suffisantes pour distinguer les pics du bruit de fond. Des observations MET ont été réalisées sans que la ferrite δ ne soit observée : les lames n'en contenaient pas. Cependant, la faible zone observée sur un échantillon MET n'est pas nécessairement représentative de l'ensemble du matériau. Des analyses EBSD ont donc été réalisées sur un échantillon de P20-*B*.

Les données cristallographiques utilisées sont celles données précédemment (cf. chapitre 1, I.). Une cartographie EBSD, obtenue sur un échantillon de P20-*B* est présentée en Figure III-4-A. L'image en contraste de bandes illustre de nouveau la structure en bandes, espacées de 110 µm, observée précédemment en Figure III-2. L'identification des phases observées est illustrée en Figure III-4-B : les rubans de précipités verticaux sont composés de phase σ et de ferrite δ haute température. Certains carbures $M_{23}C_6$ sont également observés au sein de ces bandes.

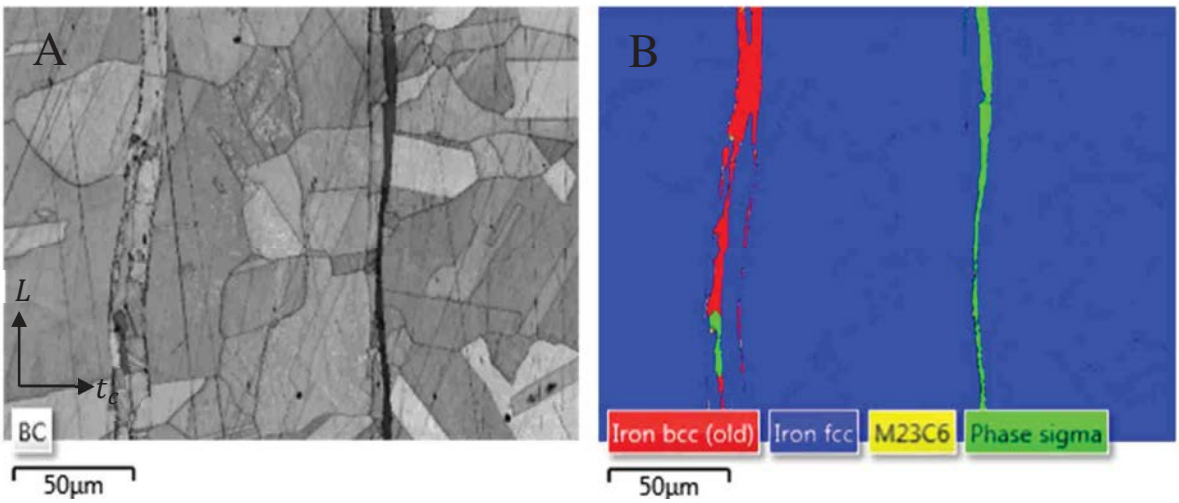


Figure III-4 : [A] Observation EBSD d'un échantillon de P20-*B en contraste de bande et [B] identification cristallographique des phases en présence*

La présence de ces deux phases associées laisse supposer que la ferrite δ s'est formée au cours de la solidification de l'alliage et n'a pas été dissoute par le traitement d'hypertrempe réalisé. Les domaines d'équilibre de ces deux phases étant nettement distincts, il semble qu'une partie de cette ferrite δ est transformée en phase σ au cours du laminage à chaud, laissant apparaître à certains endroits la trace d'anciens joints de grains δ/γ. La transformation de la ferrite donnant la phase σ et de l'austénite résiduelle [3, 4], les rubans de phase σ apparaissent plus fins que ceux constitués de ferrite δ.

Il est également intéressant de remarquer la forte hétérogénéité de l'organisation de ces deux phases. Si la ferrite δ et la phase σ sont mises en évidence à cœur, elles ne sont pas observées en peau sur une épaisseur variant, selon les échantillons, de 1,5 mm à 2 mm (Figure III-5-A). En étudiant le matériau de la surface vers le cœur, une zone libre de précipités est donc observée. L'apparition de ces deux phases est associée à la présence de bandes fines, dont les longueurs et épaisseurs augmentent en se rapprochant du plan médian des tôles (Figure III-5-B).

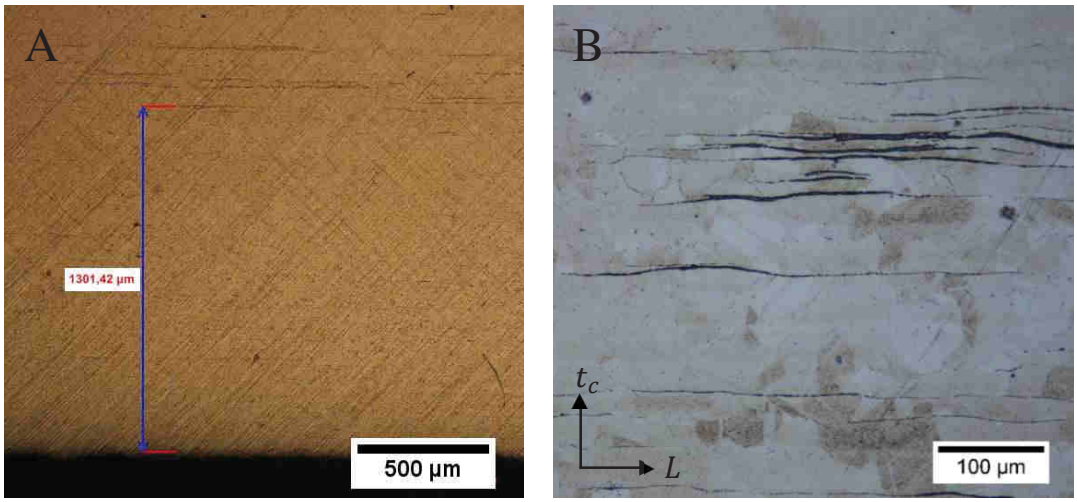


Figure III-5 : Observation MO d'un échantillon P20-*B (L,t_c) après attaque Kalling : hétérogénéité de la précipitation sur matériau [A] en surface, et [B]à cœur*

I.1.2.2. Calculs thermodynamiques

La présence de ferrite δ dans le matériau à l'état de réception peut être observée dans l'acier inoxydable 310 d'après la littérature [5, 6]. Celle-ci a été validée dans l'acier 310S étudié par les observations expérimentales précédentes. Des calculs thermodynamiques ont donc été menés avec ThermoCalc afin d'étudier cette précipitation lors de la solidification.

Un calcul de solidification à l'équilibre prédit la formation de 2% en masse de ferrite, entre 1400 et 1350°C, associée à la solidification de l'austénite. En prolongeant ce calcul vers des températures plus basses, une disparition rapide de la ferrite est prédite.

Un calcul de solidification par le modèle de Scheil, négligeant la diffusion à l'état solide, et considérant les vitesses de diffusion infinies à l'état liquide pour toutes les températures, a donc été réalisé. Le domaine de température à laquelle se forme la ferrite δ est illustré en Figure III-6 où le chemin de solidification est représenté en fonction du temps. Ce modèle mène à une fraction de ferrite δ formée de 50%, donc bien plus élevée que le calcul de solidification précédent.

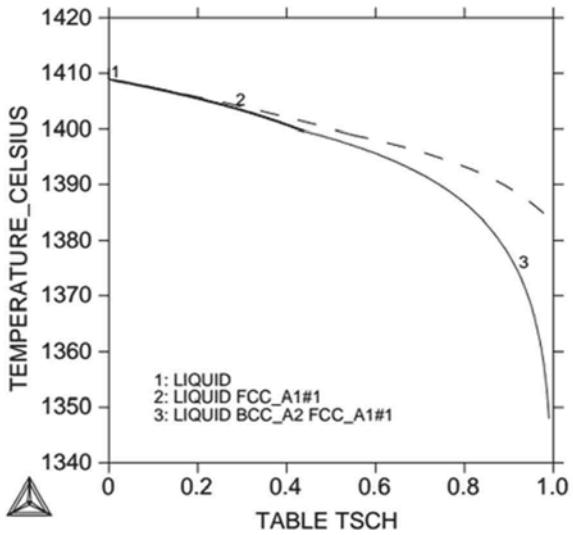


Figure III-6 : Chemin de solidification, calcul de Scheil utilisant la base ThermoCalc TCFE7

La prise en compte ou non de la diffusion influence donc fortement les calculs thermodynamiques. Dans les deux cas de figure, la solidification est achevée par la formation de carbures $M_{23}C_6$.

I.1.3. Carbures

De nombreux carbures sont observés dans la matière à l'état de réception. Ces carbures sont principalement localisés au niveau des joints de grains comme illustré par la micrographie en Figure III-7-A. L'importante quantité de carbures visibles dessine nettement les joints de grains. Une imagerie par microscopie électronique à balayage permet d'observer à une échelle plus fine leur morphologie et leur localisation (Figure III-7-B). Ces carbures sont également mis en évidence au niveau des joints de macles en quantité minoritaire.

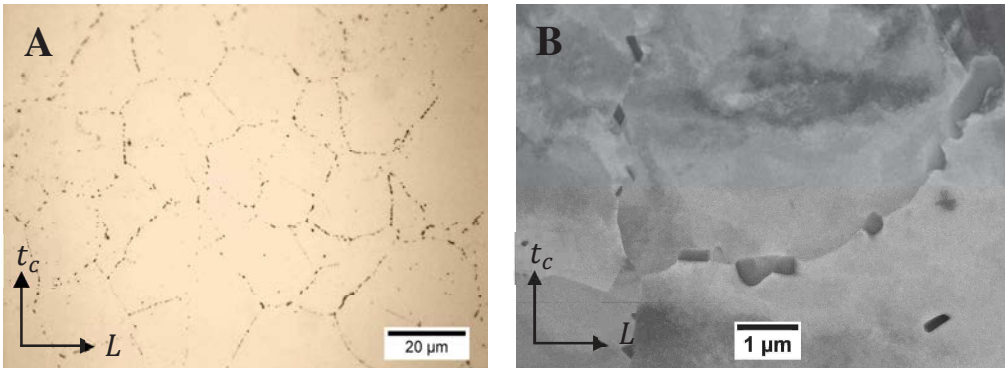


Figure III-7 : Observation des carbures sur un échantillon de P20-*B, [A] par MO après attaque Murakami et [B] en MEB-FEG*

Cependant ces carbures sont trop fins et en quantité trop faible pour que leur cristallographie soit identifiée par DRX classique ou par rayonnement synchrotron. Des observations par microscopie en transmission sont donc réalisées. L'analyse locale, par des clichés de diffraction sur des lames MET, permet de confirmer leur nature : il s'agit des carbures de chrome $M_{23}C_6$ (Figure III-8).

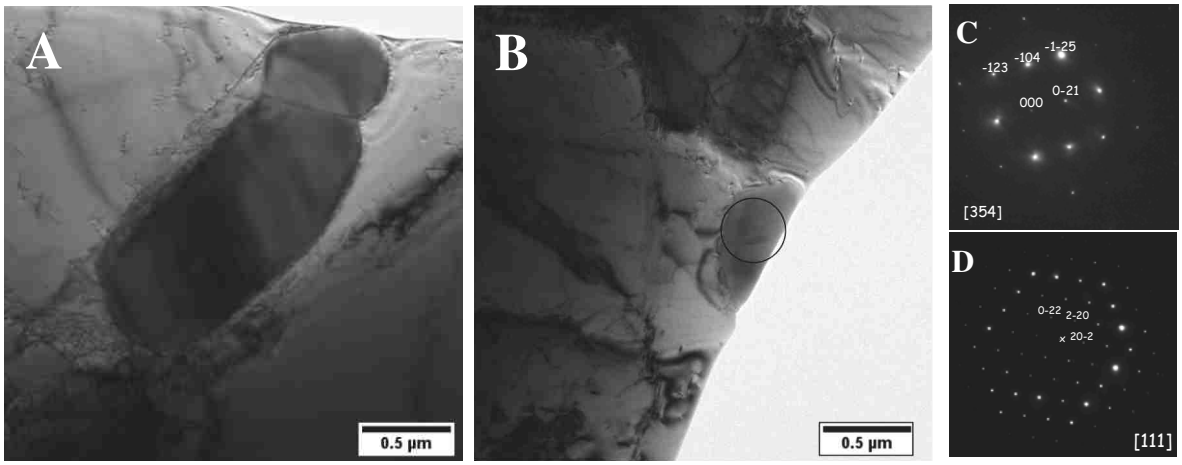


Figure III-8 : [A, B] Observation MET de carbures $M_{23}C_6$ identifiés par des clichés de diffraction (respectivement [C, D]) dans un échantillon de P20-*B*

Leur composition en éléments métalliques est déterminée par EDX sur la lame MET : 20,3 at%C – 63,1 at%Cr – 14,2 at%Fe – 1,6 at%Ni – 0,6 at%Mn – 0,2 at%Si. Ils sont donc fortement enrichis en chrome et en carbone.

Des calculs thermodynamiques réalisés à l'aide de Thermocalc donnent une température de solvus de ces carbures de 1020°C pour cette composition d'alliage. Le traitement d'hypertrempe annoncé aurait donc dû participer activement à leur dissolution. Les taux de fer et de nickel mesurés expérimentalement sont très faibles en comparaison à la composition de la matrice, ce qui est en accord avec les données thermodynamique qui prévoient une teneur en chrome et en fer respectivement de 69 at% et 9 at%.

I.1.4. Mesures des contraintes résiduelles

Au vu de l'hétérogénéité de l'organisation des précipités dans le matériau à l'état de réception, une étude comparative entre le cœur et la surface des échantillons est réalisée. Dans un premier

temps, des mesures de dureté Vickers sont effectuées pour une charge de 0,2 kg. Un fort durcissement est observé en surface de l'échantillon comme illustré par le profil de dureté reporté en Figure III-9. L'épaisseur affectée par ce durcissement en surface est inférieure à 500 µm.

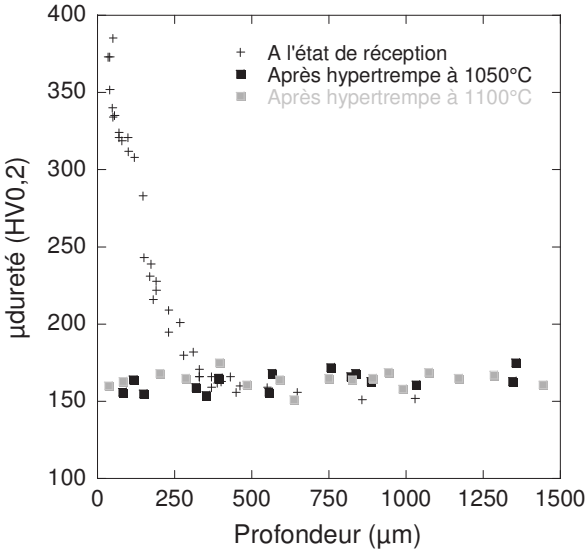


Figure III-9 : Profils de microdureté Vickers (HV0,2) sur un échantillon de P20-*B et après réalisation d'une hypertrempe de dix minutes à 1050°C et 1100°C*

Des mesures de contraintes résiduelles sont réalisées en surface et à cœur du matériau brut suite à ces observations. Des échantillons, prélevés dans le plan (L, t_L), à cœur et en surface d'échantillons du lot P20-*B*, sont polis minutieusement afin de minimiser les contraintes surfaciques liées à la préparation. Les diffractogrammes 2D obtenus par diffraction des Rayons X sont traités par la méthode des $sin^2\psi$. On mesure des contraintes biaxiales en compression, et sans cisaillement. Les résultats sont détaillés ci-dessous :

$$\sigma_{surf} = \begin{pmatrix} -306 \pm 14 & -5 \pm 9 \\ -5 \pm 9 & -325 \pm 14 \end{pmatrix} \qquad \sigma_{coeur} = \begin{pmatrix} -174 \pm 22 & -22 \pm 14 \\ -22 \pm 14 & -189 \pm 24 \end{pmatrix}$$

Le faible nombre de mesures réalisées ne permet pas de déduire la répartition exacte des contraintes en traction/compression. Cependant, il apparaît que les contraintes mesurées dans le plan de laminage sont très élevées, avec plus de 300 MPa en surface et 180 MPa à cœur. Ces contraintes indiquent un niveau d'écrouissage élevé dans le matériau brut, et plus particulièrement en surface. Elles devraient être moindres au vu du traitement d'hypertrempe annoncé par le certificat de la matière. Cependant, le redressage des plaques après traitement thermique peut aussi générer des forts niveaux de contraintes.

Le certificat de conformité du lot matière fourni annonce que le matériau à l'état de réception a subi une hypertrempe entre 1050°C et 1100°C. Des hypertrempes ont donc été réalisées sur des échantillons de P20-*B* afin d'étudier l'influence d'un traitement thermique sur cette dureté accrue en surface. Deux échantillons sont donc traités, le premier à 1050°C et le deuxième à 1100°C. Ces traitements sont constitués d'une rampe de montée en température à 5°C.s^{-1}, suivie d'un maintien à température pendant 10 minutes, puis d'une trempe à l'eau permettant un refroidissement très rapide, considéré comme quasi-instantané ($e_{éch} < 5mm$).

Suite à ces hypertrempes, de nouveaux profils de microdureté sont réalisés. Les résultats sont comparés aux résultats précédents en Figure III-9. Les profils obtenus sont similaires pour les deux températures de traitement, et la dureté n'évolue plus entre le cœur et la surface. Les deux températures de traitement ont donc le même effet sur la microstructure de l'alliage, ce qui permet de valider la gamme de température prévue pour ce traitement d'hypertrempe. Un court maintien dans cet intervalle de température gomme l'état de contrainte en surface, ce qui remet en cause la qualité du traitement d'hypertrempe annoncé par le fournisseur.

I.1.5. Hétérogénéités chimiques

La composition chimique locale du matériau brut est également étudiée. Pour cela, des profils de composition réalisés à l'aide d'une microsonde de Castaing, permettent de caractériser la répartition des éléments en surface et à cœur du matériau à l'état de réception. Ces profils sont effectués sur un échantillon P20-*B,* le long de lignes perpendiculaires au sens de laminage, dans le plan (L, t_c). Les résultats, présentés en Figure III-10, apportent de nombreux renseignements. D'une part, les mesures réalisées permettent de valider la composition donnée par le fournisseur, d'autre part, elles mettent évidence une nouvelle hétérogénéité entre le cœur et la surface du matériau.

Le profil obtenu en surface du matériau présente une homogénéité chimique classique avec des profils réguliers (Figure III-10-A). En revanche, le profil réalisé à cœur révèle des ségrégations chimiques régulières (Figure III-10-B). Les appauvrissements locaux en fer correspondent à une augmentation conjointe de l'ensemble des fractions massiques en éléments d'alliage (Cr, Ni, Si, Mn). La régularité de ces alternances (enrichissement/appauvrissement) est certainement héritée de la structure de solidification, et plus particulièrement des espaces interdendritiques secondaires [7]. Les points correspondants à des enrichissements en chrome associés à des appauvrissements en nickel, nettement plus marqués que la tendance générale, correspondent à des mesures localisées au niveau des précipités qui présentent une composition fortement enrichie en chrome [8].

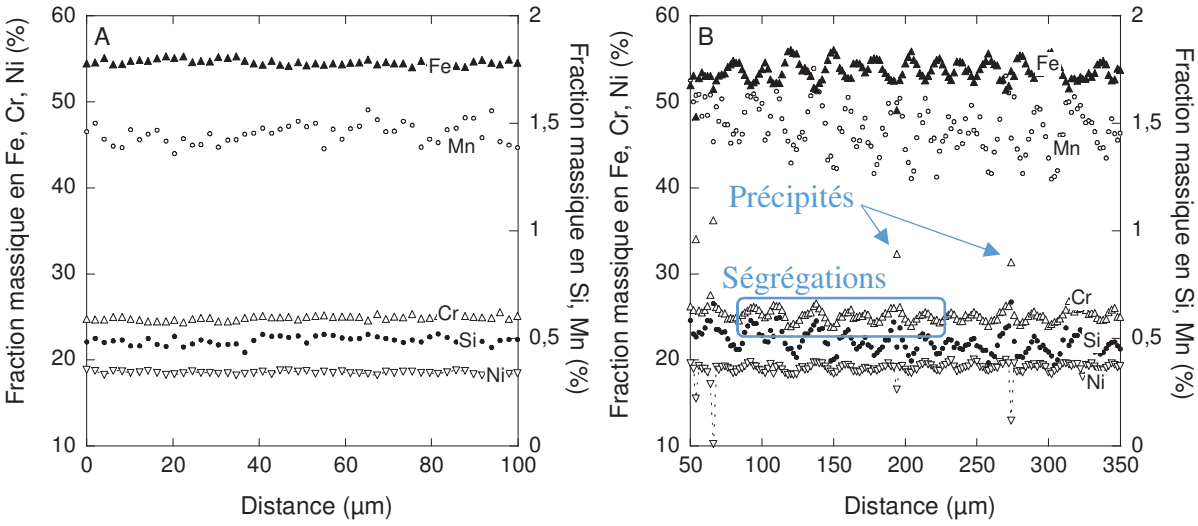


Figure III-10 : Profils de composition chimiques mesurée à la microsonde de Castaing sur un échantillon de P20-*B, [A] depuis la surface et [B] à cœur*

Conclusion

Le matériau à l'état de réception présente une microstructure fortement hétérogène : des hétérogénéités de microstructure et des hétérogénéités chimiques ont été mises en évidence, à l'échelle microscopique comme à l'échelle macroscopique. La présence de ferrite δ, de phase σ, et de carbures $M_{23}C_6$ est observée. Par ailleurs, des contraintes résiduelles biaxiales ont été mesurées, mettant en cause la qualité de l'hypertrempe annoncée par le fournisseur. Ces contraintes résiduelles peuvent être éliminées par un traitement d'hypertrempe court entre 1050°C et 1100°C.

I.2. Vieillissement à 870°C

La précipitation de la phase σ et des carbures $M_{23}C_6$ qui a lieu au cours du vieillissement à 870°C modifie fortement la matrice. Dès les premiers traitements thermiques à cette température, des évolutions chimiques et métallurgiques sont observables. Pour des durées de vieillissement plus importantes, la formation de phase σ fortement enrichie en chrome modifie également la composition de la matrice et affecte la précipitation des carbures $M_{23}C_6$.

Cette partie de l'étude vise à caractériser le vieillissement de l'acier 310S à 870°C, ainsi que l'ensemble des paramètres pouvant l'influencer.

I.2.1. Evolution de la microstructure

Etant donnée la structure métallurgique particulière du matériau à l'état de réception, et en particulier la recristallisation non achevée observée, des clichés EBSD sont réalisés sur un échantillon ayant subi un vieillissement isotherme de 2 h à 870°C (Figure III-11-A).

Ces observations permettent de mettre en évidence une évolution microstructurale très rapide du matériau dans les premières heures de vieillissement. Après seulement deux heures à 870°C, la ferrite haute température n'est plus observée. Les rubans de précipités sont toujours présents à cœur, mais ils sont maintenant uniquement constitués de phase σ et de carbures $M_{23}C_6$. En surface, la microstructure ne présenta pas d'évolution et seuls les carbures $M_{23}C_6$ sont observés dans la matrice austénitique.

La Figure III-11-B illustre un autre résultat : la taille des grains maximale mesurée (8500 µm²) est nettement inférieure à celle mesurée dans la matière à l'état de réception par la même méthode (40 000 µm²). La taille de grain moyenne a légèrement augmenté en revanche. L'apparition de sous joints de grains (désorientation inférieure à 2°, en jaune) est également à noter.

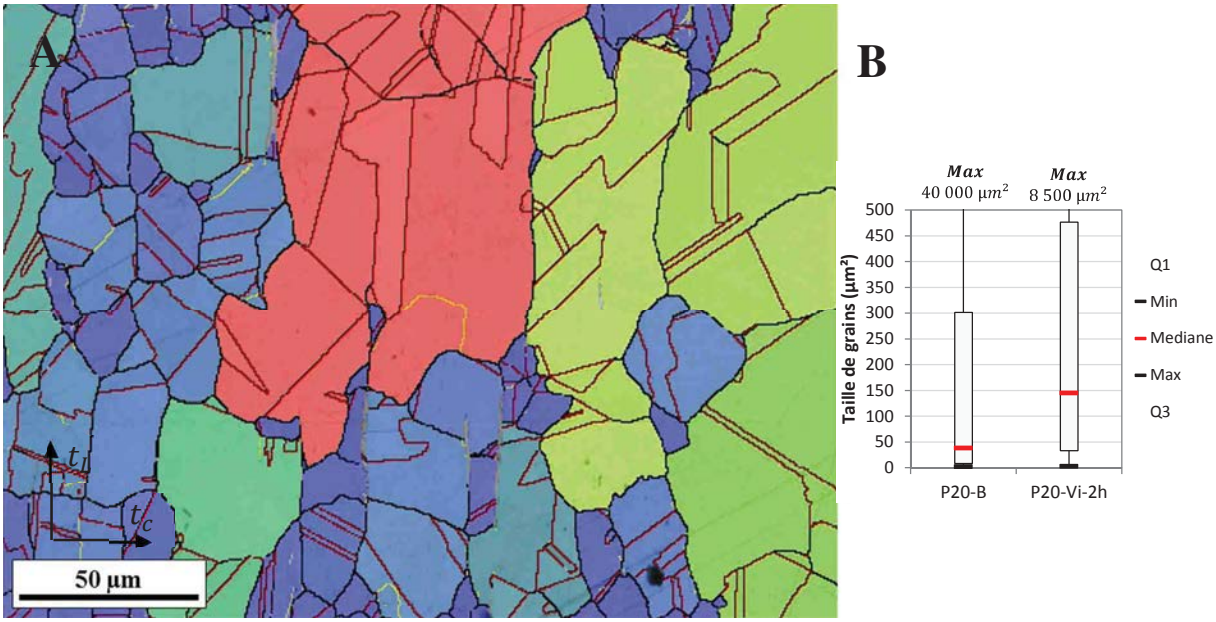


Figure III-11: [A] Observation EBSD après un maintien de 2h à 870°C. [B] représentation statistique des tailles de grain mesurées sur cette image est comparée aux mesures sur P20-*B par les diagrammes en boîte*

Une hétérogénéité de tailles de grain est toujours observable, mais elle est nettement moins importante que sur le P20-*B*. Après 2 heures de vieillissement à 870°C, la variabilité des tailles de grain sur la zone observée est d'un facteur 1000. Sur la Figure III-2, à l'état de réception, cette variabilité était 5 fois plus élevée. Ceci confirme l'évolution rapide de la structure du matériau observée.

Afin d'étudier l'état de vieillissement le plus avancé possible, une étude de la taille de grain est menée sur un échantillon vieilli de P20-*Support*-257cyc. Les mesures sont effectuées de manière identique à celles menées sur l'échantillon P20-*B* : dans un premier temps par la méthode des intercepts, puis plus localement par EBSD.

Les états dits « Brut » et « Vieilli » dans cette partie correspondent respectivement aux échantillons de P20-*B* et P20-*Support*-257cyc. Les tailles de grain, mesurées par la méthode des intercepts sur des échantillons prélevés à différentes profondeurs, sont comparées en Figure III-12.

La taille de grain moyenne obtenue est similaire à celle mesurée sur le P20-*B*, correspondant à l'indice ASTM G=8 [1]. L'augmentation de la taille de grain avec la profondeur observée précédemment est toujours observée après 257 cycles en service. Ce profil peut être expliqué par le taux d'écrouissage plus important observé en surface après laminage. La quantité de joints de macles et de sous joints de grains est donc plus importante en surface, autorisant la formation de grains plus petits dans les anciens grains.

Cependant, l'écart-type de ces mesures est de l'ordre de 3 µm, ces résultats sont donc insuffisants pour déterminer une évolution significative de la taille de grain.

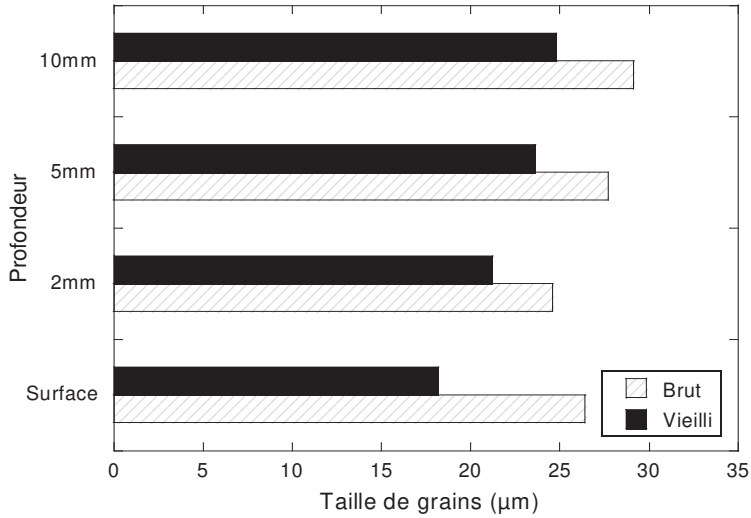


Figure III-12 : Résultats en µm de la mesure de taille de grain à différentes profondeurs dans la matière vieillie

Une analyse de la taille de grain, plus précise et plus localisée, a été réalisée sur les échantillons de P20-*Support*-257cyc. Les mesures sont faites par EBSD sur une surface de 0,5 mm^2. Les résultats sont comparés en Figure III-13 à ceux obtenus précédemment sur le P20-*B*. Sur cette figure, la taille de grain est indiquée en surface (µm²) et en diamètre équivalent, correspondant au diamètre d'un cercle de surface égale à celle mesurée.

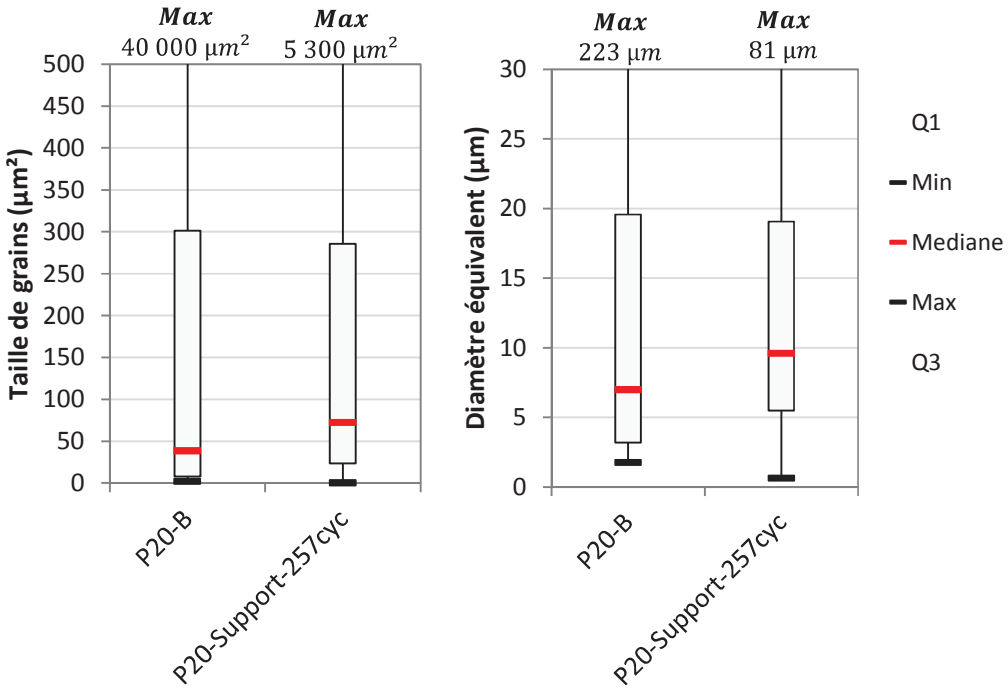


Figure III-13 : Données sur la taille de grain mesurée par EBSD et représentées par des diagrammes en boîte, [A] mesure de la surface des grains et [B] rayon du cercle de surface équivalente calculé. Les diagrammes en boîte présentés indiquent les valeurs minimales et maximales mesurées, ainsi que la médiane et les quartiles inférieurs et supérieurs calculés

Le vieillissement observé à 870°C induit donc une croissance des grains en moyenne. Cependant, les grains recristallisés observés dans le P20-*B,* de dimensions particulièrement

importantes, ne sont plus observés dans le matériau vieilli. En effet, la taille de grain maximale mesurée sur les surfaces analysées passe de 40 000 µm² dans le P20-*B*, à 5300 µm² dans le P20-*Support*-257cyc, en conservant les mêmes conditions de traitement des cartographies EBSD. Ces observations sont liées aux déformations importantes des grains au cours du vieillissement. Les joints de grains de ceux-ci correspondent alors à d'anciens joints de macles principalement. Ces résultats confirment également l'évolution très rapide de la microstructure, dès le premier cycle de deux heures.

La déformation des grains recristallisés induite par le vieillissement dans des zones non soumise aux contraintes mécaniques, mais pouvant subir des contraintes d'origine thermiques au cours des cycles successifs, est illustrée plus précisément en Figure III-15, d'après des observations EBSD. Sur ces figures, les images de gauche (a, b, c) correspondent au P20-*B*, et les images de droite (A, B, C) au P20-*Support*-257cyc. Les légendes et les histogrammes des mesures sont indiqués à droite des images. Sont illustrés successivement :

- Une diminution de la taille de grain maximale avec le vieillissement est observée sur [A] en comparaison à [a], ainsi qu'une homogénéisation générale de la taille des grains par rapport aux résultats présentés en Figure III-2.

- Pour chaque point de mesure, les faibles désorientations locales sont quantifiées. La moyenne des désorientations entre le pixel analysé et les pixels du Kernel au 1er voisin (cf. Figure III-14) est calculée, en excluant les désorientations supérieures à un angle limite correspondant à l'angle de désorientation seuil d'un joint de grains. Le résultat global est illustré par une échelle, du bleu au rouge, indiquant ces désorientations internes. [b] On observe peu de désorientations locales dans le cas du P20-*B* : seules certaines zones déformées apparaissent, autour des rubans de ferrite δ qui sont grisés sur l'image. Les lignes marquées correspondent à des rayures de polissage. [B] Dans le cas du P20-*Support*-257cyc en revanche, de nombreuses désorientations internes des grains sont observées dans toutes les zones du matériau. Ces déformations plastiques sont vraisemblablement liées à la relaxation des contraintes résiduelles mesurées précédemment, qui prend place au cours du vieillissement.

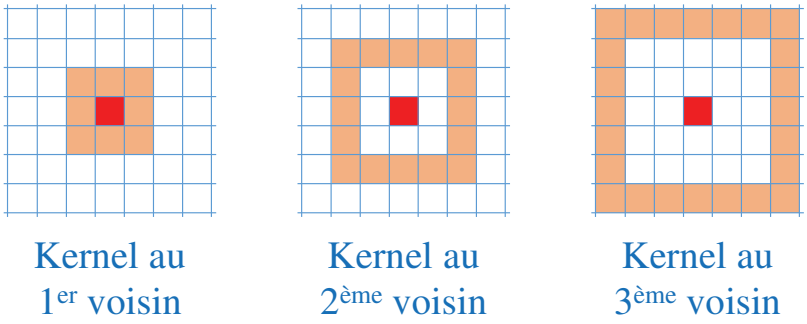


Figure III-14 : Représentation du Kernel selon le nombre de voisins choisi

- Les grains sont colorés de sorte que les grains recristallisés apparaissent en bleu, les grains déformés en rouge et les grains sous structurés en jaune. Pour cela, les grains sont reconstruits puis les désorientations internes moyennes sont calculées. Les joints de grains et de macles (en noir), et les sous joints de grains (en rouge), sont également

indiqués. [c] La majorité des grains sont recristallisés et très peu de grains sont déformés dans le matériau brut. Ceux-ci sont principalement localisés autour des précipités. [C] Dans le cas du P20-*Support*-257cyc les tendances sont notablement inversées. La majorité des grains sont déformés. On remarque également une grande quantité de sous joints de grains qui sont apparus pour accommoder ces déformations.

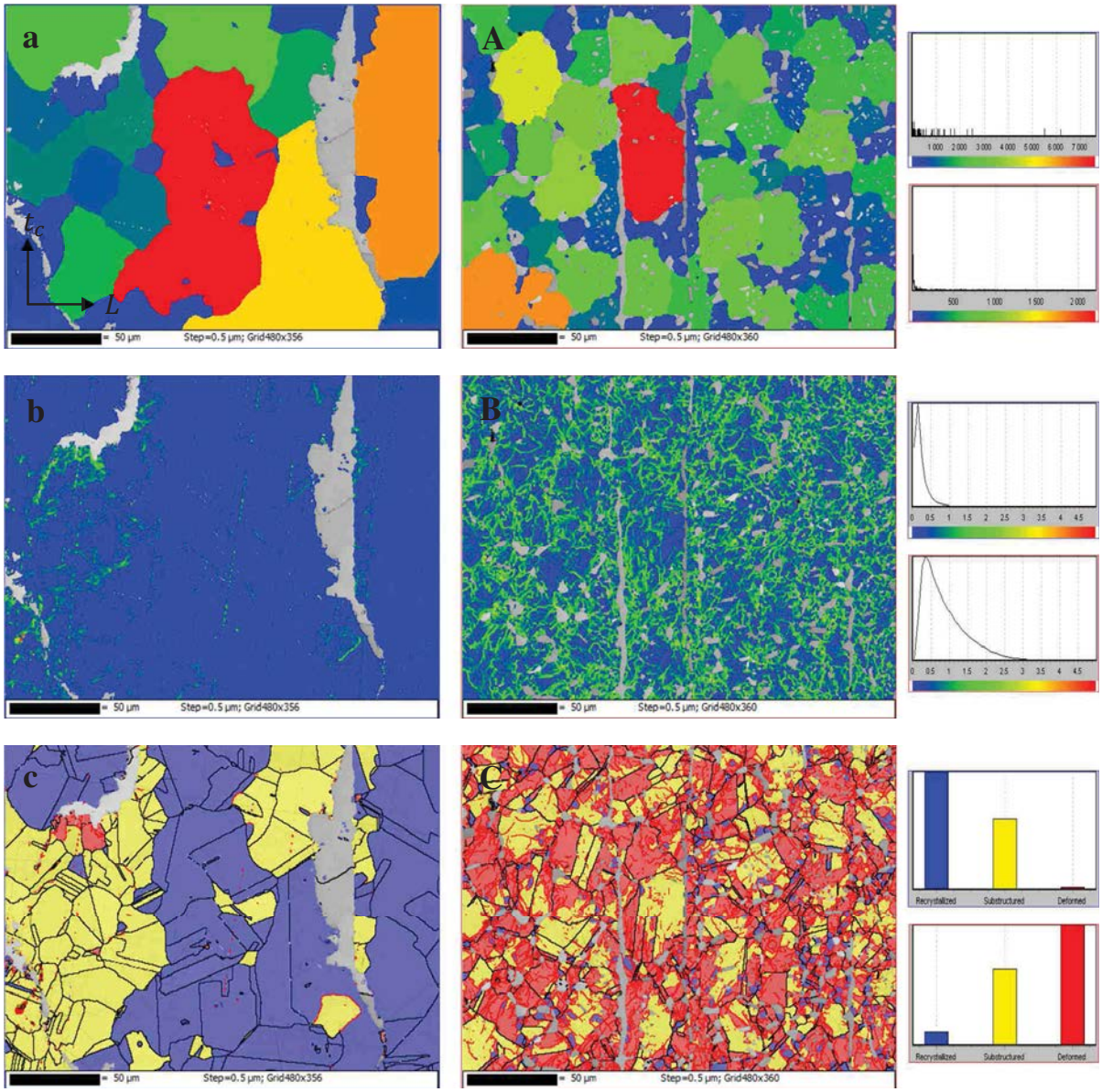


Figure III-15 : Observations EBSD sur des échantillons [a, b, c] P20-*B et [A, B, C]* P20-*Support*-257cyc : *[a et A] indications sur la taille des grains : les couleurs sont affectées en fonction de la taille de grain mesurée selon les échelles indiquées à droite des deux clichés, [b et B] les désorientations internes des grains, et [c et C] les fractions de grains recristallisés/déformés*

En parallèle, des mesures de contraintes résiduelles ont également été réalisées sur un échantillon de P20-*Support*-257cyc prélevé en surface, selon la même méthode que celle utilisée en I.1.4. On mesure des contraintes biaxiales en compression inférieures à celles mesurées sur le matériau brut :

$$\sigma_{brut} = \begin{pmatrix} -306 \pm 14 & -5 \pm 9 \\ -5 \pm 9 & -325 \pm 14 \end{pmatrix} \qquad \sigma_{vieilli} = \begin{pmatrix} -126 \pm 13 & -8 \pm 9 \\ -8 \pm 9 & -148 \pm 13 \end{pmatrix}$$

Il apparaît que le fort niveau de contraintes résiduelles mesuré sur le P20-*B* semble s'être relaxé. Les déformations des grains, illustrées précédemment, permettent donc une relaxation des contraintes.

I.2.2. Transformations de phases

Les transformations de phases observées lors du vieillissement de l'acier 310S à 870°C sont présentées dans cette partie. Des calculs thermodynamiques sont préalablement réalisés en utilisant la composition réelle de l'alliage afin de prédire les équilibres thermodynamiques attendus.

I.2.2.1. Calculs thermodynamiques

Les équilibres thermodynamiques du matériau attendus entre 400°C et 1000°C sont calculés à l'aide de ThermoCalc. La composition utilisée est la composition donnée par le certificat de conformité du lot P20-*B*. Les fractions massiques de phase calculées sont représentées en Figure III-16.

Le matériau est, à l'équilibre, totalement austénitique entre 1370 et 1000°C, température d'apparition des carbures. Lorsque la température diminue encore, il est possible de former la phase σ. D'après les calculs réalisés pour cette composition, le domaine d'équilibre de la phase σ s'étend de 450°C à 900°C. En dessous de ces températures, l'équilibre correspond à la décomposition de la phase σ, associée à la formation de ferrite α et α'.

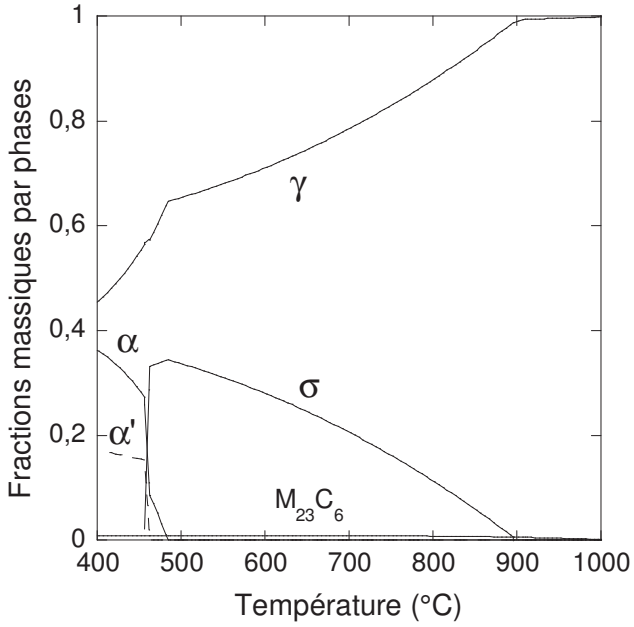


Figure III-16 : Calculs à l'équilibre des fractions de phases entre 400°C et 900°C (Thermocalc®)

Ces calculs permettent de prévoir à l'équilibre à 870°C des fractions massiques de : 0,8% de carbures $M_{23}C_6$ et 4% de phase σ. A plus basses températures, le phénomène de démixtion Fe-Cr est observé avec la formation de ferrite α et α', respectivement appauvrie et enrichie en chrome.

Afin de prendre en considération les fortes hétérogénéités chimiques mises en évidence à cœur précédemment, des calculs thermodynamiques ont également été réalisés pour des variations de compositions similaires à celles mesurées expérimentalement. La teneur en chrome, principal élément affectant la précipitation de la phase σ, a donc été choisie comme variable pour ces calculs. Les résultats, présentés en Figure III-17, montrent qu'une variation de $^{+}/_{-}$ 0,5% de la teneur massique en chrome entraîne une variation de $^{+}/_{-}$ 2% du taux de phase σ à l'équilibre.

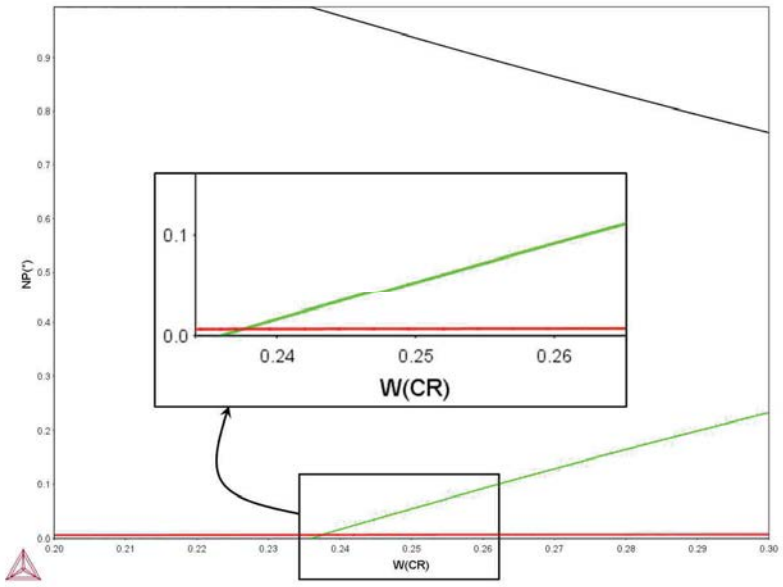


Figure III-17 : Calculs à l'équilibre des fractions de phases pour une teneur en chrome variant autour de la composition de l'alliage (Thermocalc®). Ces calculs ont été réalisés pour T=850°C

I.2.2.2. Précipitation des carbures

La présence de carbures M_7C_3 et $M_{23}C_6$ a été mise en évidence dans le matériau vieilli. Les identifications sont réalisées par des clichés de diffraction réalisés en microscopie en transmission sur un échantillon de P20-*Support*-257cyc. Des exemples sont illustrés en Figure III-18.

La présence de carbures $M_{23}C_6$ est observée (Figure III-18-A et B), tout comme dans le matériau brut (cf. I.1.3). En revanche, des carbures M_7C_3 ont également été mis en évidence (Figure III-18-C et D). Ils peuvent être issus de l'élaboration du matériau, et sont très stables jusqu'à très haute température. Il apparaît vraisemblablement que, bien que non observés sur la lame MET correspondante, ils soient également présents dans le matériau brut. Ces carbures présentent des tailles très inférieures aux carbures $M_{23}C_6$. Les compositions chimiques en

éléments d'alliage ont été mesurées par EDX sur la lame MET et les valeurs moyennes relevées sont :

- Carbures $M_{23}C_6$: 81% Cr, 15% Fe, 3% Ni + Mn et Si sous forme de traces.
- Carbures M_7C_3 : 72% Cr, 22% Fe, 4% Ni + Mn et Si sous forme de traces

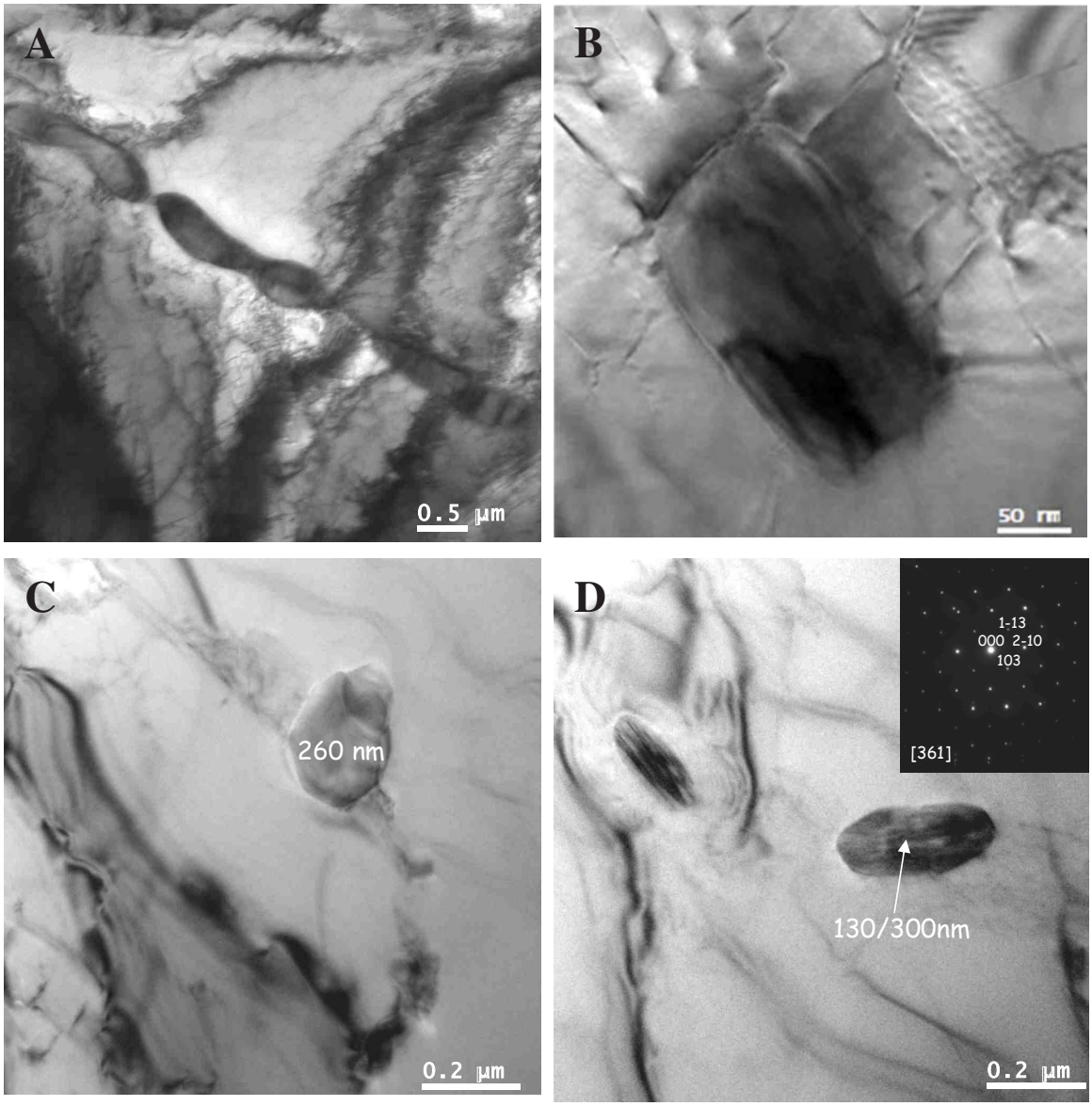


Figure III-18 : Observations MET de carbures dans un échantillon de P20-*Support*-257cyc. *Il s'agit de carbures [A, B] $M_{23}C_6$ et [C, D] M_7C_3*

Une étude métallographique dédiée à ces carbures a été menée. Initialement, ils sont principalement localisés au niveau des joints de grains (cf. I.1.3). Au cours du vieillissement à 870°C, ils se forment également à l'intérieur des grains d'austénite. Cette organisation des carbures est visible en Figure III-19 : certains carbures (en noir) forment des alignements avec les rubans de phase σ (rose pâle), puis en considérant que la phase σ est majoritairement localisée au niveau des joints triples il apparaît que de nombreux carbures sont intragranulaires. L'organisation de ces carbures est fortement hétérogène à l'échelle microscopique. De plus, aucun carbure n'est observé sur les interfaces σ/γ.

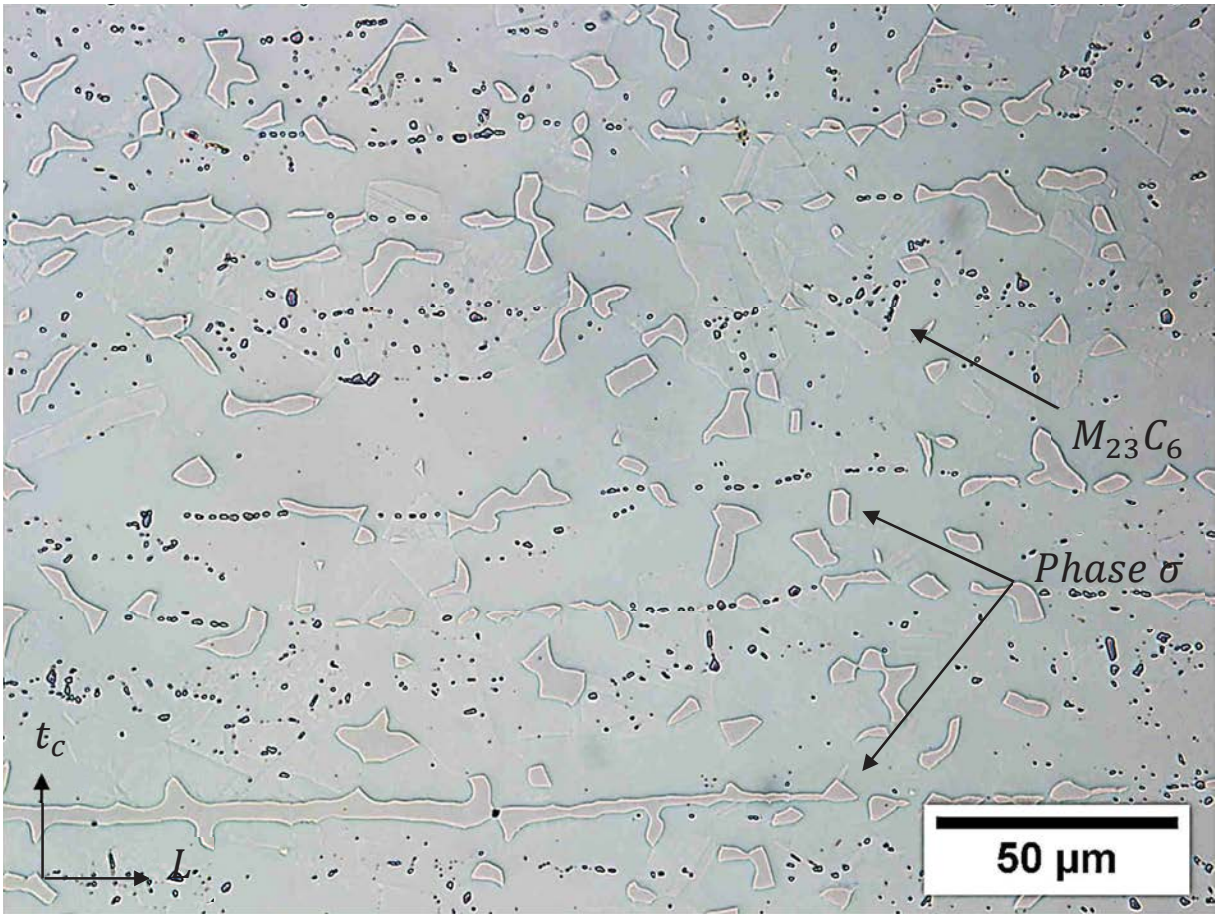


Figure III-19 : Observation MO du matériau vieilli, après polissage OPS et attaque Murakami : les carbures apparaissent en noir et la phase σ en rose pale

La fraction volumique de carbures formée au cours du vieillissement a été mesurée pour des durées de vieillissement variables. La mesure de la fraction volumique de carbures formée après différents vieillissements a été menée par analyse d'images après une attaque Murakami. Cependant les résultats obtenus présentaient une forte variabilité : les fractions mesurées sont inférieures à 1%, et le biais induit par l'attaque associé à l'erreur faite en analyse d'image ne permettent pas de mesurer quantitativement l'évolution de la fraction de ces carbures au cours du vieillissement. Une étude plus approfondie a donc été réalisée par EBSD. Les résultats seront présentés par la suite en lien avec l'étude de la formation de phase σ.

I.2.2.3. Précipitation de la phase σ

La présence de phase σ est mise en évidence par EBSD et MET dans la matière à l'état de réception (cf. I.1.2). Après 2 heures de maintien à 870°C, la quasi-totalité de la ferrite δ présente est transformée en phase σ comme illustré en Figure III-20. La fraction volumique de phase σ mesurée par analyse d'images atteint alors 1,1% (cf. I.3.1).

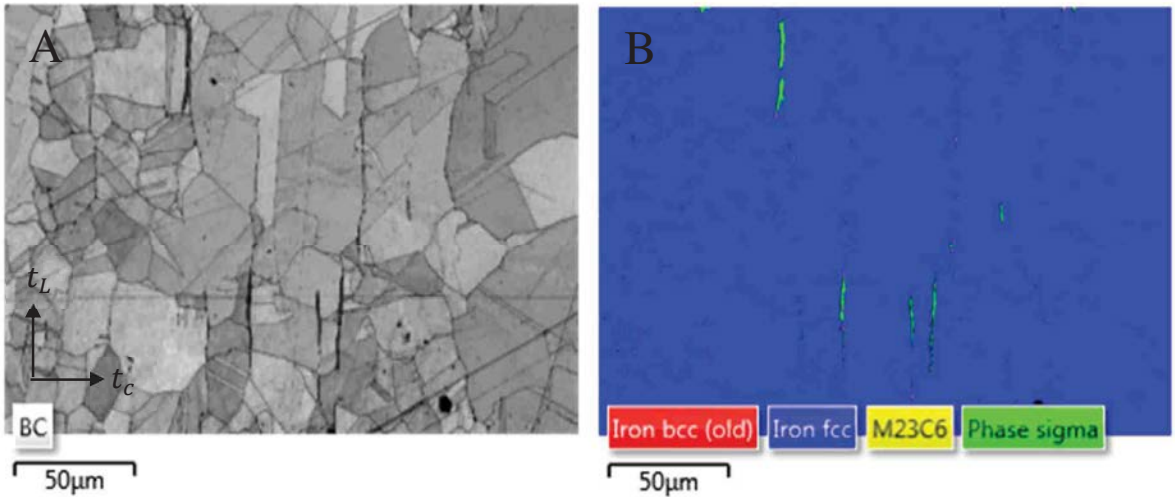


Figure III-20 : [A] Observation EBSD d'un échantillon de P20-In_situ-1cyc en contraste de bande et [B] identification cristallographique des phases

La phase σ se forme donc dans un premier temps, et pour des temps de maintien relativement courts, depuis la ferrite δ. Pour des durées de vieillissement plus longues, la transformation de phase σ directement depuis l'austénite a également été mise en évidence. L'étude du P20-*Support*-257cyc met en évidence des fractions de phase σ atteignant 13%. Les fractions volumiques de phase σ sont quantifiées par analyse Rietveld de diffractogrammes dans un premier temps comme illustré en Figure III-21. Les carbures en revanche ne peuvent être quantifiés par cette méthode, car ils n'apparaissent pas sur les diffractogrammes. Les résultats d'analyses quantitatives plus complètes, ainsi que les transformations de phase associées à la phase σ, seront détaillés dans la partie I.3.

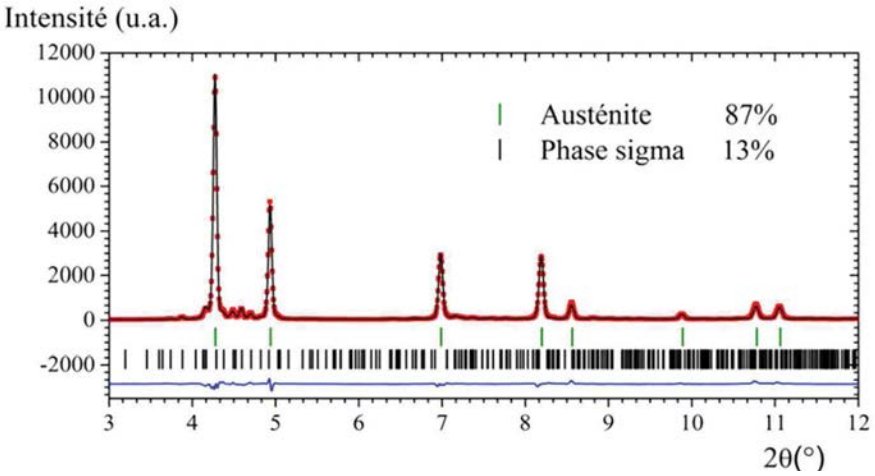


Figure III-21: Quantification des phases par la méthode Rietveld sur un diffractogramme obtenu sur un échantillon de P20-*Support*-257cyc

Outre la formation des carbures $M_{23}C_6$, la formation de phase σ est le principal indicateur du vieillissement à haute température de cet alliage. La précipitation de cette phase fragilisante modifie la chimie de la matrice ainsi que le comportement mécanique de l'alliage, son étude fait donc l'objet d'une attention particulière qui sera également détaillée au I.3.

I.2.3. Oxydation

L'oxydation sous air du 310S à 870°C a été étudiée au laboratoire via des observations au microscope optique. Au cours de la préparation de ces échantillons, après oxydation, un dépôt électrolytique de cuivre a été réalisé afin de préserver cette couche d'oxyde lors du polissage. Ces observations ont permis d'observer l'homogénéité de cette couche d'oxyde (voir Figure III-22).

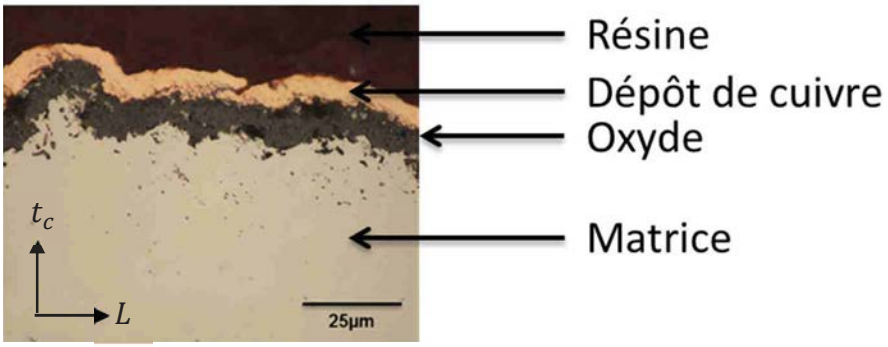


Figure III-22 : Observation MO de la couche de chromine formée après 60 jours de maintien isotherme à 870°C

L'épaisseur moyenne de la couche de chromine formée sur un échantillon P20-V_I-60J est évaluée par mesure de la prise de masse. Expérimentalement, une prise de masse de $1{,}6\ mg.cm^{-2}$ est mesurée après une exposition de 60 jours à 870°C. Cette prise de masse correspond à une épaisseur moyenne de 9,7 µm d'après les dimensions de l'échantillon traité. D'après Hindam et Whittle [9] la constante parabolique d'oxydation à 870°C est de : $k_p = 6{,}1 \cdot 10^{-7}\ mg^2.s^{-1}.cm^{-4}$. L'utilisation de la constante d'oxydation ainsi identifiée permet de prédire une prise de masse de $1{,}78\ mg.cm^2$ après 60 jours à 870°C. Ainsi, l'épaisseur de la couche de chromine attendue est de 10,8 µm. Un bon accord est donc obtenu entre la théorie exposée dans la bibliographie et les valeurs expérimentales déterminées pour un vieillissement isotherme de 60 jours.

Par ailleurs, sur les aciers de la série 300 il n'est pas rare de rencontrer des problèmes de corrosion liés à la précipitation de la phase σ. En effet, dans certains environnements agressifs, lorsque la phase σ est présente en surface, des couplages galvaniques peuvent apparaître générant cette corrosion néfaste. Dans le cas de cette étude, une attention particulière a donc été portée à ce phénomène. Des observations au microscope optique ont permis de mettre en évidence l'absence de phase σ en proche surface, comme illustré en Figure III-23.

Ce phénomène est observé pour toutes les durées de vieillissement étudiées sur une profondeur variant entre 20 et 100 µm. Dans le cas présent, l'absence de corrosion en surface peut être liée à la PFZ (Precipitate Free Zone) observée.

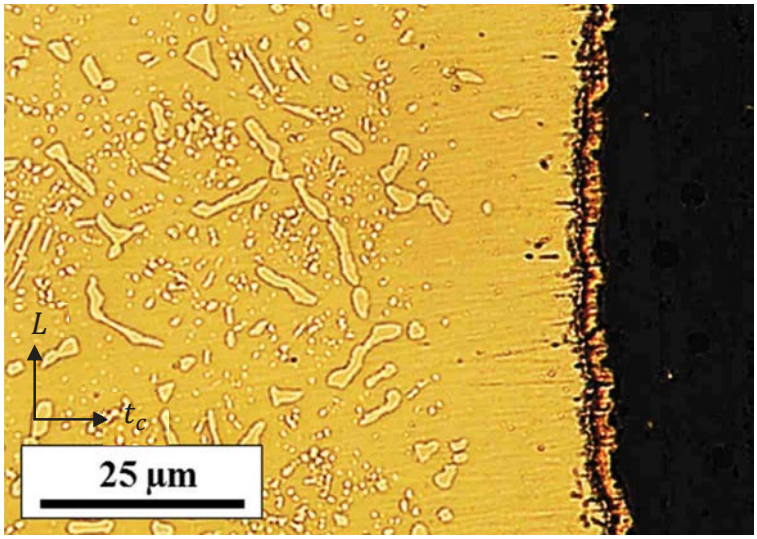


Figure III-23 : Observation MO de la zone en proche surface et de l'absence de phase σ en proche surface sur un échantillon de P20-V_I*-60J*

La présence de cette PFZ pouvant être liée à un abaissement local du taux de chrome, des mesures de composition chimique ont été effectuées par EDX en surface d'un échantillon P20-*Support*-257cyc. Sur le cliché de microscopie présenté en Figure III-24-A, la phase σ apparaît en gris clair par rapport à la matrice et les carbures en gris plus foncé. Dans la partie supérieure de l'image, la couche d'oxyde apparaît en noir et la couche de cuivre déposée après le traitement thermique apparaît en blanc. Le profil de teneur en chrome obtenu est reporté en Figure III-24-B. Un abaissement du taux de chrome en surface est ainsi mis en évidence sur une épaisseur d'une cinquantaine de microns.

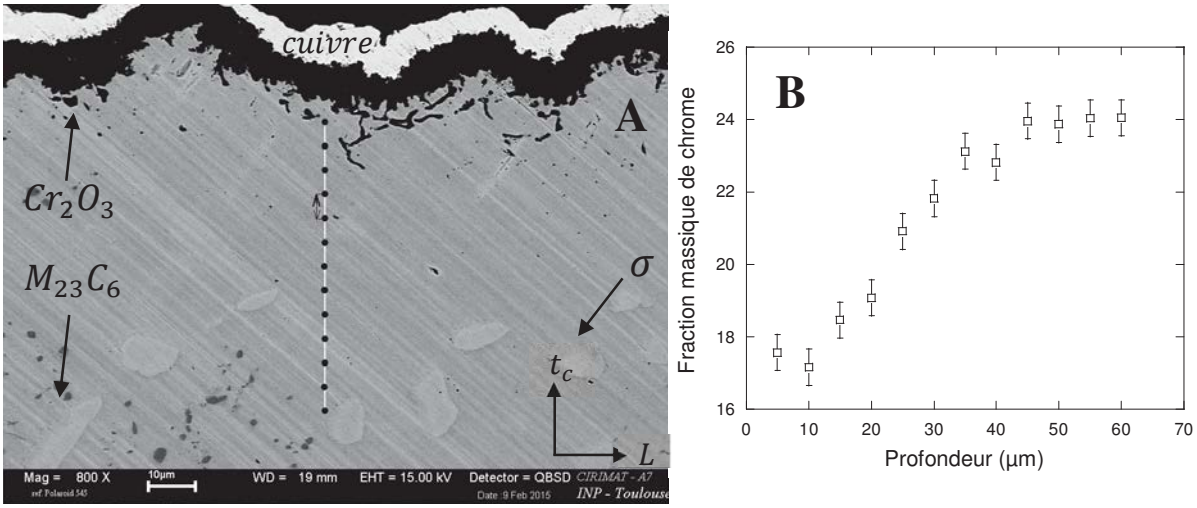


Figure III-24 : [A] Observation MEB de la zone en proche surface et [B] fraction massique de chrome mesurée par EDX dans la matrice sur une épaisseur de 70µm sur un échantillon de P20-*Support*-257cyc

On observe que la zone où les taux de chrome mesurés sont inférieurs à la composition moyenne ne présente pas de phase σ ni de carbures $M_{23}C_6$. La présence de cette PFZ est directement liée à la consommation du chrome en surface, nécessaire à la formation de la couche de chromine, ce point est en bon accord avec la littérature [10].

Il apparaît que plus les durées de vieillissement augmentent, et plus la PFZ observée est profonde. De fait, une déstabilisation des précipités est induite par l'abaissement local du taux de chrome en solution solide dans l'austénite. Dans le cas présent, le risque de couplages galvaniques en surface est donc limité.

Conclusion

Le vieillissement de l'acier 310S a 870°C induit une forte modification de la microstructure. La taille de grain est homogénéisée dès les premiers cycles, et les contraintes résiduelles sont partiellement relaxées. De plus, la précipitation des carbures $M_{23}C_6$ et de la phase σ est observée. On note également que le matériau présente la résistance à l'oxydation et à la corrosion attendue.

I.3. Etude de la transformation de la phase σ : paramètres et conséquences

Les conséquences de la formation de la phase σ sur le comportement mécanique de l'acier inoxydable 310S sont significatives. Par ailleurs, un taux de phase σ de 11,3% nettement supérieur à celui prédit par les calculs thermodynamiques (4%), a été mesuré lors de l'expertise d'échantillons extraits d'outillages de traitement thermique en 310S en fin de vie. Les calculs réalisés (Figure III-16) permettent d'affirmer que les ségrégations chimiques seules ne suffisent pas à expliquer cet écart. Une étude spécifique de la précipitation de la phase σ et des paramètres influents est donc menée, en lien avec les conditions industrielles imposées.

I.3.1. Transformation δ → σ à 870°C

La ferrite δ et la phase σ présentes dans le matériau à l'état de réception sont quantifiées par analyse d'images. Pour cela, une préparation métallographique suivie d'une attaque électrolytique NaOH permet de révéler la ferrite δ. Après les prises d'images, une attaque Kalling permet de dissoudre la ferrite δ et la phase σ. La somme des deux fractions est ainsi mesurée. Par déduction, des fractions volumiques de 0,6% et 0,7% sont mesurées respectivement pour la phase σ et la ferrite δ.

Après 2 heures de maintien à 870°C, la fraction volumique de phase σ est de 1,1%. Celle-ci est mesurée directement par analyse d'images après un polissage fin suivi d'une attaque Kalling.

Dans l'acier 310S, la transformation δ → σ présente une cinétique très rapide à 870°C et maximale à 830°C [8]. Dans notre cas, après un maintien de 2h à 870°C, la présence de ferrite δ non transformée n'est plus observée (voir Figure III-25). De nombreux carbures $M_{23}C_6$ (en jaune) sont présents dans l'alignement des rubans de phase σ (en vert). La présence de ces carbures est un moteur pour la germination de la phase σ à l'interface δ/γ [5].

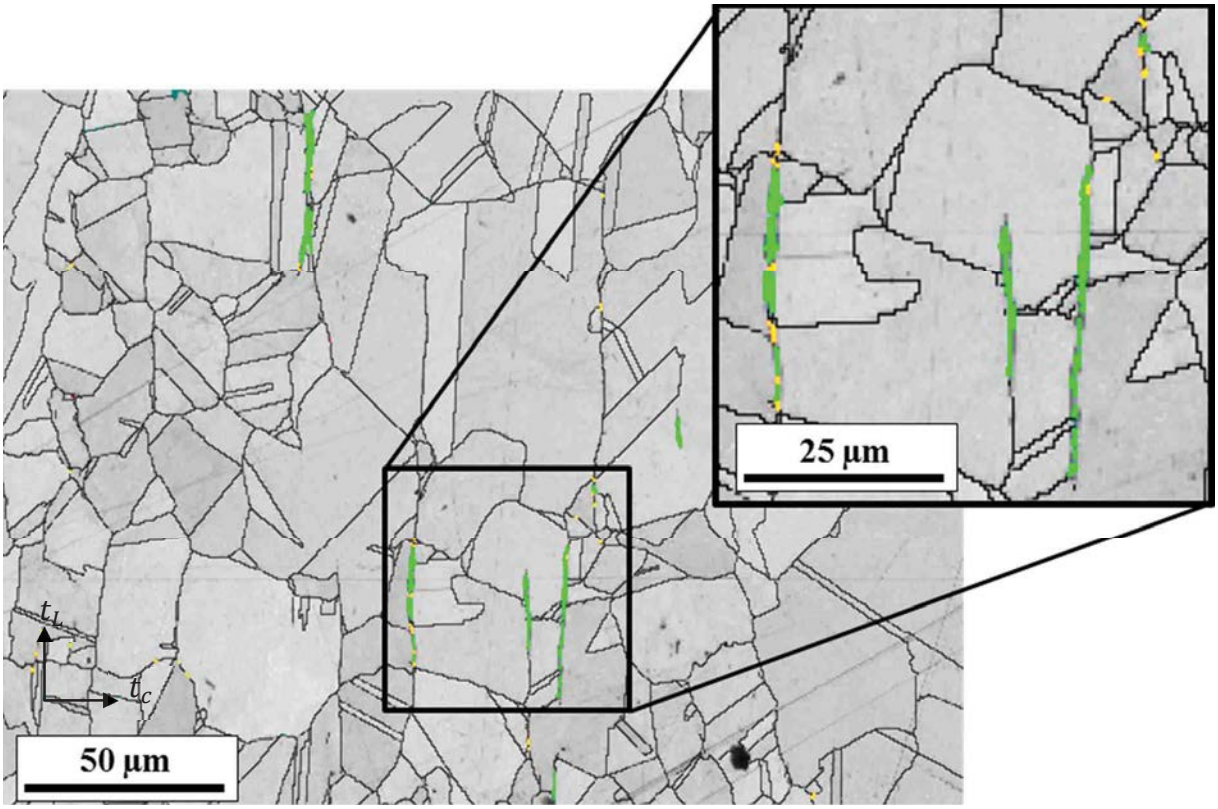


Figure III-25 : Observation EBSD sur un échantillon de P20-*In_situ*-2cyc. *En jaune : carbures $M_{23}C_6$, en vert : phase σ. Pas de ferrite δ observée dans les rubans*

I.3.2. Transformation γ → σ à 870°C

Une fois la transformation δ → σ achevée, l'alliage n'a pas atteint l'équilibre thermodynamique prédit (4% de phase σ). Pour des temps de maintien plus longs, outre la croissance des bandes de σ issues de cette première transformation, la précipitation de phase σ directement à partir de la matrice γ est observée [11, 12]. Généralement, la cinétique de cette transformation est décrite comme étant 100 fois plus lente que celle à partir de la ferrite [13].

L'observation d'échantillons après des vieillissements isothermes de durées variables montre que les premiers précipités issus de la transformation γ → σ apparaissent après 100 h de maintien. Pour des temps de maintien bien plus longs, différents sites de germination sont observés. La phase σ est formée aux joints triples, aux joints de grains, aux joints de macles, et en intragranulaire. Après un vieillissement isotherme de 80 jours, i.e. 1920h, ces différents sites de germination sont tous présents, comme illustré sur la Figure III-26. En fonction des sites de germination, les précipités présentent des morphologies différentes.

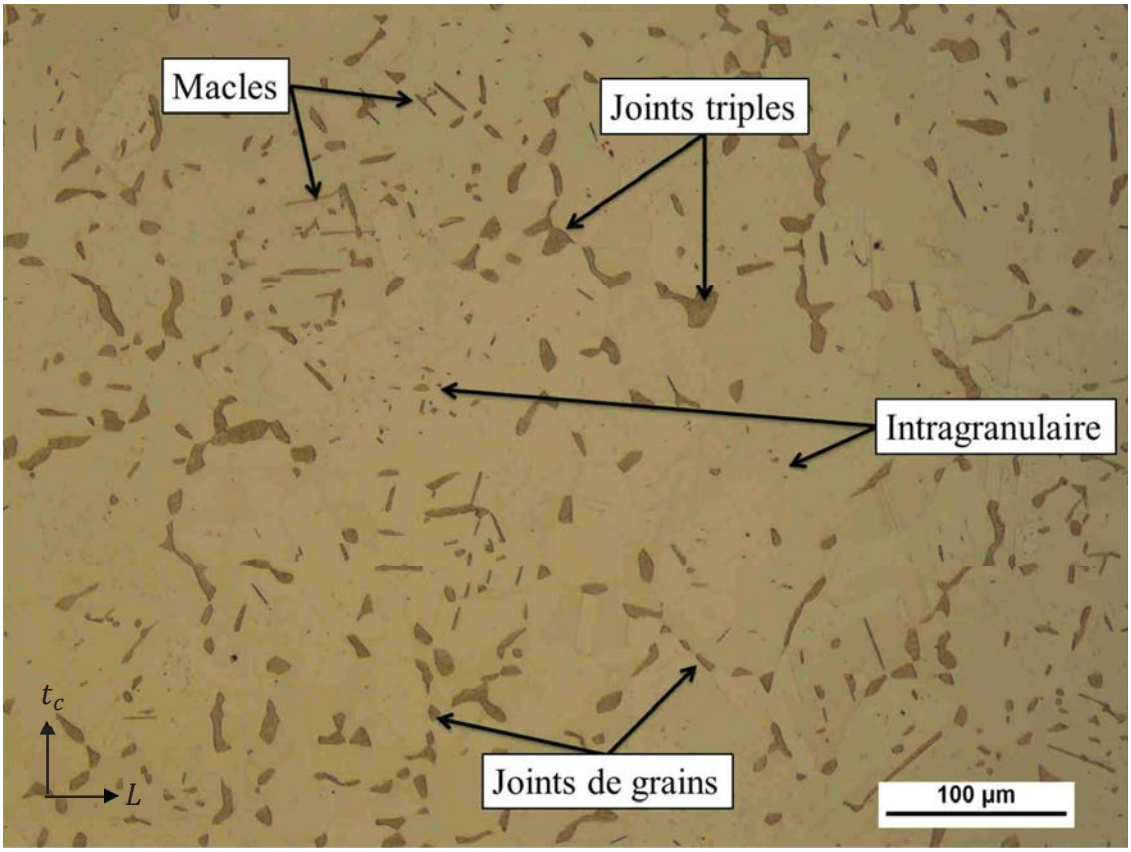


Figure III-26 : Observation MO, en proche surface, d'un échantillon P20-V_I-80J*, préparé par attaque Kalling. Les différents sites de germination sont indiqués*

Par ailleurs, la vitesse de croissance des précipités étant sensiblement la même quelle que soit leur nature, la différence de taille de ces précipités nous donne une information qualitative sur la cinétique de germination des différents sites observés, qui est en accord avec la littérature [14] et les observations réalisés sur différents échantillons au cours du vieillissement. En effet, la taille des précipités situés au niveau des joints triples étant supérieure à celle des autres précipités, il est possible d'estimer que la germination sur ces sites est antérieure à celle sur d'autres sites tels que les joints de grains et joints de macles.

Les précipités formés au niveau des joints triples sont ainsi les premiers à apparaître, viennent ensuite successivement les précipités aux joints de grains, aux joints de macles, puis les précipités intragranulaires (voir Figure III-27). Cet ordre décrit ici est corrélé par les observations réalisées sur les échantillons pour des durées de vieillissement intermédiaires.

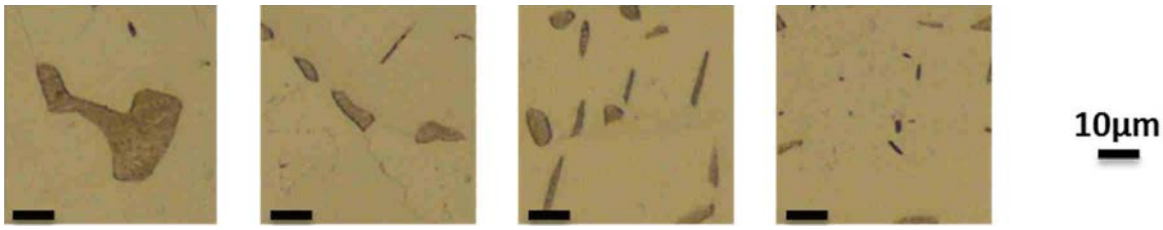


Figure III-27 : Observation MO de précipités formés sur les différents sites de germination identifiés sur un échantillon de P20-V_I-80J*, classés par taille*

Conclusion

Deux transformations distinctes permettent la formation de la phase σ. Lorsque celle-ci se forme depuis la ferrite δ, elle conserve la morphologie en bandes héritée de la solidification. Elle se forme également dans la matrice austénitique au niveau de différents sites de germination. Par ordre d'apparition : les joints triples, les joints de grains, les joints de macles, et les défauts cristallins intragranulaires.

I.3.3. Facteurs influençant la cinétique de formation de la phase σ

Des taux de phases σ supérieurs aux prédictions thermodynamiques sont mesurés par la méthode Rietveld sur des échantillons de P20-*Support*-257cyc. Dans le but d'évaluer la cinétique de formation de la phase σ dans l'acier 310S, différents traitements thermiques sont réalisés au CIRIMAT et chez Safran Landing Systems en *in situ*. Les résultats présentés par la suite correspondent à des traitements thermiques à 870°C, isothermes et cycliques, sans et sous contrainte (σ = 8 MPa), et en *in situ*. L'ensemble des traitements thermiques réalisés a été détaillé précédemment (cf. chapitre 2, I.3). Des analyses quantitatives de la fraction de phase σ formée sont menées après une attaque Kalling pour chacun de ces traitements. Les méthodes de mesures sont présentées dans le chapitre 2, en II.5.2.

I.3.3.1. Expertise sur des outillages de traitement thermique

La fraction de phase σ est mesurée sur des échantillons de P20-*Support*-257cyc et de P10-*Support*-159cyc. Les quantifications sont effectuées par analyse Rietveld sur des diffractogrammes obtenus par diffraction de rayonnement synchrotron. Cette technique permet d'analyser un volume de matière représentatif de $V_{mes} = 2\,mm \times 7\,\mu m \times 300\,\mu m$ soit $V_{mes} = 4{,}2.10^{-3} mm^3$. L'hétérogénéité du matériau, illustrée en Figure III-5, nous a amené à réaliser des profils en fonction de la profondeur. En effet, en proche surface l'absence de ferrite δ dans le matériau à l'état de réception implique l'absence de bandes de phase σ au cours du vieillissement. Cette hétérogénéité de morphologie est illustrée en Figure III-28-A.

Afin de quantifier la fraction de phase σ pour différentes profondeurs, trois séries de mesures sont réalisées de la surface vers le cœur avec un pas de 500 µm comme schématisé en Figure III-28-B.

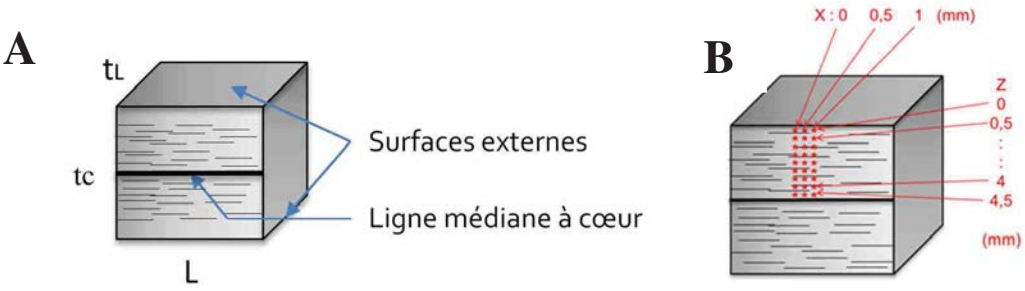


Figure III-28 : [A] Illustration de l'hétérogénéité des bandes de phase σ dans la matière vieillie et [B] des profils effectués au synchrotron

L'analyse des diffractogrammes obtenus en chaque point de mesure permet de quantifier la quantité de phase σ. Les carbures sont présents en faible quantité et les pics de diffraction de cette phase sont nombreux et peu intenses, ce qui ne permet pas de mener d'analyse quantitative sur les $M_{23}C_6$ par cette méthode. L'évolution de la fraction de phase σ mesurée en fonction de la profondeur est représentée en Figure III-29.

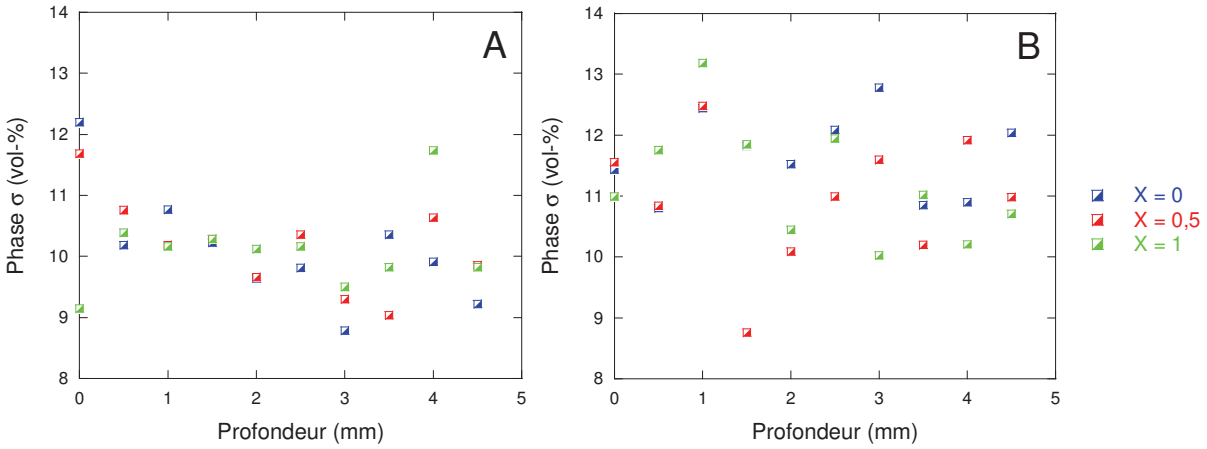


Figure III-29 : Fraction volumique de phase σ mesurée en fonction de la profondeur dans le [A] P10-*Support*-159cyc *et [B]* P20-*Support*-257cyc. *La profondeur Z=0 correspond à la surface de l'échantillon*

La variabilité des trois résultats obtenus en extrême surface est liée au protocole expérimental et n'est pas à prendre en considération. La fraction de phase σ mesurée ne montre pas de tendance « haussière » ou « baissière » sur l'épaisseur du matériau. En revanche, de fortes hétérogénéités sont mises en évidence, validant les observations réalisées par microscopie : les dispersions mesurées ne proviennent pas des incertitudes de mesure. Les fractions volumiques moyennes obtenues sur 30 mesures sont de 10,1 et 11,3 % respectivement sur les échantillons de P10-*Support*-159cyc et de P20-*Support*-257cyc. Ces mesures sont en accord avec les taux obtenus par analyse d'images après attaque Kalling, soit 10,0% et 11,4% respectivement.

I.3.3.2. Vieillissement isotherme

Des vieillissements isothermes ont été conduits sous air au laboratoire. Les fractions de phase σ mesurées sur ces échantillons, après des traitements plus ou moins longs, sont présentées en Figure III-30. Une augmentation de la fraction volumique est observée dès les premiers vieillissements. Dans un premier temps, elle semble linéaire, puis un phénomène de saturation est observé à partir de 500 h. La cinétique de transformation décroît ensuite jusqu'à atteindre un équilibre autour de 10 %.

Sur ce même graphique, la fraction volumique moyenne mesurée sur P20-*Support*-257cyc est également reportée. La durée du vieillissement prise en considération correspond aux temps de maintiens cumulés : 257 cycles x 2h10min = 556h. Il apparaît que le taux de phase σ formé dans les conditions de service des outillages de traitement thermique est nettement supérieur au taux formé pour un vieillissement isotherme équivalent à la même température.

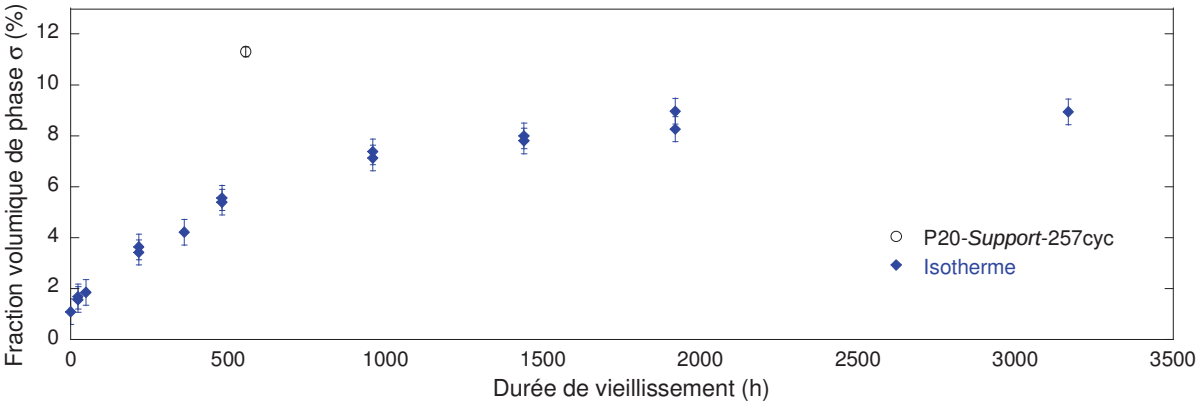


Figure III-30 : Fraction volumique de phase σ formée au cours de vieillissements isothermes, et comparaison avec P20-Support-257cyc en considérant la durée de vieillissement cumulée

I.3.3.3. Effet du cyclage thermique

Dans le but de comprendre l'accélération de la formation de phase σ dans les conditions industrielles, l'effet du cyclage thermique a été étudié. Pour cela, des traitements anisothermes ont été menés sur de nouveaux échantillons. Ces traitements consistent en une succession de cycles de 2h, interrompus par des trempes (cf. I.3.2 dans le chapitre 2). Les résultats de ces mesures sont comparés aux résultats obtenus dans le cadre des vieillissements isothermes dans la Figure III-31.

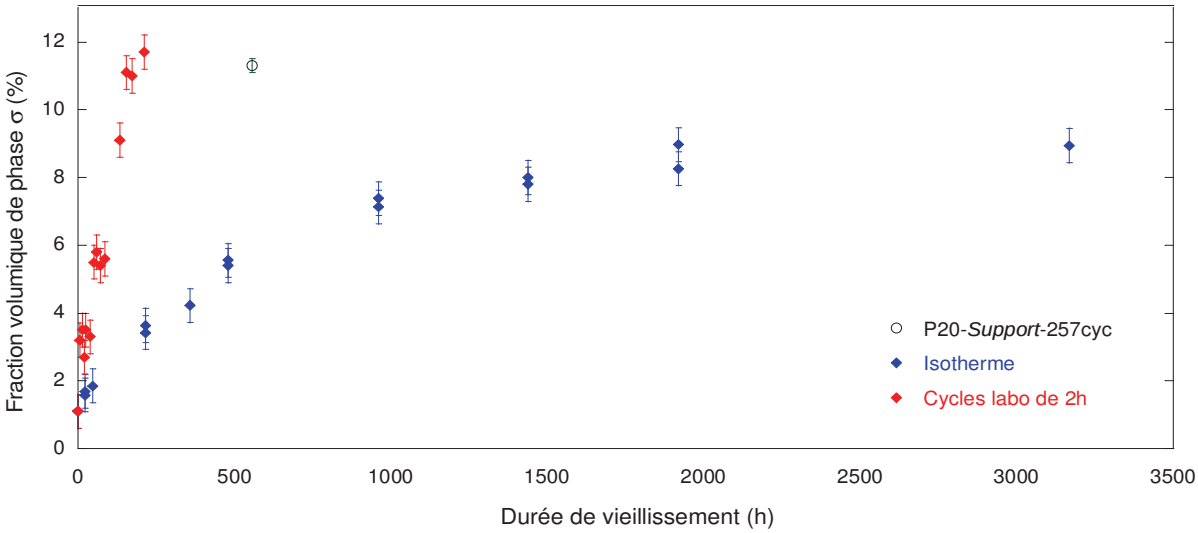


Figure III-31 : Fraction volumique de phase σ formée au cours de vieillissements isothermes et anisothermes en laboratoire, et P20-*Support*-257cyc. *Pour les vieillissements anisothermes, la durée de vieillissement correspond au temps de maintien cumulé à 870°C*

Les fractions de phase σ formées au cours de ces vieillissements anisothermes apparaissent comme étant nettement supérieures à celles formées en isotherme pour des durées équivalentes. Le cyclage thermique apparaît donc comme un paramètre important de la cinétique de cette transformation. Par ailleurs, le taux de phase σ mesuré sur P20-*Support*-257cyc semble cohérent avec les fractions volumiques mesurées au cours des vieillissements cycliques.

I.3.3.4. Effet de la contrainte sur le vieillissement

Si le cyclage thermique est identifié comme un facteur du vieillissement, l'effet d'une contrainte a également été étudié, comme un paramètre potentiel. En effet, les outillages de traitement thermiques subissent un vieillissement sous contrainte. L'hypothèse d'un effet de la contrainte sur la cinétique de formation de la phase σ peut donc être envisagée.

Les contraintes subies par le matériau en service sont inférieures à 10 MPa. La fraction de phase σ de 3 éprouvettes ayant subi des essais de fluage longs à 8 MPa à 870°C a été mesurée. Les résultats sont présentés en Figure III-32.

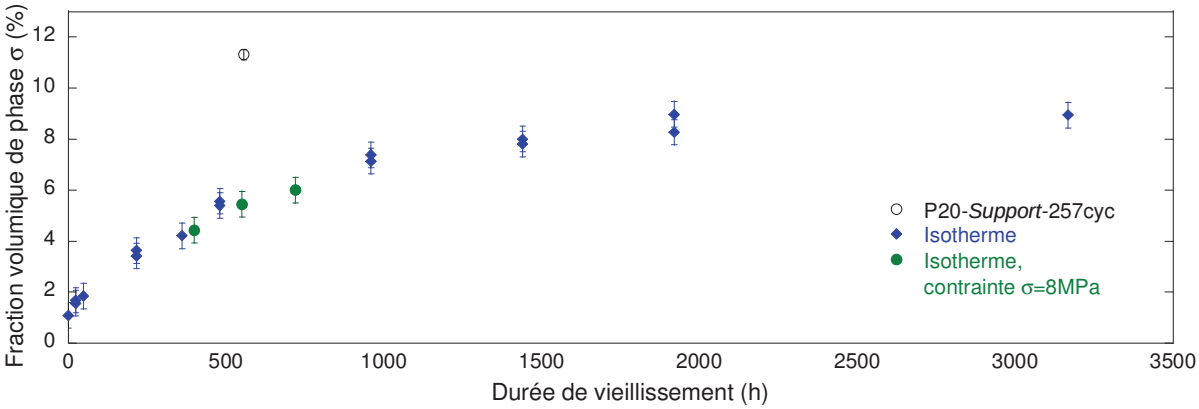


Figure III-32 : Fraction volumique de phase σ formée au cours de vieillissements isothermes, et comparaison aux fractions mesurées pour des vieillissements sous contrainte, et P20-*Support*-257cyc

Une comparaison avec les traitements isothermes réalisés indique qu'il n'y a pas d'effet de la contrainte à ce niveau-là. Pour les faibles charges imposées aux outillages, la contrainte n'influence donc pas notablement la cinétique de formation de la phase σ.

I.3.3.5. Effet de l'atmosphère

Des traitements intermédiaires ont été réalisés en conditions industrielles. L'objectif était de valider la correspondance entre le vieillissement *in situ* et les vieillissements anisothermes réalisés au CIRIMAT. Les outillages de traitement thermique ne pouvant être expertisés qu'en fin de vie, des échantillons de matière à l'état de réception ont été découpés et traités parmi les pièces de production. Ainsi, la cinétique de précipitation de la phase σ a pu être mesurée dans les conditions *in situ*.

Les résultats obtenus sur ces échantillons sont comparés au suivi réalisé sur les échantillons traités en condition anisotherme au laboratoire. Ceux-ci sont présentés en Figure III-33. Il apparaît que la cinétique obtenue au laboratoire reproduit bien celle due aux traitements thermiques *in situ*. Ce résultat indique que le cyclage thermique est le seul paramètre présentant ce niveau d'influence sur la cinétique de vieillissement de l'acier 310S.

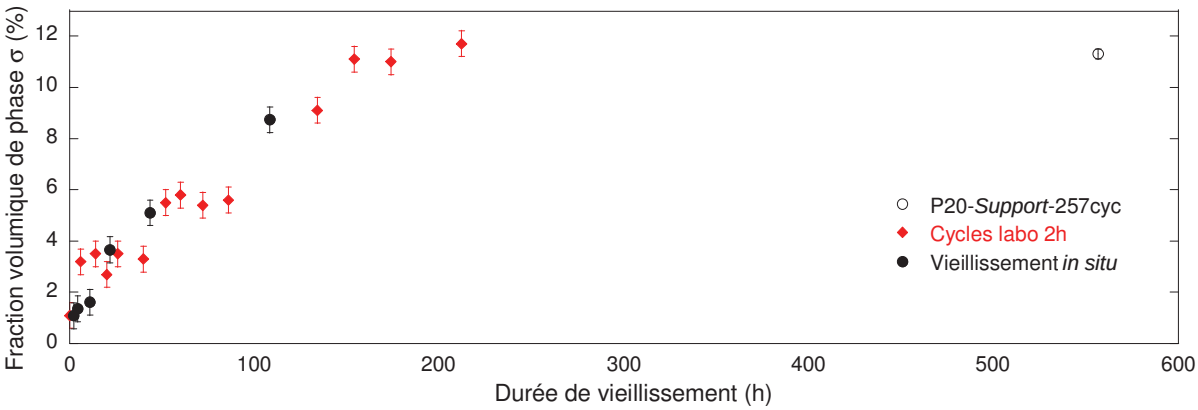


Figure III-33 : Fraction volumique de phase σ formée sur des échantillons traités en in situ, et comparaison aux fractions mesurées au cours de vieillissements cycliques en laboratoire, et P20-*Support*-257cyc

Conclusion

La cinétique de précipitation de la phase σ mesurée est identique en condition industrielle et lors des traitements thermiques cycliques réalisés sous air au laboratoire. Les faibles niveaux de contrainte et l'atmosphère du four de traitement thermique, à l'inverse, n'influent pas sur les taux de phase σ obtenus pour des durées de vieillissements similaires. Le cyclage thermique présente un effet majeur, et semble être le facteur dominant influençant cette précipitation dans les conditions étudiées.

I.3.4. Mécanisme de croissance

Si la germination de la phase σ fait l'objet de nombreuses controverses, en revanche la limitation de la croissance par la diffusion des éléments d'alliage est reportée par de nombreux auteurs [11, 15-18]. Les profils de concentration en éléments d'alliage liés à ce mécanisme de croissance sont mesurés dans le cas de l'acier 310S [8].

Des mesures de composition chimique sont également réalisées à l'interface γ/σ dans le cadre de cette étude. Ces profils de composition ont été faits par des mesures EDX conduites au MET dans un premier temps. Cependant, une meilleure résolution spatiale et chimique a été obtenue au cours d'analyses EELS. Les mesures sont réalisées sur un échantillon de P20-V_C-34cyc préparé au FIB afin d'extraire une zone d'intérêt présentant une bande de phase σ sur la longueur de l'échantillon (voir chapitre 2, II.2.3 et figure II-4). Cette zone d'analyse ne présente pas de carbures pouvant influencer la croissance de la phase σ et les profils étudiés.

Une cartographie de l'échantillon est réalisée sur une surface d'analyse de 1,6x2,6 µm, indiquée sur la Figure III-34-A. La zone d'analyse pour chaque pointé étant très faible (1,5 Å, soit un dixième d'une analyse EDX classique) des hétérogénéités locales sont mesurées, notamment sur les dislocations observées. Les profils de composition sont moyennés sur la hauteur de l'image, parallèlement à l'interface γ/σ, afin de gommer ces hétérogénéités locales. Les profils de concentration obtenus sont présentés en Figure III-34-B.

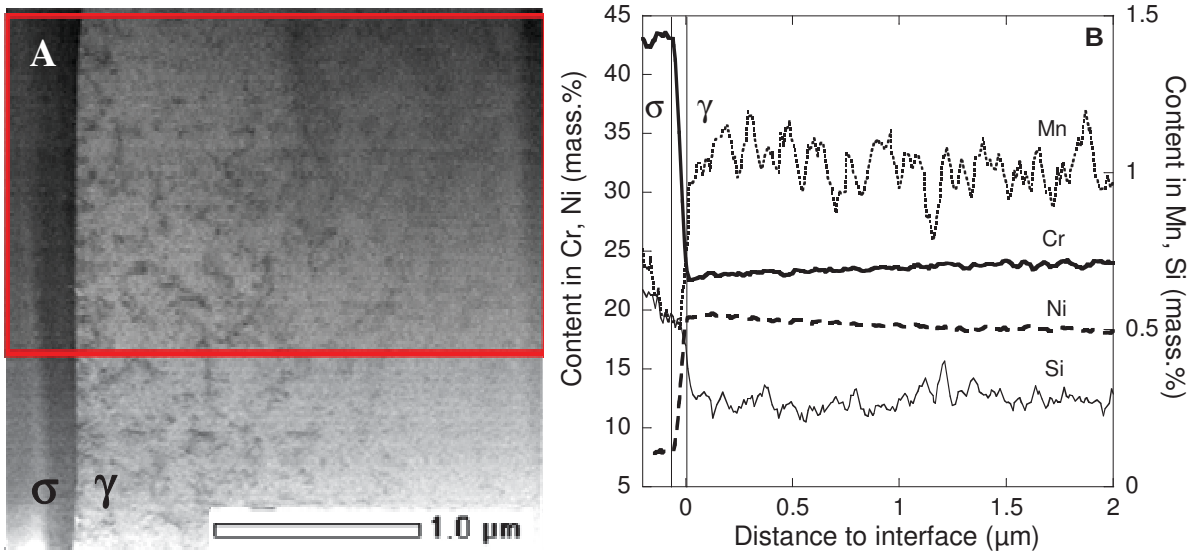


Figure III-34 : [A] Image TEM en champ clair de la zone de l'échantillon analysé et [B] profils chimiques mesurés en EELS pour le chrome et le nickel (Y1) et pour le manganèse et le silicium (Y2) sur un échantillon de P20-V_C-34cyc

Conclusion

Les profils en silicium et manganèse ne présentent pas de tendance précise. En revanche, un appauvrissement en chrome et un enrichissement en nickel sont observés au niveau de l'interface γ/σ. Ces profils sont dus à la sursaturation liée à la précipitation. La zone affectée par ces évolutions a une largeur de 2 µm.

I.3.5. Evolution de la composition chimique de la matrice induite par la précipitation

La composition de la phase σ et des carbures est mesurée sur des échantillons de P20-*B* et P20-*Support*-257cyc (dits *brut* et *vieilli* sur les figures suivantes). Les mesures sont réalisées par EDX sur un échantillon MET pour plus de précision. Les résultats moyens obtenus sur plusieurs mesures, avec un écart-type inférieur à 1%, sont reportés dans le Tableau III-1.

wt% moyen		Cr wt%	Mn wt%	Fe wt%	Ni wt%	Si wt%
Sigma	*Brut*	44,2	1,3	44,9	8,6	1,0
	Vieilli	39,8	1,3	51,1	7,1	0,7
Carbures	*Brut*	81,8	0,4	14,3	3,3	0,3
	Vieilli	76,3	0,9	19,8	2,9	0,2

Tableau III-1 : Composition des carbures (éléments métalliques) et de la phase σ mesurée par EDX sur deux échantillons MET de P20-*B et* P20-*Support*-257cyc *(fractions massiques)*

La fraction de phase σ mesurée sur des échantillons vieillis atteint 11,3%. Or la phase σ est fortement enrichie en chrome. De même, si les carbures sont présents en fraction plus faible, ils

contiennent près de 80% de chrome. Les carbures $M_{23}C_6$ et la phase σ consomment donc une quantité importante de chrome. De même, du nickel est rejeté dans la matrice au cours de leur formation. Ces évolutions sont quantifiées à l'aide d'une microsonde de Castaing. Des filiations linéaires sont effectuées. Les compositions obtenues sont traitées afin d'éliminer les pointés localisés pour tout ou en partie sur des précipités. Les valeurs obtenues dans la matrice sont ensuite traitées de manière statistique : les compositions moyennes obtenues correspondent à plus de 300 points de mesure. Les résultats sont représentés par des diagrammes en boîte, avec minimum, maximum, et les quartiles d'indiqués. Les résultats sont présentés en Figure III-35.

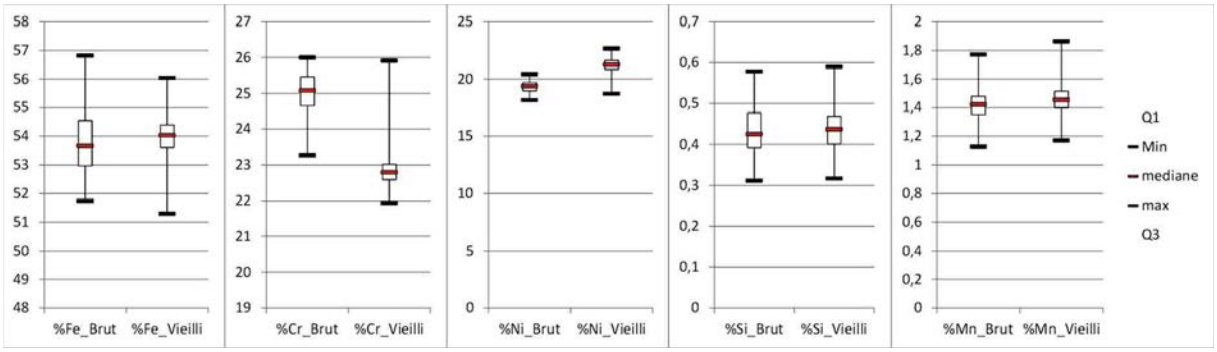


Figure III-35 : Représentation graphique de la composition de la matrice (en fraction massique) mesurée à la microsonde de Castaing sur des échantillons P20-*B et* P20-*Support*-257cyc*, respectivement « Brut », et « Vieilli », dans la légende*

Les concentrations en fer, en silicium et en manganèse ne présentent pas d'évolution significative. En revanche les autres éléments présentent de fortes variations (en % massique) :

- de 25 à 22,8 pour le chrome ;
- de 19,3 à 21,4 pour le nickel ;

La fraction massique de chrome contenue dans la matrice austénitique est calculée en fonction de la fraction volumique de phase σ précipitée. Pour cela, on utilise la teneur en chrome donnée dans le certificat de conformité de la matière, soit 24,8 en % massique. La composition en chrome de la phase σ utilisée est celle mesurée à la microsonde, soit 40,9 %. Deux méthodes de calcul sont présentées selon la valeur utilisée pour la masse volumique des deux phases :

- Calcul 'Compo' : les masses volumiques des phases sont calculées en fonction des compositions de chaque phase et des masses volumiques des éléments chimiques constitutifs

$$\rho_\sigma = 7200 \; et \; \rho_\gamma = \; 7601 \qquad (kg.m^3)$$

- Calcul 'Cristallo' : les masses volumiques des phases sont celles résultantes des analyses Rietveld sur les diffractogrammes obtenus par rayonnement synchrotron

$$\rho_\sigma = 7300 \; et \; \rho_\gamma = \; 7970 \qquad (kg.m^3)$$

Les résultats de ces deux calculs sont présentés en Figure III-36. Les compositions mesurées expérimentalement en microsonde de Castaing et au MET sont également reportées.

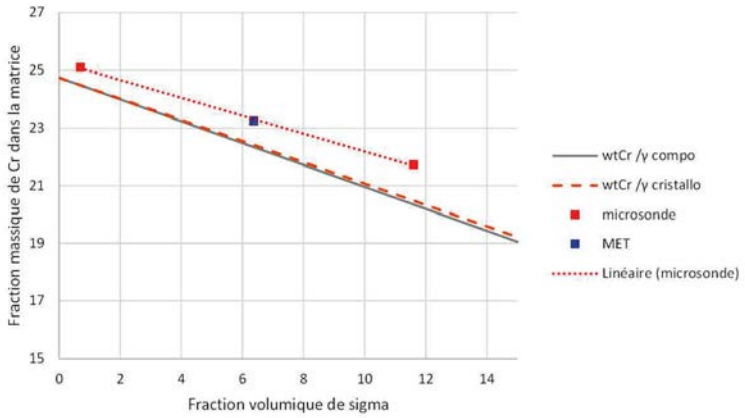


Figure III-36 : Fraction massique de chrome dans la matrice en fonction de la fraction volumique de phase σ précipitée, mesures expérimentales et calculs

Les deux méthodes utilisées pour calculer la masse volumique des deux phases majoritaires donnent des résultats similaires. De plus, un bon accord est obtenu avec les mesures expérimentales, malgré un offset d'environ 1%. Ces résultats permettent d'avoir une estimation de la composition de la matrice au cours de la précipitation de la phase σ.

La fraction de carbures $M_{23}C_6$ a été mesurée précisément et comparée à la fraction volumique de phase σ. Ces mesures ont été réalisées par EBSD sur 4 échantillons : P20-*B*, P20-V_I-5J, P20-V_I-20J et P20-*Support*-257cyc. Les résultats sont présentés en Figure III-37.

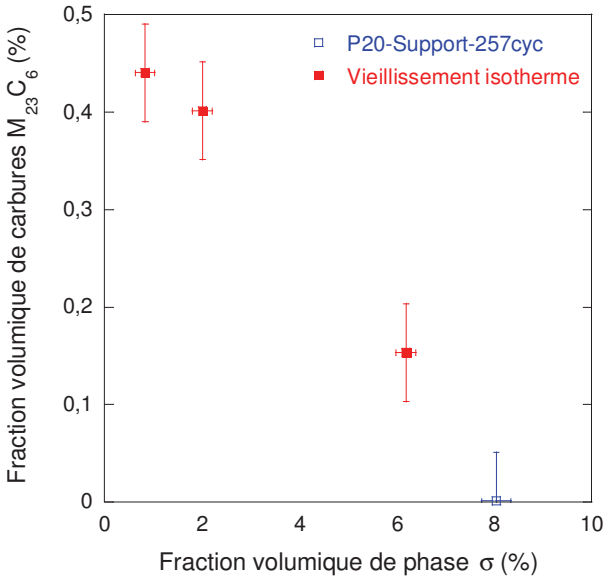


Figure III-37 : Evolution de la fraction de carbures $M_{23}C_6$ en fonction de la fraction de phase σ formées pour différents vieillissements

Les mesures faites par EBSD sont très précises, cependant elles sont plus coûteuses et plus longues. Une surface de 0,8 mm² a donc été analysée, sur seulement 4 échantillons. Une tendance apparaît très marquée : lorsque la fraction de phase σ augmente, la dissolution des carbures $M_{23}C_6$ est observée. Il semble s'agir d'un phénomène à seuil, la dissolution des

carbures commençant après le début de la précipitation de la phase σ. De plus, lorsque le taux de phase σ atteint 8%, la fraction de carbures est quasiment nulle.

Conclusion

La formation de la phase σ induit un abaissement notable du taux de chrome en solution solide dans l'austénite. Au fur et à mesure que le chrome est « pompé » dans la matrice, les carbures $M_{23}C_6$ sont déstabilisés. Leur stabilité est donc moindre que celle des précipités intermétalliques σ.

I.4. Modification de la cinétique de formation de la phase σ par le cyclage thermique

I.4.1. Observations métallographiques

Comme démontré dans la partie I.3.3, le vieillissement de l'acier 310S à 870°C est accéléré par le cyclage thermique. Cette différence entre un vieillissement isotherme et un vieillissement anisotherme est nettement marquée sur les observations métallographiques. Les figures suivantes, de la Figure III-38 à Figure III-40, comparent la microstructure obtenue au cours de vieillissements isothermes et anisothermes pour des durées variables. Toutes les micrographies présentées correspondent au plan parallèle à la direction de laminage et perpendiculaire au plan de laminage, hormis la Figure III-38-B dont le plan est normal à la direction de laminage.

Après un vieillissement de 50h à 870°C, des rubans de phase σ sont observés dans les deux cas comme illustré en Figure III-38. Cependant, des précipités formés directement depuis l'austénite sont observés dans le cas du vieillissement anisotherme uniquement. Une attaque électrolytique à l'acide oxalique permet de révéler les joints de grains et de confirmer que ces précipités se forment au niveau des joints triples initialement.

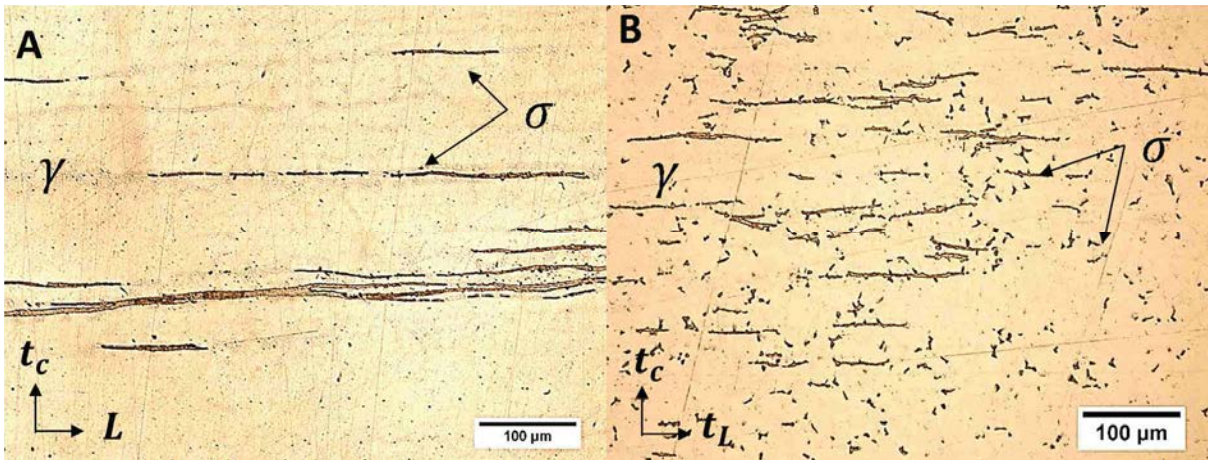


Figure III-38 : MO après attaque Kalling, illustrant la précipitation de la phase σ sur deux échantillons : [A] P20-V_I-50h *et [B]* P20-V_C-25cyc.

Dans le cas du vieillissement isotherme, les premiers précipités micrométriques formés depuis l'austénite sont observés après un traitement de 100 h. Ces précipités sont illustrés en Figure III-39-A et comparés à l'état de la précipitation obtenu pour un traitement cyclique de durée similaire en Figure III-39-B.

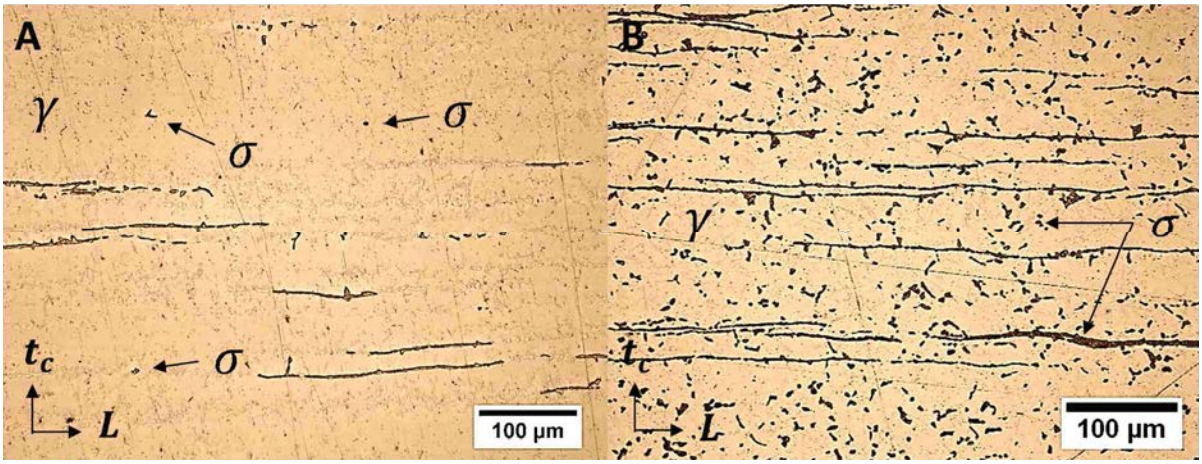


Figure III-39 : MO après attaque Kalling, illustrant la précipitation de la phase σ sur deux échantillons : [A] P20-V_I-120h *et [B]* P20-V_C-44cyc. *Les flèches indiquent les premiers précipités observables dans le cadre du vieillissement isotherme*

Pour des vieillissements isothermes plus longs, le matériau n'évolue que peu. Pour un vieillissement isotherme de 215 h, la densité de précipités intergranulaires a faiblement augmenté comme illustré en Figure III-40-A. Pour un vieillissement cyclique d'une durée cumulée similaire, la densité de précipités est nettement plus importante comme illustré en Figure III-40-B. Cependant, la morphologie des précipités est identique dans le cadre de ces deux séries de traitements thermiques. Seules la densité et la fraction volumique de précipités diffèrent d'un cas à l'autre.

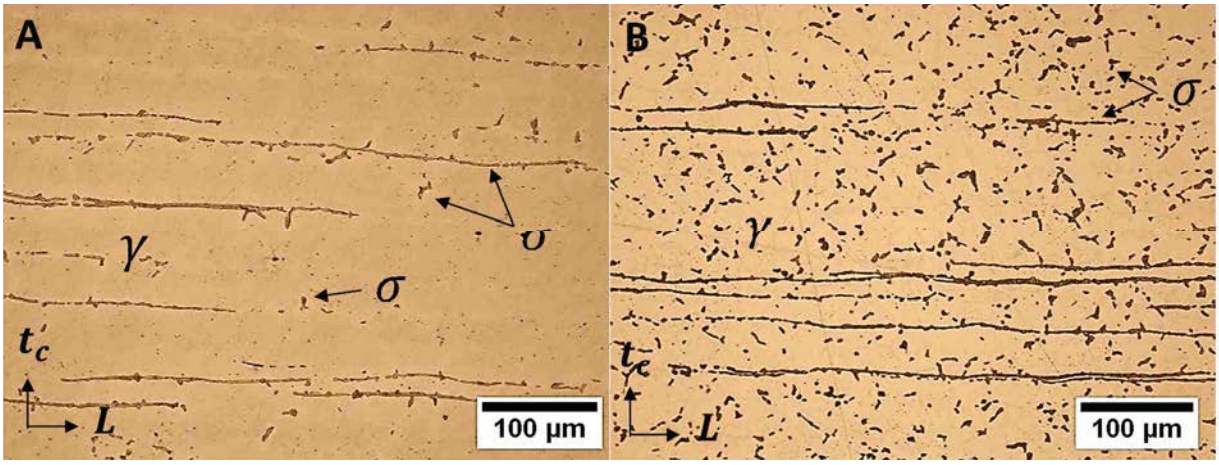


Figure III-40 : MO après attaque Kalling, illustrant la précipitation de la phase σ sur deux échantillons : [A] P20-V_I-215h *et [B]* P20-V_C-106cyc

La différence de fraction volumique formée au cours des vieillissements isothermes et cycliques peut tenir à deux phénomènes : une accélération de la croissance de précipités et/ou une augmentation de la cinétique de germination. Les micrographies précédentes semblent indiquer une modification de la germination. Ces deux facteurs sont néanmoins étudiés.

I.4.2. Croissance de la phase σ

Afin d'étudier la vitesse de croissance de la phase σ dans l'acier 310S au cours des vieillissements isothermes et anisothermes, uniquement les précipités présentant une morphologie en bande sont considérées. Ces précipités issus de la transformation δ → σ sont présents à l'état de réception et leurs dimensions permettent une mesure statistique fiable de leur surface. Afin de sélectionner ces bandes, les micrographies sont traitées puis les précipités dont la circularité est inférieure à 0,2 sont triés comme illustré en Figure III-41 (cf. chapitre 2, II.5.2). Afin d'obtenir une mesure représentative, 10 images de 640 x 466 µm² sont traitées pour chaque état du vieillissement considéré. Différents échantillons sont analysés après des vieillissements cycliques et isothermes. Les bandes ainsi sélectionnées sont utilisées pour déterminer la vitesse de croissance de la phase σ dans l'austénite.

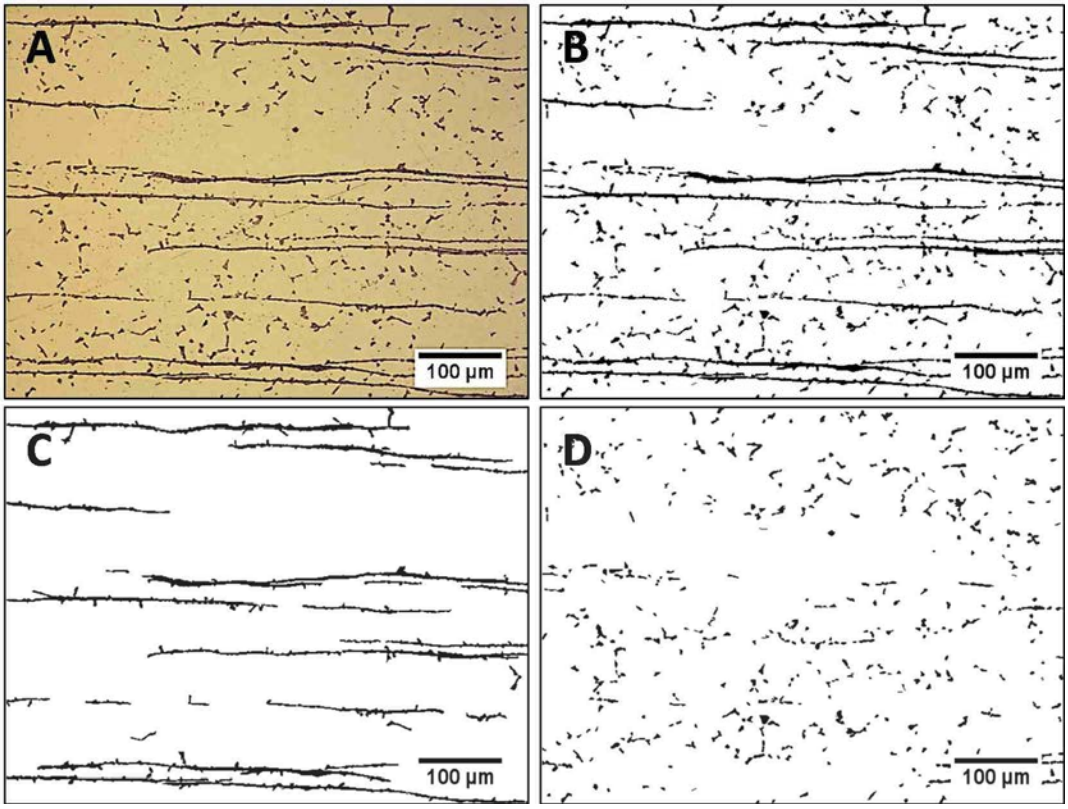


Figure III-41 : [A] Micrographie d'un échantillon de P20-V_I-20J*, [B] image traitée et binarisée pour sélectionner la phase σ, puis [C] les bandes et [D] les précipités intergranulaires sont différenciés par leur circularité*

L'épaisseur des bandes de phase σ, correspondant à l'illustration en Figure III-41-C, est utilisée pour déterminer la vitesse de l'interface γ/σ (cf. chapitre 2, II.5.2.3). Ainsi, la croissance latérale des bandes de phase σ au cours de vieillissements isothermes et anisothermes est évaluée.

Ces mesures sont réalisées sur des échantillons de P20-V_I-XJ (avec X = 9, 40, 60 et 80J), de P20-V_C-Xcyc (avec X = 7, 20, 26, 43) et de P10-*Support*-159cyc et P20-*Support*-257cyc. Les résultats obtenus sont détaillés dans le Tableau III-2. L'écart-type maximal pour une série de mesure est de 0,8µm.

Echantillon	Durée de vieillissement (s)	Epaisseur moyenne (µm)	Ecart-type (µm)
P20-V_I-9J	777600	3,5	0,6
P20-V_I-40J	3456000	4,6	0,8
P20-V_I-60J	5184000	5,0	0,6
P20-V_I-80J	6912000	5,1	0,7
P20-V_C-7cyc	50400	3,0	0,8
P20-V_C-20cyc	144000	3,1	0,5
P20-V_C-36cyc	259200	3,3	0,7
P20-V_C-43cyc	309600	3,1	0,6
P10-*Support*-159cyc	1144800	4,0	0,7
P20-*Support*-257cyc	1850400	4,1	0,8

Tableau III-2 : Identification des échantillons, traitements thermiques subis, épaisseur moyenne des bandes de phase σ mesurée et écart-type sur la série de mesure

L'augmentation de l'épaisseur d'une bande au cours d'un vieillissement correspond au double de la croissance de l'interface durant ce traitement. Une position moyenne de l'interface par rapport au centre de la bande est ainsi déterminée pour chacun de ces échantillons. Les résultats obtenus sont présentés en Figure III-42. La tendance observée est identique pour les deux conditions de traitement thermique. Aucun effet du cyclage thermique sur la cinétique de croissance de l'interface γ/σ n'est donc mis en évidence.

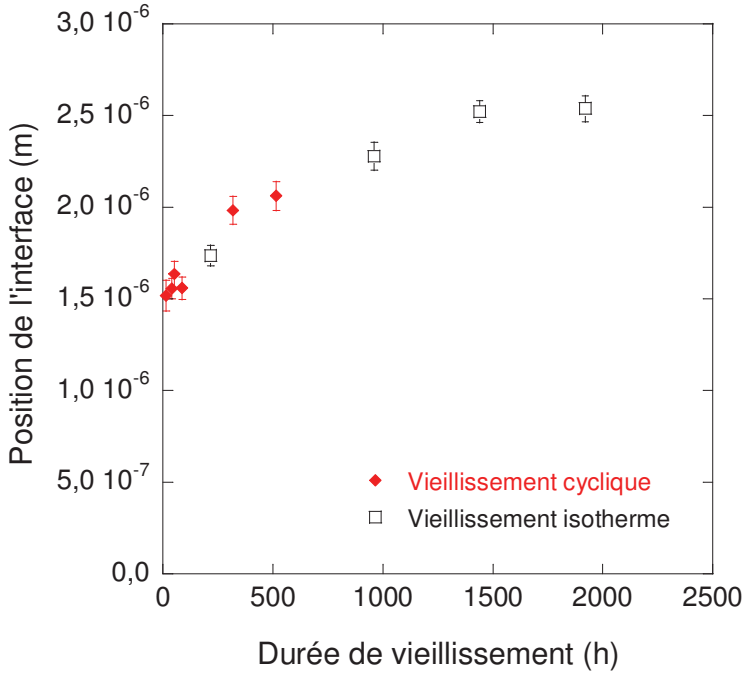


Figure III-42 : Mesure expérimentale de l'évolution de la position de l'interface en fonction du temps en température d'après les données du Tableau III-2. L'écart-type indiqué pour chaque point correspond à l'écart-type de chaque point pour 100 mesures

Conclusion

La croissance de la phase σ est comparable entre les vieillissements isothermes et anisothermes. Ce constat suggère que cette croissance des précipités, contrôlée par la diffusion au cours de ces vieillissements, n'est pas affectée par le cyclage thermique.

I.4.3. Germination de la phase σ

Il peut sembler plus classique d'étudier la cinétique de germination d'une phase avant sa croissance. Cependant, comme les rubans de phase σ sont initialement présents dans le matériau étudié, nous avons préféré commencer par étudier et présenter leur croissance. Nous présentons maintenant les résultats obtenus sur la cinétique de germination de cette phase. La densité de précipités est donc étudiée sur les mêmes échantillons, en négligeant une possible première étape de croissance lente avant que les précipités ne soient identifiables nettement par analyse d'images, soit de dimension micrométrique.

L'évolution de la densité de ces précipités (en nb/mm²), en fonction du temps de maintien à température, a été mesurée. Les densités de bandes et de précipités intergranulaires ont été mesurées sur des images assimilées à la Figure III-41-C et la Figure III-41-D respectivement. La densité de bandes lors des vieillissements cycliques et isothermes, de 88 mm^{-2} et 91 mm^{-2} respectivement, ne montre pas d'évolution significative. Elle est constante au cours du temps, et identique pour les deux séries de vieillissement. Ce résultat semble cohérent étant donnée l'origine de la formation de ces bandes qui est antérieure aux vieillissements réalisés.

En revanche, la densité de précipités intergranulaires, issus de la transformation γ → σ présente des tendances nettement différentes selon le type de traitement thermique appliqué. Cette tendance est illustrée en Figure III-43.

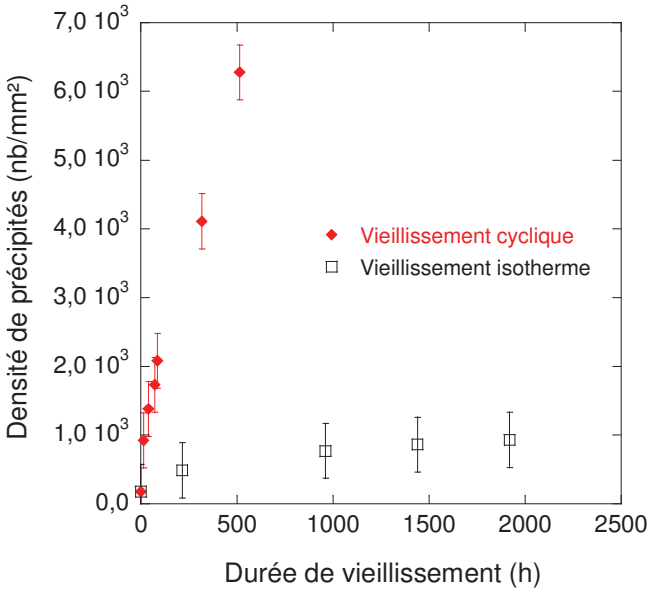


Figure III-43 : Densité de précipités intergranulaires mesurée par analyse d'images en fonction du temps en température pour des vieillissements isothermes et anisothermes

La vitesse de germination ainsi mesurée est supérieure au cours des vieillissements anisothermes. Les vitesses déterminées par régression linéaire à partir des données présentées en Figure III-43 sont :

Vieillissement	Nb/mm²/s	Nb/mm²/h
Isotherme	$2{,}9.10^{-3}$	10,5
Cyclique	$1{,}7.10^{-4}$	0,6

Tableau III-3 : Vitesses de germination de la phase σ déterminées expérimentalement pour des vieillissements cycliques et isothermes à 870°C

Conclusion

L'effet du cyclage thermique sur la germination de la phase σ, dans les conditions mises en œuvre, a été quantifié. Le cyclage thermique, entre 20°C et 870°C, accélère la cinétique de germination de la phase σ par un facteur proche de 20, en comparaison à celle mesurée dans le cadre de vieillissement isotherme.

I.5. Conclusion sur l'état métallurgique du matériau à l'état de réception et sur son évolution au cours du vieillissement à 870°C

L'acier 310S objet de cette étude présente à réception des contraintes résiduelles notables. La présence de carbures primaires $M_{23}C_6$, de ferrite δ haute température et de phase σ est mise en évidence. Les relevés de dureté nettement supérieurs réalisés en surface sont à mettre en relation avec les contraintes résiduelles et les hétérogénéités de précipitation mises en évidence. Il semblerait que les tôles étudiées soient redressées en force après le traitement d'hypertrempe annoncé. Le matériau à l'état de réception présente des hétérogénéités, chimiques et métallurgiques, relativement importantes, à l'échelle microscopique comme à l'échelle macroscopique.

Les observations métallographiques réalisées montrent que, lors du vieillissement à 870°C, l'acier évolue très rapidement : les contraintes se relaxent par une déformation importante des grains, et les tailles de grain sont affectées. Dès les premières heures de vieillissement, la transformation δ → σ est achevée.

Le vieillissement à 870°C de cet acier, pour des durées plus longues, entraîne la formation de phase σ directement depuis l'austénite. Les deux transformations, δ → σ et γ → σ, présentent des cinétiques très différentes. En effet, il faut compter une centaine d'heures de maintien à 870°C pour voir apparaître la phase σ dans la matrice. A l'équilibre, la fraction volumique de phase σ mesurée est supérieure à 10%. Cette précipitation modifie profondément le matériau,

en modifiant la composition de la matrice et en déstabilisant les carbures $M_{23}C_6$ localisés au niveau des joints de grains.

Il a été montré que le cyclage thermique, qui est bien souvent négligé dans ce genre d'études, augmente notablement la cinétique de la transformation $\gamma \rightarrow \sigma$. En effet, le vieillissement anisotherme apporte une force motrice pour la germination. En revanche, la croissance de la phase σ reste inchangée. Des trois paramètres imposés par les conditions industrielles, c'est donc le facteur cyclage thermique qui accélère le vieillissement de l'acier inoxydable 310S. Le vieillissement sous contrainte (<10MPa) et l'atmosphère industrielle utilisée lors des traitements thermiques ne modifient pas cette cinétique de précipitation, et ne semblent affecter ni la croissance ni la germination.

II. Etude du comportement mécanique

La caractérisation du comportement mécanique de l'alliage 310S à haute température est un point important de cette étude. Les effets du vieillissement, de l'atmosphère, du cyclage thermique et de la température sur celui-ci sont investigués jusqu'à 870°C. Une attention particulière a été portée aux effets du vieillissement métallurgique. Le comportement élastique, plastique et viscoplastique du matériau a été caractérisé pour différentes températures, et plus particulièrement à 870°C compte tenu de l'application visée.

II.1. Mesure du module d'Young par résonnance acoustique

Dans l'idée d'affiner un modèle de matériau élastique isotrope, des mesures de module d'Young ont été réalisées de manière continue entre 20°C et 900°C. Au vu des macro-hétérogénéités du matériau, des échantillons ont été prélevés en surface, et à cœur dans la zone médiane des tôles. De plus, les modifications importantes liées au vieillissement nous ont amené à analyser le matériau P20-*B* et P20-*Support*-257cyc.

La méthode de mesure du module d'Young par résonnance acoustique est présentée dans la partie III.4 du chapitre 2. Au cours de ces mesures, réalisées par Mr Olivier Valentin de la société Aurock, les mesures de module d'Young sont effectuées au cours de la chauffe et du refroidissement.

Une comparaison des deux séries de données obtenues est présentée en Figure III-44. L'écart moyen entre les valeurs relevées au cours de la chauffe, et au cours du refroidissement, pour une même température, est de l'ordre de 2 GPa. Cet écart peut correspondre à un léger décalage de température car le thermocouple est situé dans le four et non sur l'échantillon vibrant. Afin d'être dans les mêmes conditions, les courbes en descente de température seront comparées.

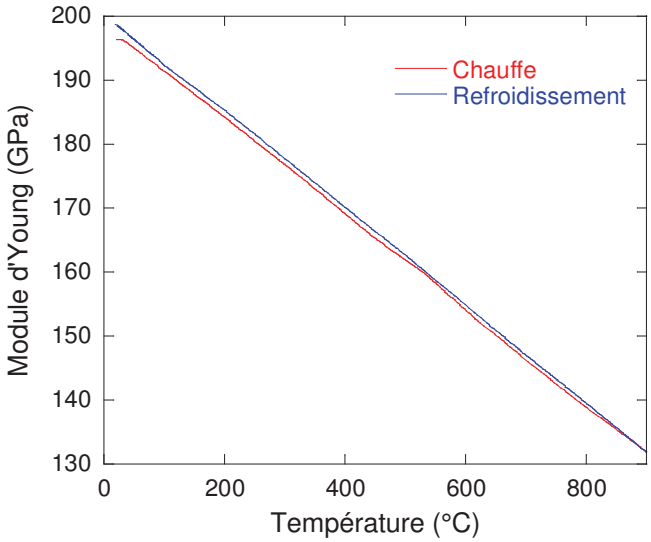


Figure III-44 : Comparaison des mesures de module d'Young réalisées au cours de la chauffe et du refroidissement sur le P20-*B prélevé à cœur*

Une bonne correspondance est observée entre les deux séries de résultats. Cependant, l'inertie du four dans lequel est placé le montage fait que le refroidissement est deux fois plus long que la chauffe. De plus, on observe un bruit plus important sur la courbe au chauffage. La comparaison de l'ensemble des résultats obtenus, présentée en Figure III-45, présente donc les courbes au refroidissement.

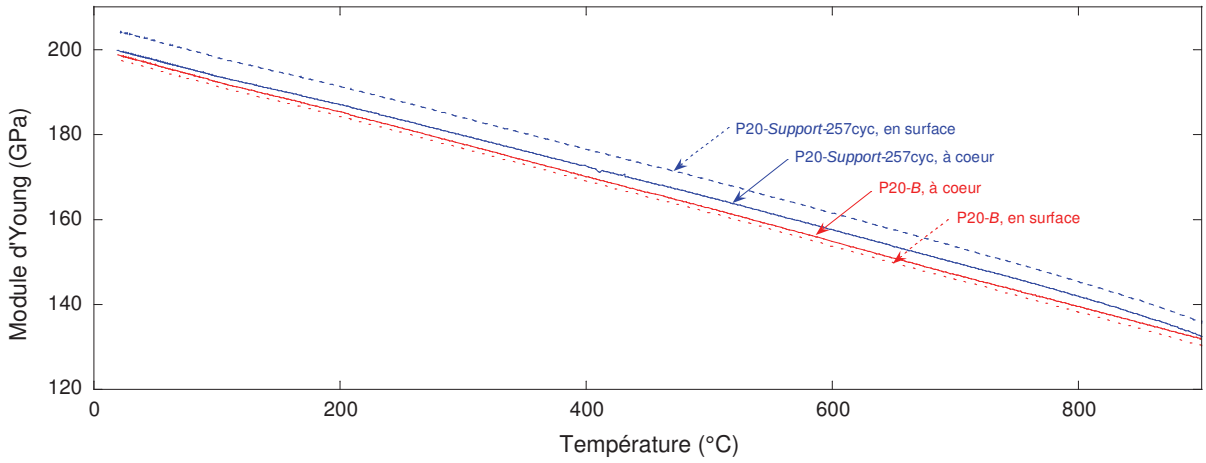


Figure III-45 : Evolution du module d'Young en fonction de la température, mesurée au refroidissement, pour différentes zones du matériau P20-*B et* P20-*Support*-257cyc

Le matériau vieilli présente une rigidité plus élevée, ainsi que des variations importantes selon que l'échantillon a été prélevé en surface ou à cœur. Sur les deux échantillons de P20-*B*, le module d'Young évolue linéairement avec la température. L'échantillon de P20-*B*, prélevé en surface, présente le module d'Young le plus faible. Cependant, le faible écart qu'il présente avec l'échantillon brut prélevé à cœur, indique qu'il n'y a pas ou peu d'effet de la différence surface / cœur mis en évidence précédemment dans ce chapitre (cf. I.1.4). Il passe de 197 GPa

à 20°C à 130 GPa à 900°C. Le P20-*B*, prélevé à cœur, présente une tendance identique, avec un module d'Young supérieur de 1 GPa à celui mesuré en surface.

Sur les deux échantillons prélevés sur le P20-*Support*-257cyc en revanche, la diminution du module d'Young est moins linéaire. Au-dessus de 600°C, une diminution plus rapide est observée. La raideur en surface est plus importante qu'à cœur. Le tableau ci-dessous explicite les mesures pour certaines températures.

Température	20	200	400	600	800	870	900
P20-B, surface	197,6	184,2	169,1	153,8	138,2	132,7	130,3
P20-Support-257cyc, surface	204,4	191,2	176,6	161,5	145,4	139,0	135,9
Augmentation (%)	3,4	3,8	4,4	5,0	5,2	4,7	4,3
P20-B, cœur	198,8	185,2	170,1	154,9	139,5	134,2	131,9
P20-Support-257cyc, cœur	199,8	186,9	172,4	157,6	142,0	135,6	132,5
Augmentation (%)	0,5	0,9	1,4	1,7	1,7	1,1	0,5

Tableau III-4 : Module d'Young mesuré et augmentation liée au vieillissement, à cœur et en surface. La précision de la mesure est essentiellement liée à la précision dimensionnelle des échantillons. Elle est estimée à 0,3 GPa.

L'augmentation de la rigidité est donc hétérogène. Elle est, sur la gamme de température testées, de 3,4 à 5,2 % en surface et de 0,5 à 1,7% à cœur.

Conclusion

Le module d'Young du matériau a été caractérisé par résonnance acoustique. Les résultats mettent en évidence l'effet des hétérogénéités microstructurales entre le cœur et la surface du matériau, ainsi que l'effet du vieillissement, sur le comportement élastique, présumé isotrope, du matériau.

II.2. Traction simple

Dans un premier temps, des essais de traction sont menés sur des éprouvettes à l'état de réception afin d'étudier le comportement élastique et plastique de l'alliage. Ces essais sont réalisés pour des températures variables, entre 20°C et 870°C. Les essais à 20°C sont des essais normalisés, réalisés par la société ECCI. Des essais en température ont également été réalisés au CIRIMAT.

II.2.1. Traction à température ambiante

Les essais à 20°C respectent la norme ASTM E8/E8M rev. 11-12. Les éprouvettes sont usinées d'après les spécifications internes à Safran Landing Systems (cf. chapitre 2, III.1.1) imposant

un rapport $L_0/\sqrt{S_0} = 5{,}65$. Les résultats de ces essais de traction sont présentés dans le Tableau III-5.

Dénomination	B1	B2	B3	B4
Prélèvement	Sens long	Sens long	Sens long	Sens travers long
Rm (MPa)	572	572	573	474
Rp0,2 (MPa)	237	264	262	263
A%	36	29	34	10
Z%	42	41	41	15
E (GPa)	197	171	194	168

Tableau III-5 : Résultats d'essais de traction à 20°C réalisés sur le P20-*B*

Les données du fournisseur donnent les propriétés mécaniques suivantes :

- $R_m = 549\ MPa$
- $R_p\,0{,}2 = 236\ MPa$
- $A = 47\%$
- $Z = 45\%$

Un bon accord est donc obtenu entre les essais réalisés dans le sens long et les propriétés mécaniques annoncées par le fournisseur. Seul l'allongement à rupture est légèrement inférieur à celui attendu. Les propriétés données par le fournisseur correspondent donc à la direction de laminage.

Par ailleurs, ces résultats mettent en évidence une forte anisotropie du matériau. La résistance mécanique dans le sens travers long est inférieure à celle mesurée dans le sens long, et une chute drastique de l'allongement à rupture est à noter. Le module d'Young semble également affecté dans une moindre mesure.

Des essais de traction sont également réalisés à 20°C sur le P20-*Support*-257cyc. Ces éprouvettes sont usinées et testées selon les mêmes conditions que le P20-*B*. Les éprouvettes sont prélevées en différentes zones afin d'évaluer une possible influence des contraintes subies par le matériau sur son vieillissement et son comportement mécanique. Pour cela, elles sont extraites sur l'outillage dans des zones sollicitées en traction (T1), en compression (C1, C2), et peu sollicitées (N1, N2, N3) illustrées en Figure III-46, où la direction de laminage L est indiquée.

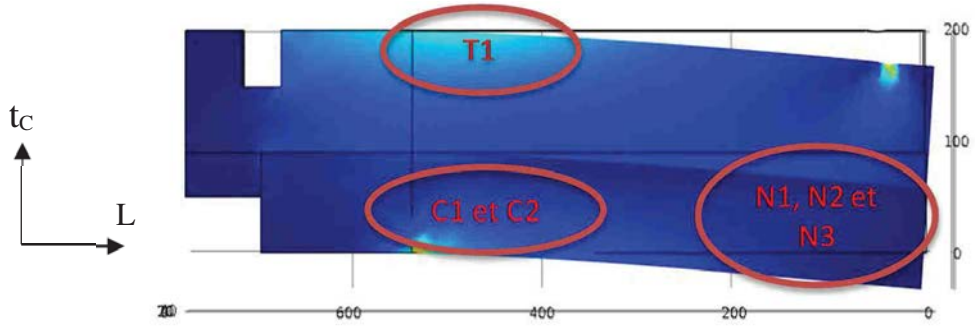


Figure III-46 : Modélisation d'un bras supérieur de l'outillage et calcul des contraintes de Von Mises, localisation des zones de concentration des contraintes, et localisation des éprouvettes prélevées pour les essais de traction sur le matériau vieilli in situ. Les échelles sont données en mm

Toutes les éprouvettes sont prélevées dans la direction de laminage. Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau III-6.

Dénomination	**N1**	**N2**	**N3**	**T1**	**C1**	**C2**
Sollicitation		Neutre		Traction	Compression	
Rm (MPa)	589	587	576	583	593	588
Rp0,2 (MPa)	298	258	286	275	302	292
A%	31	35	33	33	35	35
Z%	46	46	46	40	45	45

Tableau III-6 : Résultats d'essais de traction simple réalisés à 20°C sur P20-*Support*-257cyc *dans différentes zones de sollicitations*

Pour une meilleure lisibilité, l'ensemble de ces résultats est illustré dans les diagrammes en Figure III-47. Les sollicitations mécaniques subies au cours du vieillissement ne semblent pas modifier notablement les propriétés mécaniques. Une légère augmentation de la résistance mécanique : $+\,10\,MPa$ est observée avec le vieillissement. L'augmentation de la limite élastique est sensiblement plus marquée : $+\,30\,MPa$. Les évolutions de l'allongement à rupture et de la striction sont incluses dans l'erreur de mesure.

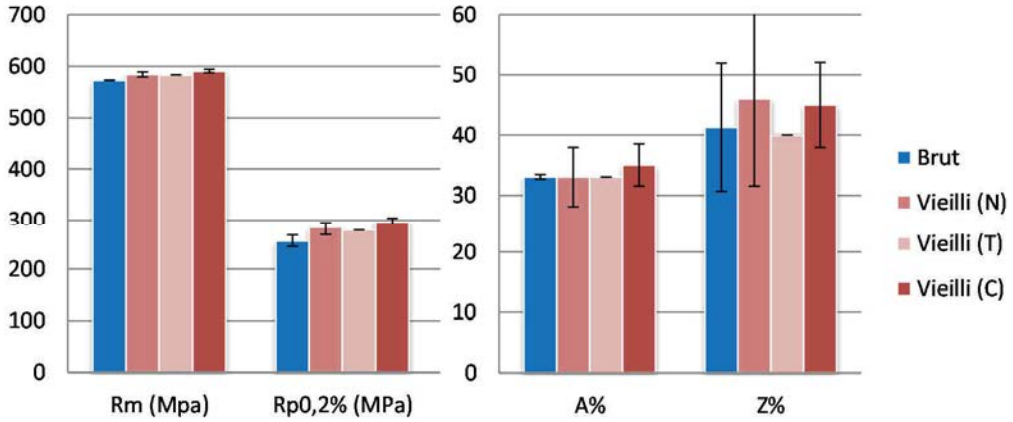


Figure III-47 : Représentation graphique des résultats des essais de traction (sens long) à 20°C présentés dans les deux tableaux précédents sur P20-*B et* P20-*Support*-257cyc. *Les histogrammes correspondent aux moyennes des mesures et les écarts-types sont présentés pour chaque mesure*

II.2.2. Traction à chaud

En complément, des essais de traction ont été réalisés au CIRIMAT entre 20°C et la température d'étude de 870°C. Le P20-*B* a été testé dans la direction de laminage. Les éprouvettes utilisées présentent la géométrie illustrée dans la partie III.1.3 du chapitre 2. Les courbes de traction obtenues sont présentées en Figure III-48.

L'augmentation de la température d'essai induit une diminution de la résistance mécanique, de la limite élastique ainsi que de l'allongement à rupture, signe de l'importance de la

viscoplasticité du matériau à 870°C. Des instabilités de type Portevin-Le Châtelier sont observées à 650°C pour cette vitesse de sollicitation, indiquant dans ces conditions des interactions entre les dislocations mobiles et les espèces en solution solide.

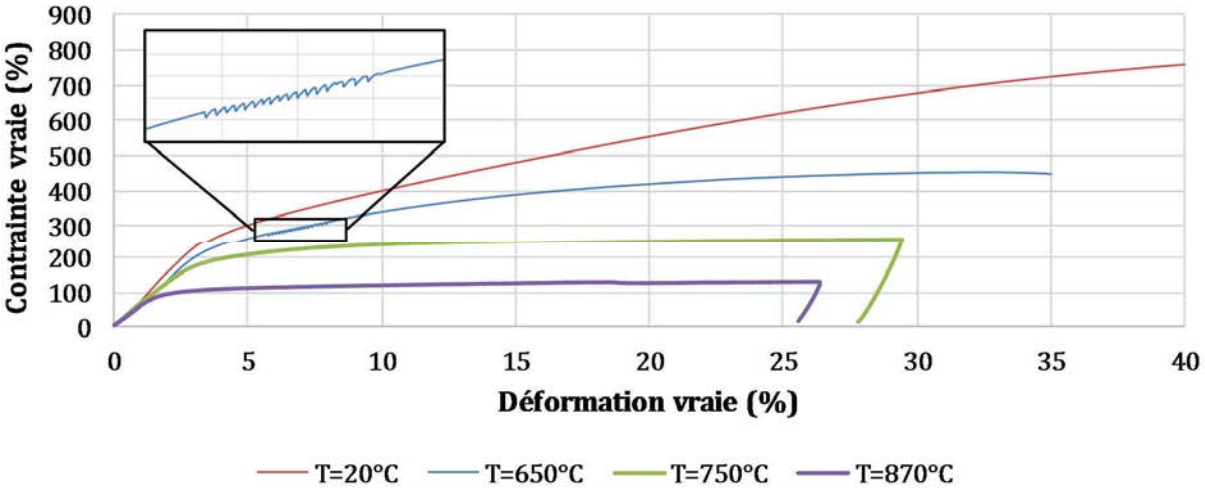


Figure III-48 : Courbes de traction obtenues sur le P20-B pour une vitesse de déformation $\dot{\varepsilon} = 10^{-3}s^{-1}$ *et pour 4 différentes températures. Essais réalisés sous air, éprouvettes prélevées dans le sens long*

Des essais de traction, doublés, sont réalisés à 870°C, sur le P20-*B* et le P20-*Support*-257cyc. La précipitation des carbures et de la phase σ induisent seulement des petites modifications du comportement mécanique à température ambiante comme illustré précédemment. A 870°C, la limite élastique et la résistance maximale sont supérieures dans le matériau vieilli comme le montrent les résultats en Figure III-49. L'augmentation du nombre de sites d'endommagement semble donc compensée par le comportement viscoplastique de la matrice.

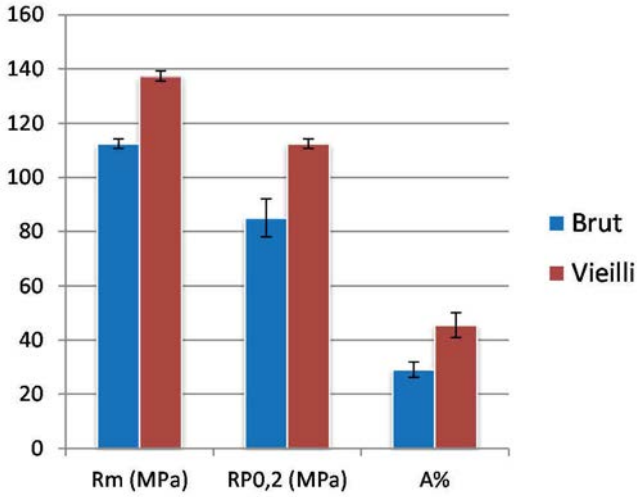


Figure III-49 : Caractéristiques mécaniques mesurées à 870°C sur le matériau à l'état de réception et sur le matériau vieilli

Des éprouvettes de P20-*Support*-257cyc ont été observées par microscopie électronique à balayage après essai de traction (Figure III-50). On met en évidence une localisation de l'endommagement au niveau des carbures $M_{23}C_6$ et de la phase σ.

La différence de dureté entre l'austénite et la phase σ génère des concentrations de contraintes importante au cours de la déformation de l'éprouvette, associées à une localisation de l'endommagement. Les rubans de phase σ se clivent ce qui induit la formation de cavités, qui progressent ensuite le long de l'interface γ/σ. De la même manière des cavités apparaissent au niveau des interfaces entre la matrice et les carbures $M_{23}C_6$. A l'inverse, la matrice est très ductile et des lignes de plasticité à 45° de la direction de traction apparaissent nettement.

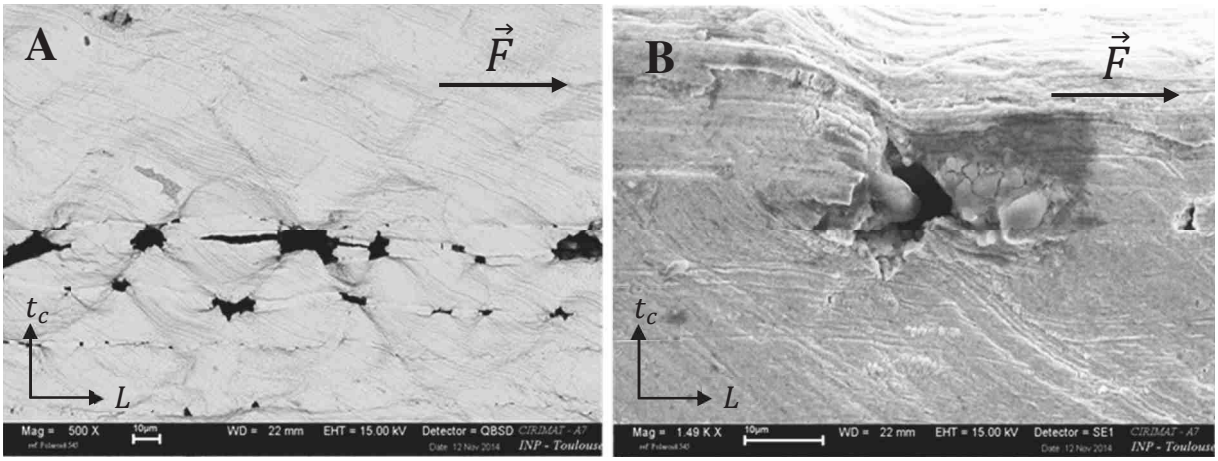


Figure III-50 : Observation MEB de la localisation de l'endommagement après un essai de traction à $\dot{\varepsilon} = 10^{-3}s^{-1}$ sur une éprouvette de P20-*Support*-257cyc*, pour une déformation imposée de 35%, [A] au niveau de la phase σ en électrons rétrodiffusés et [B] au niveau d'un carbure $M_{23}C_6$ en électrons secondaires*

Conclusion

Le vieillissement de l'alliage induit donc une faible modification des propriétés élastiques et plastiques du matériau, à température ambiante. Par contre, cet effet est plus marqué à 870°C. La précipitation observée génère également des endommagements spécifiques pour de forts taux de déformation.

II.3. Mesures de dureté

Des mesures de dureté sont réalisées à différents stades du vieillissement. La dureté rapportée par la bibliographie pour l'austénite et la phase σ sont respectivement de l'ordre de 200 HV et 940 HV [19].

Le profil de microdureté, identifié en surface sur le P20-*B* (Figure III-9) est associé à un profil de macrodureté en Figure III-51. Ces mesures sont réalisées pour une charge de 20 kg afin de s'affranchir des hétérogénéités locales. Elles indiquent une variation notable de la dureté entre la surface et le cœur qui est de l'ordre de 20 HV20, passant de 150 HV à 130 HV.

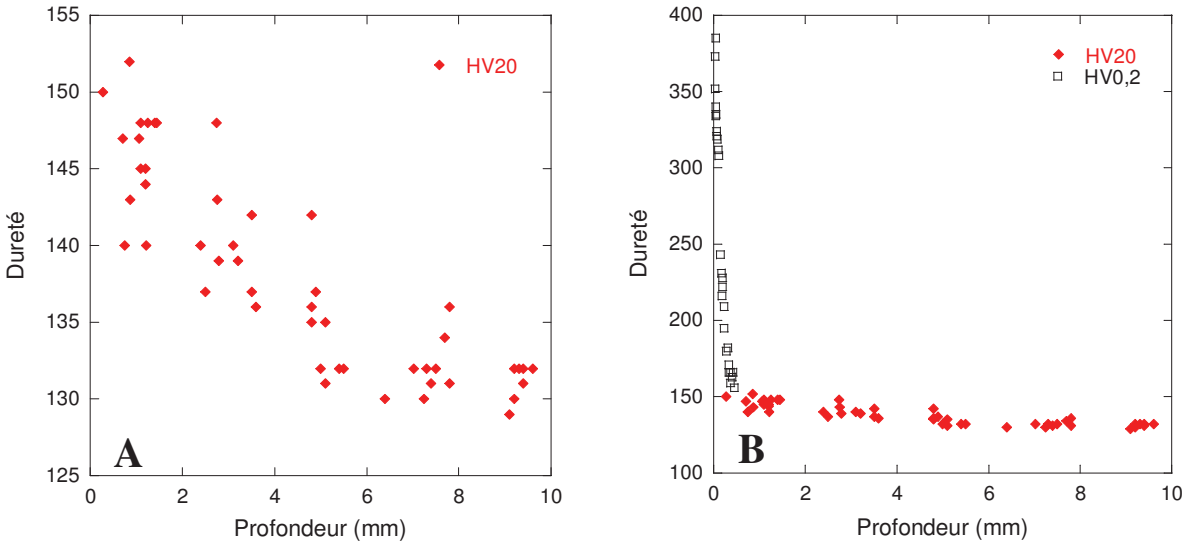


Figure III-51 : [A] Profil de macrodureté sur la demi-épaisseur du P20-*B et [B] superposition avec le profil de microdureté en surface*

Des séries de mesures de macrodureté sont réalisées pour des échantillons après différentes durées de vieillissement cyclique. Ces mesures sont réalisées à cœur, dans le plan médian, de manière à se placer systématiquement dans les mêmes conditions de mesure. Les résultats moyens et les dispersions, obtenus sur 5 mesures, sont présentés sur la Figure III-52. Sur cette gamme de vieillissement, la fraction volumique de phase σ évolue de 2 % à 3,5 %.

Il apparaît que la dureté du matériau augmente rapidement lors des premiers cycles, puis elle semble diminuer lors de vieillissements plus longs. Ces résultats sont obtenus pour des temps de vieillissements courts, et les mesures mériteraient d'être répétées pour des vieillissements plus longs. Cependant, ils présentent un intérêt important en mettant en évidence un point d'inflexion dans le comportement mécanique, avec une augmentation de la dureté suivie d'une diminution, ce qui sera également retrouvé lors des essais de fluage (cf. II.5.4.1).

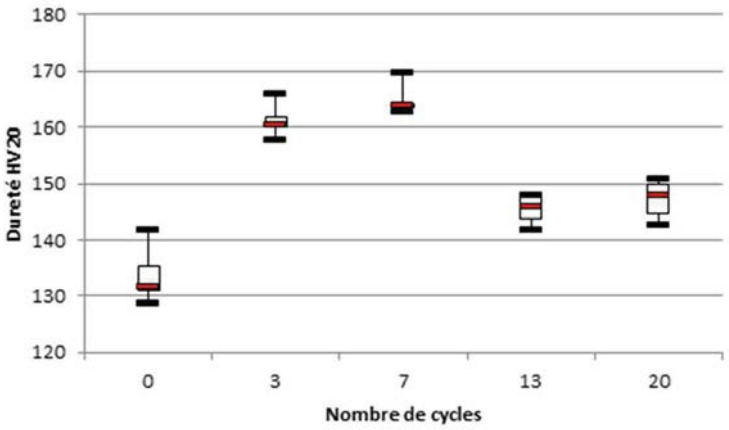


Figure III-52 : Graphique représentant l'évolution de la dureté du matériau au cours du vieillissement cyclique

A une échelle plus locale, le durcissement lié à la précipitation de la phase σ est observé. La méthode de mesure, mise en œuvre sur un échantillon de P20-*Support*-257cyc, est illustrée en

Figure III-53. Il s'agit, par une comparaison d'images avant et après indentation, de déterminer la fraction surfacique de précipités pouvant générer un durcissement local.

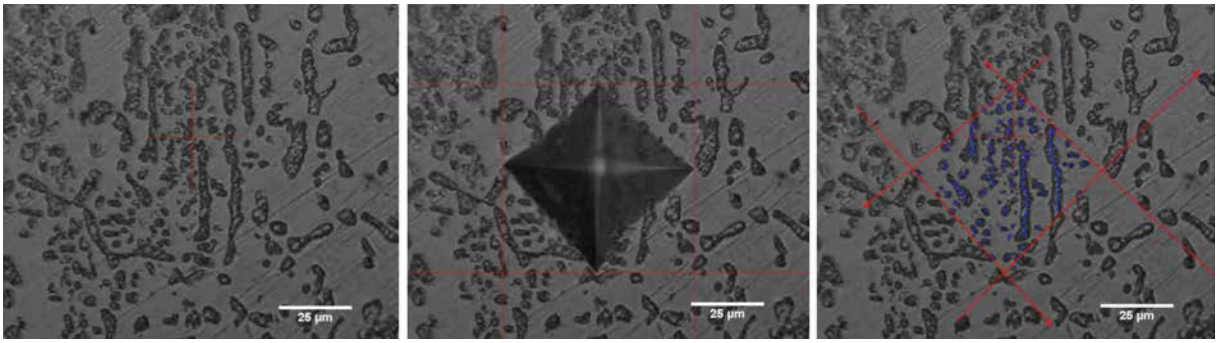


Figure III-53 : Illustration du traitement d'image effectué pour identifier la fraction surfacique de phase σ qui se trouve dans la zone indentée du P20-Support-257cyc. De gauche à droite : image avant indentation, image après indentation, détermination de la zone indentée sur l'image avant indentation et détermination de la fraction surfacique de phase σ correspondante (en bleu)

La corrélation entre les mesures de microdureté et la fraction surfacique de phase σ ainsi mesurée est donnée en Figure III-54. Une tendance linéaire est observée, montrant que plus la fraction de phase σ est importante et plus la dureté locale augmente.

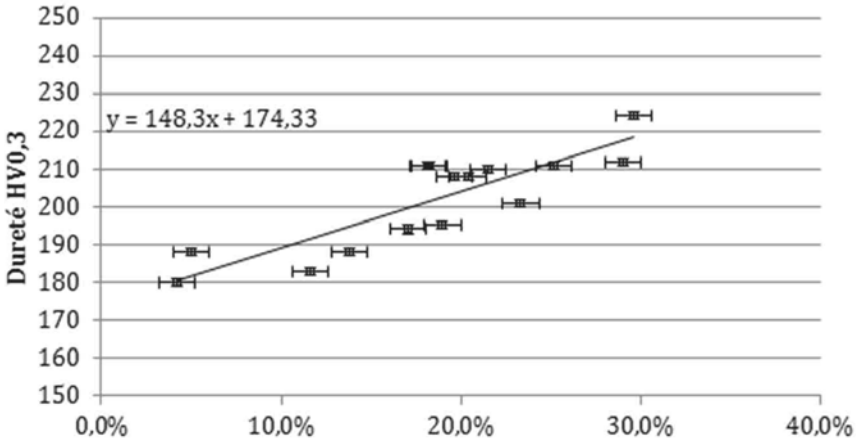


Figure III-54 : Corrélation entre les mesures de dureté HV0,3 et la fraction surfacique de phase σ localisée dans la zone indentée, sur un échantillon de P20-*Support*-257cyc

Ces observations confirment l'effet durcissant de la phase σ mais ne permettent pas de déterminer la dureté de celle-ci. En effet, cette méthode ne permet pas de connaître la fraction de phase σ dans le volume, et donc celle affectant la mesure de dureté.

Afin de déterminer la dureté de ces deux phases seules, des indentations Knoop sont menées sur le même matériau (cf. Figure III-55). La dureté de la phase σ, ainsi mesurée sur des bandes, est de 890 HV, soit légèrement inférieure aux 940 HV trouvés dans la littérature [20, 21]. Cette dureté moindre peut être due à la dimension des rubans, faible par rapport à la taille de

l'indentation. De plus, la plastification de la matrice autour du précipité indenté a été observée à plusieurs reprises.

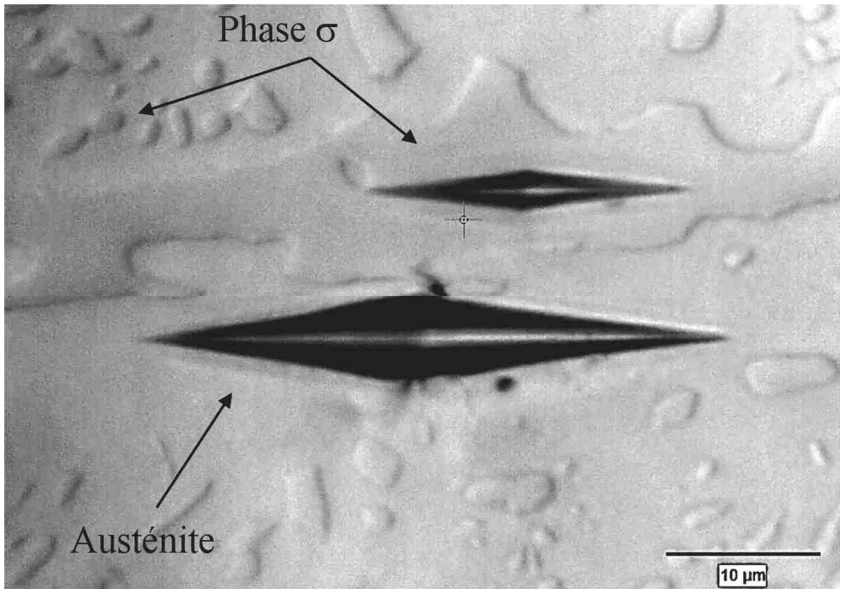


Figure III-55 : Essais de dureté Knoop sur un ruban de phase σ et sur l'austénite (charge 25g)

Des mesures dans la matrice permettent de montrer que la dureté de la matrice austénitique seule passe de 140 HV sur le P20-*B*, à 210 HV sur le P20-*Support*-257cyc.

Conclusion

Les hétérogénéités microstructurales du matériau induisent un profil de dureté sur l'épaisseur de la tôle. L'effet du vieillissement sur la dureté du matériau à l'échelle microscopique et macroscopique a été mesuré. Les résultats indiquent un durcissement du matériau dans les premiers stades du vieillissement, suivi d'une diminution de la dureté malgré l'augmentation continue de la fraction de précipités intermétalliques durcissants.

II.4. Fluage en environnement industriel

Des déformations anormales sont observées sur des outillages de traitement thermique. Afin d'avoir une donnée quantitative des vitesses de déformation, en conditions de service, des mesures de flèche sont réalisées sur les bras des outillages. En parallèle, un montage a été élaboré et réalisé afin de permettre des essais de fluage *in situ*. Les contraintes appliquées lors de ces essais sont sélectionnées dans la gamme de contraintes subies par les outillages, déterminée à l'aide d'un modèle élastique isotrope en trois dimensions.

II.4.1. Mesure des déformations sur des outillages

La structure des outillages faisant l'objet de cette étude est complexe et les contraintes entre les pièces sont multiples. La nécessité de réaliser une mesure des déformations exploitable nous a amenés à nous concentrer sur les bras supérieurs de ces composants, illustrés en Figure III-56.

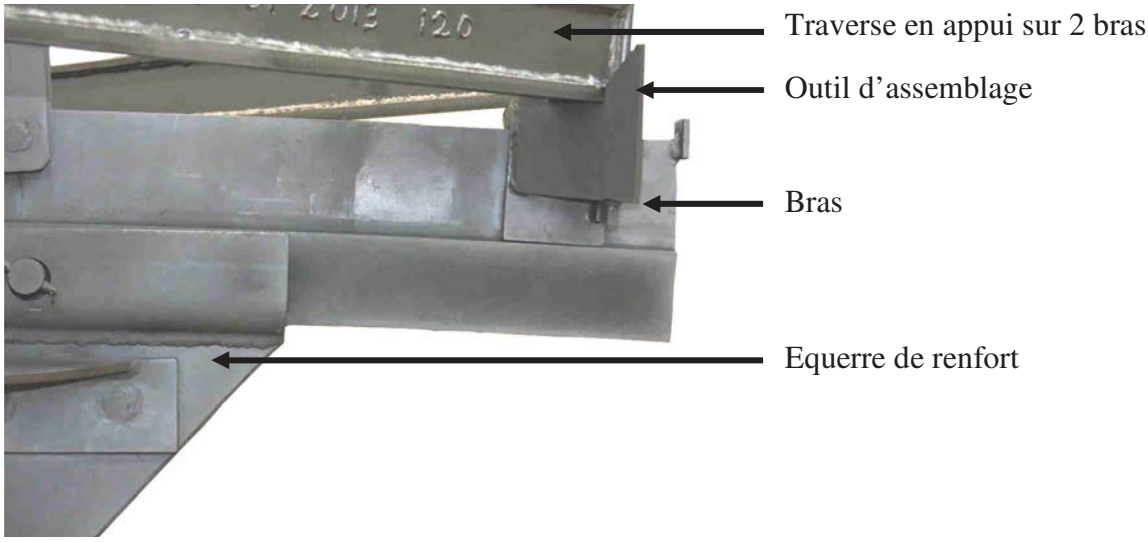


Figure III-56 : Photographie d'un bras supérieur d'outillage mécano-soudé. Ce type de bras a été utilisé pour la mesure des déformations. Les traverses posées sur le bras sont utilisées pour suspendre les pièces aéronautiques

Ces bras supportent le poids de pièces (200 à 500 kg) au cours du traitement thermique. Celles-ci sont suspendues à des traverses, en appui sur deux bras, par le biais d'outillages d'assemblage spécifiques. L'autre extrémité du bras étant solidarisée à un mât central, ceux-ci sont soumis à un effort de flexion simple. Les efforts de torsion pouvant être générés par un déséquilibre des charges seront négligés. Les déformations mesurées correspondent ainsi à une flèche qui évolue assez vite pour être mesurée entre les cycles successifs de traitements thermiques.

Un suivi de certains supports a été réalisé. Pour cela, des photos sont prises dans des conditions précises et répétables. La déformation des bras est ensuite déterminée par analyse d'images. Comme illustré en Figure III-57, la déformation totale correspond à la somme de la flèche et d'une rotation d'angle θ. Cette inclinaison du bras peut être liée à l'inclinaison de l'outillage dans son ensemble, à la flexion du mât central, ainsi qu'à une déformation de la fixation entre le bras et le mât.

Afin de déterminer la flèche seule, le profil mesuré est traité de manière à soustraire une composante rotation : la tangente à l'origine est évaluée à l'aide des premiers points du profil, ce qui permet de déterminer l'angle θ et de réaliser une rotation du repère $(\vec{x}, \vec{z})$. Une fois le profil supérieur du bras tracé, la flèche est mesurée. Un protocole a été mis en place, de la prise d'image au traitement des données, permettant de faciliter le suivi des déformations des outillages au niveau industriel.

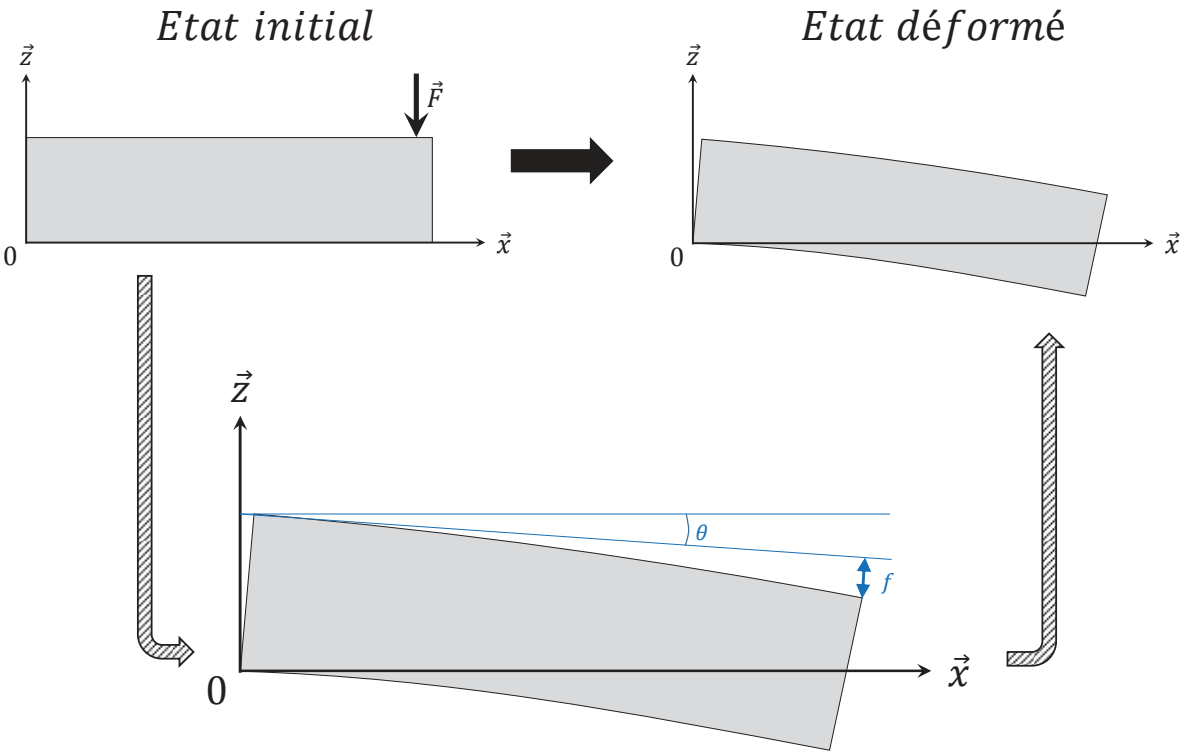


Figure III-57 : Décomposition de la déformation d'un bras comme étant la somme d'une rotation d'angle θ et d'une flèche f

Un exemple du profil relevé, après rotation du repère, est illustré en Figure III-58. Dans cet état, la flèche du bras atteint 45 mm (pour une longueur du bras de 70 cm). L'extrémité du bras supportant les pièces à traiter est inclinée de 7°, calculés d'après les 4 derniers points de ce même profil, ce qui présente un risque de chute pour les pièces suspendues.

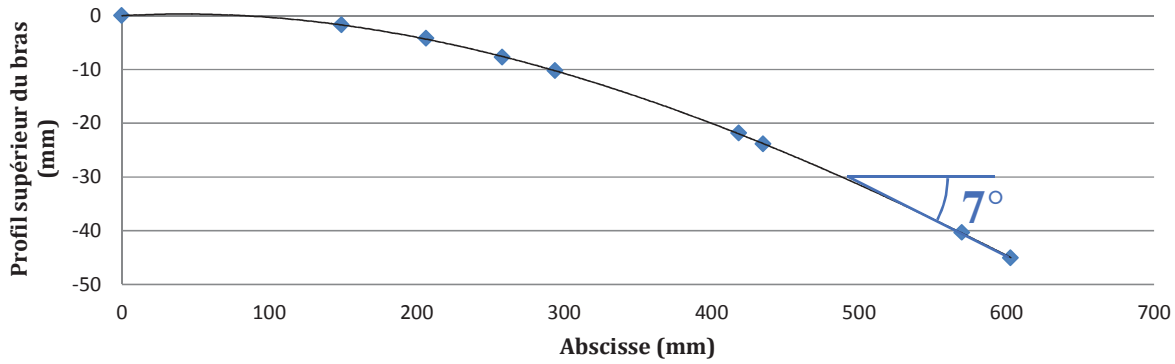


Figure III-58 : Exemple de mesure de la flèche obtenue après traitement des données et rotation du repère afin de soustraire l'inclinaison du bras

Le poids d'une pièce est réparti sur deux bras, par le biais d'une traverse, et les pièces en vis-à-vis sont du même poids. Ainsi les 4 bras subissent la même charge au cours d'un cycle de traitement thermique, et présentent ainsi le même chargement thermique et mécanique sur leur durée de vie. Les déformations des 4 bras sont donc mesurées (Figure III-59-A) afin de déterminer une déformation moyenne (Figure III-59-B).

Les suivis de la flèche, et la vitesse de déformation par cycles déterminée, permettent d'anticiper les déformations de ces bras et de prévoir les opérations de maintenance à réaliser. Ces résultats seront également utilisés dans la partie IV afin de valider le modèle proposé.

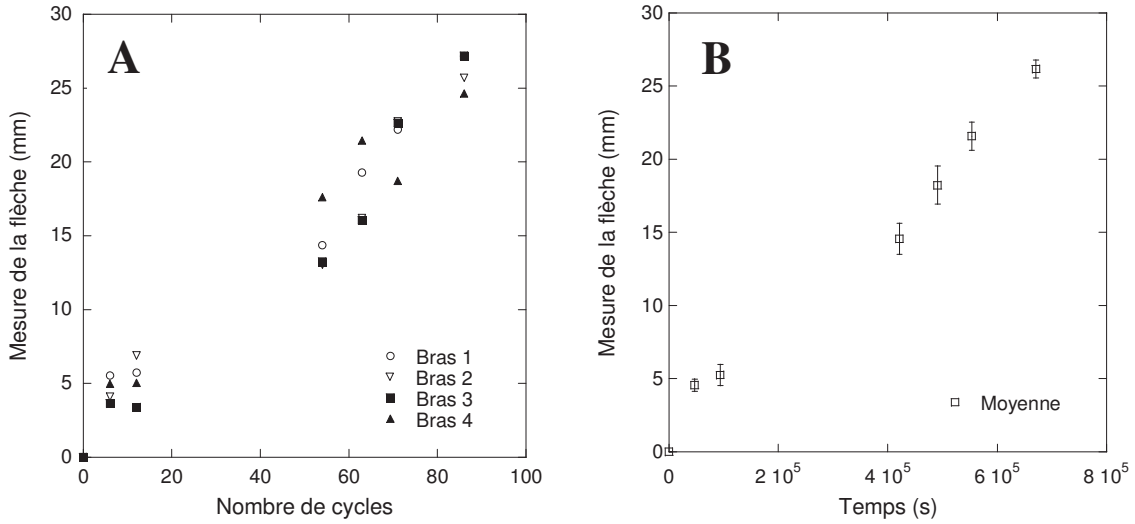


Figure III-59 : [A] Suivi de la flèche des 4 bras supérieurs d'un support en service en fonction du nombre de cycles de traitement thermique subis et [B] déformation moyenne considérée pour ce support (+écart type) en fonction du temps à température (870°C) cumulé

Conclusion

Un protocole de mesure a été mis au point afin de suivre la flèche des bras des outillages au cours de leur durée de vie. Un suivi a été réalisé, permettant de mettre en évidence une flèche de 2,5 cm après 90 cycles en service.

II.4.2. Calcul des contraintes dans les bras

Un modèle éléments finis de ces bras a été réalisé afin de déterminer la contrainte maximale en fonction du poids des pièces suspendues. Le modèle élastique isotrope, fait suivant les plans d'usinage, a été réalisé en trois dimensions sous CAST3M® afin de prendre en compte la géométrie complexe. Le maillage défini est évolutif afin d'affiner la définition des zones où les contraintes sont les plus importantes. Le chargement est appliqué à l'extrémité du bras de manière représentative, c'est-à-dire sur une surface plane de 10 cm de long et sur l'épaisseur du bras. Les modules d'élasticité utilisés sont ceux mesurés expérimentalement et présentés précedemment.

Le modèle obtenu ainsi que les contraintes calculées pour une charge de 350 kg sont représentées en Figure III-60. Les zones soumises aux contraintes maximales sont ainsi localisées. La contrainte maximale identifiée est de 6,1 MPa, et correspond à la zone supérieure du bras, sollicitée en traction.

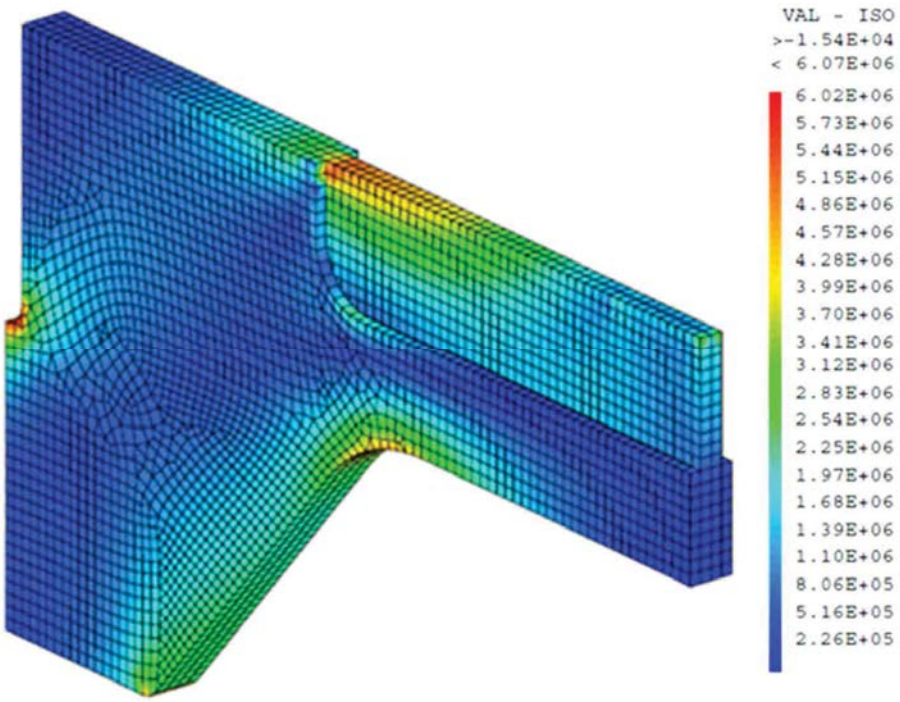


Figure III-60 : Modèle élastique permettant d'identifier les contraintes dans les bras supérieurs pour un chargement de 350 kg correspondant à la charge moyenne mesurée

Il est ainsi possible de déterminer la contrainte maximale dans les bras en fonction de la masse de pièces traitées. Les résultats sont présentés en Figure III-61-A. Les charges moyenne et maximale sont également repérées et correspondent respectivement à une contrainte maximale dans le bras de 4,3 et 7,8 MPa. Par ailleurs, la masse des différentes pièces traitées par Safran Landing Systems a été répertoriée. Cette base de données, couplée au modèle par éléments finis du bras, a permis de déterminer la contrainte maximale au cours de chaque cycle de traitement. Un exemple de suivi obtenu est illustré en Figure III-61-B.

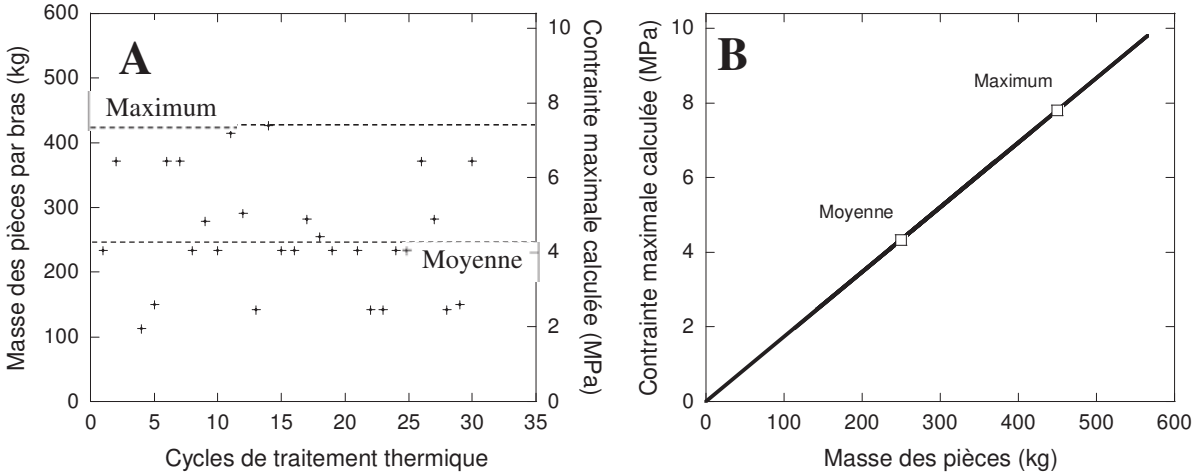


Figure III-61 : [A] Suivi d'un support en service, avec indication de la masse de pièces suspendues et la contrainte maximale dans le bras correspondante, et [B] contrainte maximale dans le bras en fonction de la masse des pièces suspendues. Les masses de pièces moyenne et maximale sont indiquées

Conclusion

Le suivi des composants de trains d'atterrissage traitées thermiquement a permis de déterminer la masse suspendue aux outillages cycle après cycle. Le couplage de ces données avec un modèle éléments finis du bras de l'outil en 3D, avec un comportement élastique isotrope, permet de déterminer la contrainte maximale dans le bras. Elle est au maximum de 7,8 MPa et en moyenne de 4,3 MPa.

II.4.3. Résultats des essais de fluage *in situ*

Des essais de fluage *in situ* sont réalisés dans la gamme de contraintes identifiée par le modèle éléments finis. Le concept des essais in situ ainsi que les éprouvettes sont présentés dans le chapitre 2, en III.1.2 et III.5. Les résultats de ces essais de fluage sont représentés en Figure III-62 en fonction du nombre de cycles de 2h10min subis, et du temps cumulé à température.

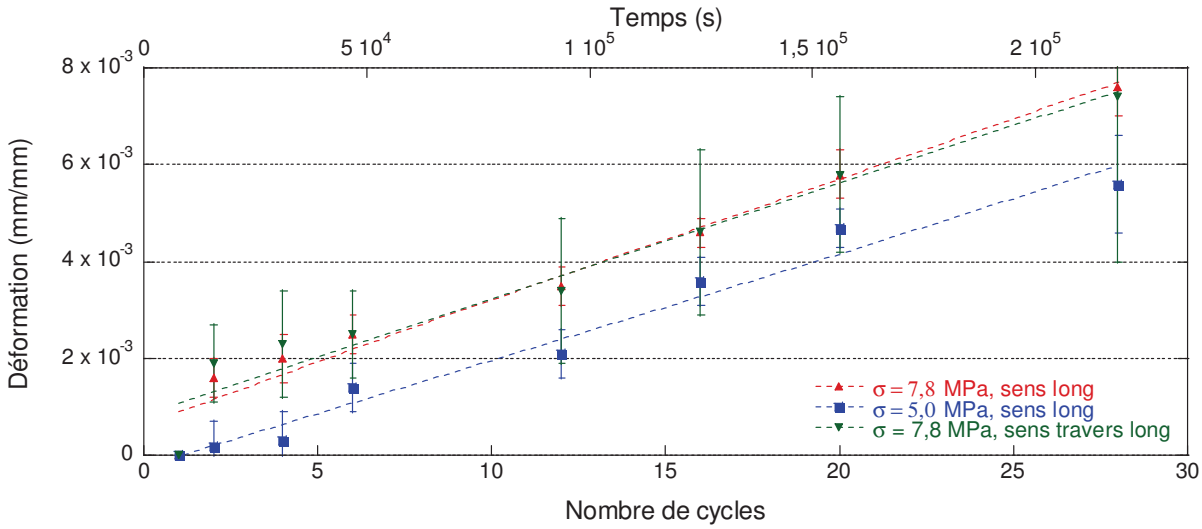


Figure III-62 : Résultats des essais de fluage in situ. Les barres d'erreur sont représentatives de l'écart-type obtenue pour des séries de 4 mesures sur 6 éprouvettes pour chacune des conditions expérimentales

Le fluage primaire est court et peu marqué. Les vitesses de déformation, mesurées dans le domaine de fluage secondaire, sont de :

- $\sigma = 7{,}8MPa$, sens long : $3{,}1.\,10^{-8}s^{-1}$
- $\sigma = 7{,}8MPa$, sens travers long : $3{,}1.\,10^{-8}s^{-1}$
- $\sigma = 5{,}0MPa$, sens long : $2{,}8.\,10^{-8}s^{-1}$

Pour une contrainte de 7,8 MPa, le comportement en fluage de l'acier 310S est peu affecté par la direction de prélèvement. Les résultats sont cohérents et les mesures sur 6 éprouvettes présentent un écart-type assez faible au vu des conditions expérimentales, permettant d'identifier clairement la tendance de la déformation. Par ailleurs, le stade du fluage primaire est quasi inexistant. Ce phénomène peut être lié au cyclage thermique.

Conclusion

Les déformations *in situ* de fluage en flexion des bras des outillages ont été mesurées. Le suivi de ces déformations permet de relier directement la charge imposée au cours des cycles de traitement thermiques aux déformations. Des essais de fluage *in situ* ont également été réalisés. Pour cela, un montage spécifique a été conçu et réalisé. Le niveau de contrainte pour ces essais a été choisi de manière représentative, après évaluation des niveaux de contraintes dans les bras des outillages à l'aide d'un modèle éléments finis

II.5. Caractérisation du comportement en fluage

Dans le cadre de cette étude, le fluage secondaire est dominant. Le fluage tertiaire associé à l'endommagement du matériau n'est pas pris en considération, étant donné que les forts taux de déformation atteints sont très supérieurs aux taux de déformation subis par les outillages en condition de service.

Le chargement thermique imposé par le traitement thermique en milieu industriel induit deux paliers d'une demi-heure, à 650°C et 760°C, lors de la montée en température. Le comportement est donc caractérisé à ces deux températures avant d'être étudié de manière plus approfondie à 870°C.

II.5.1. Comportement en fluage à 650°C

Dans un premier temps, des tests de fluage sont réalisés à 650°C sur le P20-*B*. Les contraintes pour lesquelles ces essais sont réalisés sont situées sur la courbe de traction du matériau mesurée à 650°C en Figure III-63-A. Les courbes de fluage obtenues au cours de ces essais sont présentées en Figure III-63-B.

Les courbes présentées indiquent que le fluage primaire est court, la vitesse de déformation se stabilise après 5000 s, soit une durée inférieure à un cycle de traitement thermique. Cela valide l'absence de nécessité de prendre en compte le fluage primaire dans le modèle de comportement.

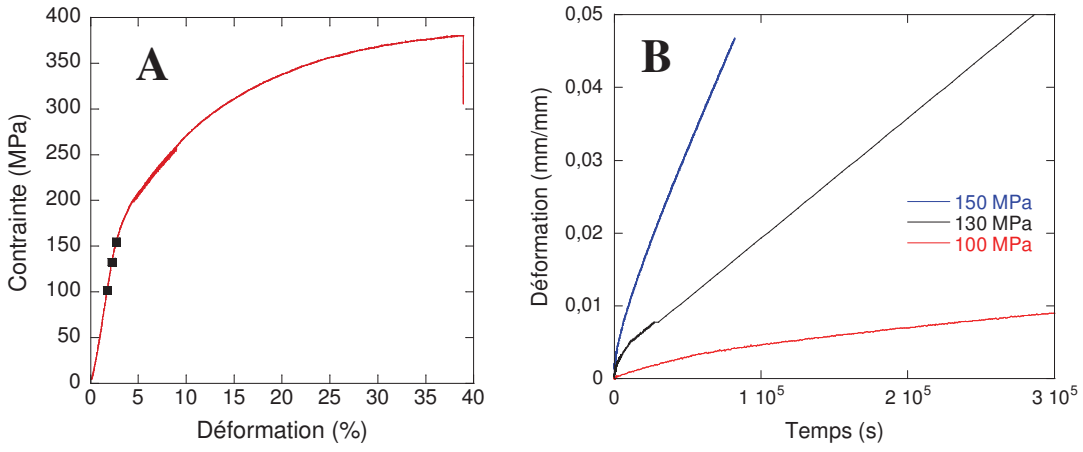


Figure III-63 : Contraintes d'essais localisées sur la courbe de traction à 650°C [A] et résultats des essais de fluage à 650°C sur P20-*B [B]*

Des essais de fluage à plus basse contrainte sont également réalisés, de manière à déterminer le comportement en fluage pour de faibles charges. Ces essais sont réalisés sur le P20-*Support*-257cyc entre 30 et 70 MPa. Les résultats sont comparés à ceux obtenus sur le P20-B pour de plus fortes charges, dans un diagramme de Norton en Figure III-64.

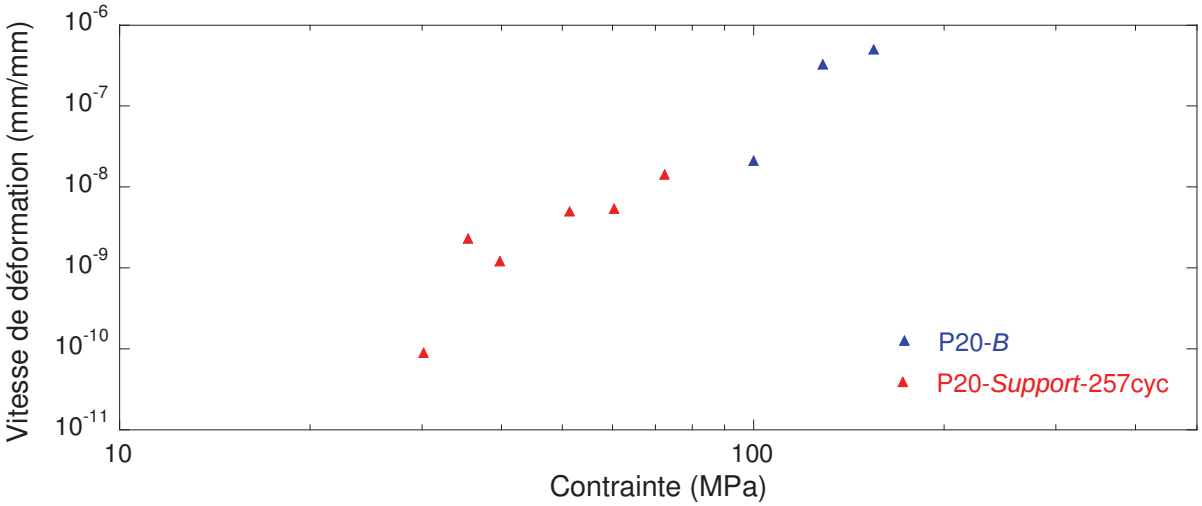


Figure III-64 : Résultats des essais de fluage sur P20-*B et sur* P20-*Support*-257cyc *à 650°C, représentés dans un diagramme de Norton*

De plus, des essais de relaxation ont été réalisés sur les deux matériaux. Sur le P20-*B*, pour des contraintes de chargement de 320 et 130 MPa, une contrainte seuil de 100 MPa a été déterminée. Pour une charge plus faible de 100 MPa, une contrainte seuil de 85 MPa a été identifiée. Sur le P20-*Support*-257cyc, une contrainte seuil de 30 MPa a été déterminée pour une contrainte d'essai de 60 MPa. Il apparaît que la transition entre fluage diffusion et fluage dislocation, à 650°C, se fait autour de 100 MPa. Les contraintes testées ne permettent pas de mettre en évidence de différence de comportement entre les deux états de vieillissement.

Pour les faibles charges, l'application de la loi de Norton avec contrainte seuil ($\sigma_s = 30\ MPa$) permet de déterminer un coefficient de Norton N = 0,9 confirmant le mécanisme de fluage diffusion dans ces conditions.

II.5.2. Comportement en fluage à 760°C

Des essais de fluage sont également réalisés à 760°C, entre 15 et 60 MPa, sur le P20-*Support*-257cyc. Les résultats obtenus pour 6 contraintes testées sont présentés dans un diagramme de Norton en Figure III-65. A cette température, les vitesses de déformation mesurées sont de deux ordres de grandeurs supérieures à celles mesurées à 650°C.

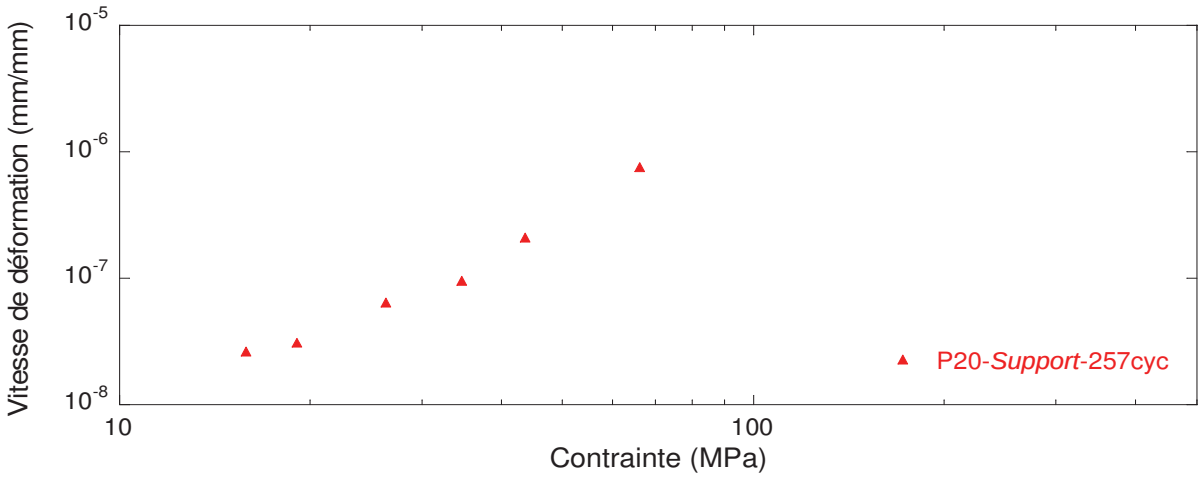


Figure III-65 : Résultats des essais de fluage sur le P20-*Support*-257cyc *à 760°C, représentés dans un diagramme de Norton*

II.5.3. Comportement en fluage à 870°C

Une étude du comportement en fluage à 870°C est menée de manière approfondie, afin d'obtenir suffisamment de données pour pouvoir proposer un modèle de comportement fiable et d'identifier les paramètres pouvant influencer les vitesses de déformation de l'acier 310S.

II.5.3.1. Matériau à l'état de réception

Des essais de fluage sont réalisés à 870°C sur le P20-*B* afin de caractériser son comportement viscoplastique à la température cible. Ces essais de fluage sont réalisés sous air pour des contraintes variant de 7 à 100 MPa. Là encore, le fluage primaire est négligeable pour les contraintes testées et les résultats sont donc représentés en Figure III-66 dans un diagramme de Norton. Sur cette gamme de chargement, les vitesses de déformation varient sur 5 ordres de grandeur.

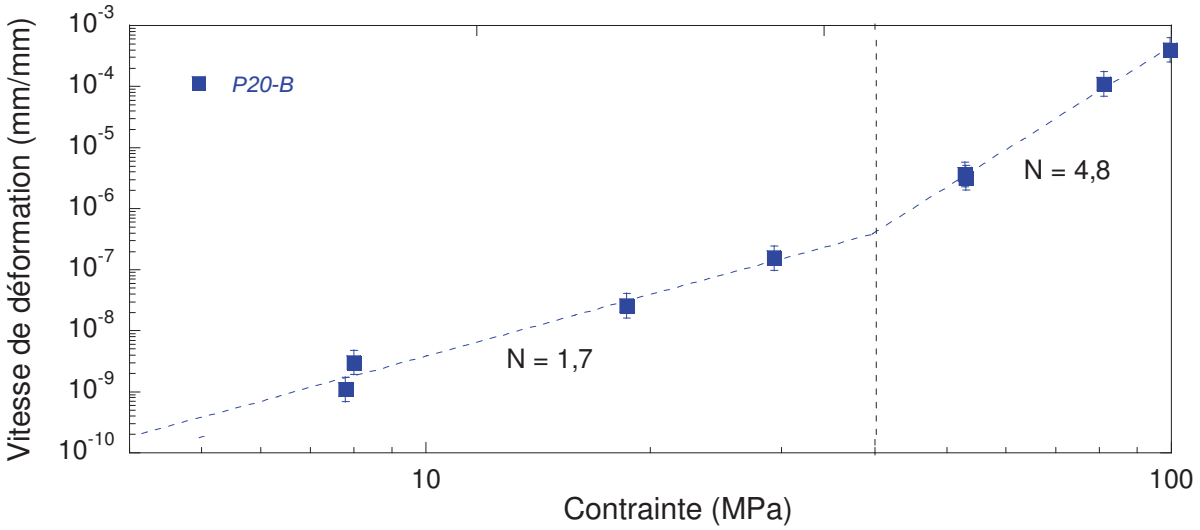


Figure III-66 : Résultats des essais de fluage sur P20-*B à 870°C, représentés dans un diagramme de Norton. Les coefficients de Norton, obtenus pour le modèle avec contrainte seuil, sont indiqués sur le graphique pour chacun des 2 domaines*

A 870°C, entre 7 et 100 MPa, deux domaines de comportement sont observés. La contrainte associée au changement de mécanisme est évaluée à : $10^{7,6} = 40\ MPa$. Les exposants de Norton sur ces deux domaines sont 1,7 en dessous de 40 MPa, associé au fluage diffusion, et 4,8 au-dessus de 40 MPa, associé au fluage dislocation.

Lorsque la température augmente, le coefficient de Norton N décroît donc. La vitesse de déformation en fluage secondaire est thermoactivée. Elle peut être représentée par la loi de Norton :

$$\dot{\varepsilon} = \left(\frac{\sigma}{K}\right)^N \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \qquad \textit{équation III-1}$$

Avec : Q l'énergie d'activation, R la constante molaire des gaz et T la température thermodynamique. Les vitesses de déformation mesurées et les coefficients de Norton déterminés permettent de calculer cette énergie d'activation. Entre 650°C et 870°C, et pour une contrainte de 100 MPa, l'énergie d'activation identifiée est de 390 kJ.mol^{-1} :

$$\dot{\varepsilon}_{650°C} = 2{,}3.10^{-8}s^{-1} \quad \text{et} \quad \dot{\varepsilon}_{870°C} = 4{,}2.10^{-4}s^{-1}$$

$$N_{650°C} = 7{,}4 \quad \text{et} \quad N_{870°C} = 7{,}6$$

D'après l'équation III-1, en considérant $N_{650°C} = N_{870°C}$, le calcul du rapport $\dot{\varepsilon}_{650°C}/\dot{\varepsilon}_{870°C}$ donne :

$$Q = R\frac{650.870}{650-870}ln\left(\frac{\dot{\varepsilon}_{650°C}}{\dot{\varepsilon}_{870°C}}\right) = 390\ kJ.mol^{-1} \qquad \textit{équation III-2}$$

Shi et Northwood [22] reportent en effet $Q = 341\ kJ.mol^{-1}$ pour des contraintes de 170, 200 et 230 MPa, entre 600°C et 800°C. Ce résultat est donc cohérent avec les données obtenues dans la littérature compte tenu des approximations réalisées. D'autres températures, ainsi que d'autres contraintes devraient être testées pour confirmer et affiner ce résultat.

II.5.3.2. Matériau à l'état vieilli

L'importante évolution métallurgique du matériau au cours du vieillissement en service nous amène à caractériser le fluage de l'alliage dans son état vieilli. Les essais sont menés sur le P20-*Support*-257cyc qui peut être considéré à l'équilibre à 870°C. Le taux de phase σ précipitée à ce stade du vieillissement est de 11,3%.

Les résultats d'essais réalisés pour des contraintes de 50, 20 et 8 MPa, sur P20-*B* et P20-*Support*-257cyc, à 870°C, sont présentés en Figure III-67. Il apparaît que pour une contrainte de 50 MPa, les deux états du matériau présentent des vitesses de fluage secondaire similaires après un fluage primaire peu prononcé. Lorsque la contrainte diminue, le matériau à l'état vieilli présente des vitesses de déformation supérieures au matériau brut. L'écart entre les vitesses de déformation mesurées augmente lorsque la contrainte imposée diminue.

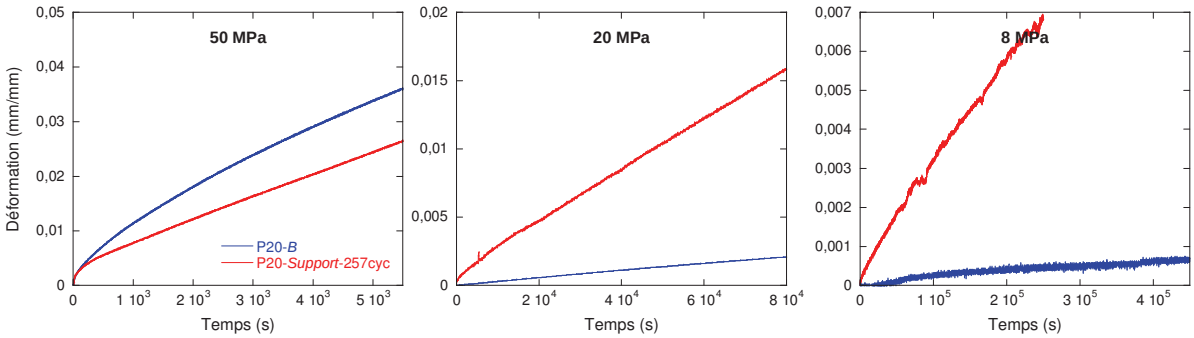


Figure III-67 : Courbes de fluage obtenues sur P20-B et P20-Support-257cyc, à 870°C, pour une contrainte de : [A] 50 MPa, [B] 20 MPa et [C] 8 MPa

De nombreux essais de fluage ont été menés sur le P20-*Support*-257cyc. L'ensemble des résultats obtenus pour des essais sous air à 870°C sont représentés en Figure III-68 dans un diagramme de Norton.

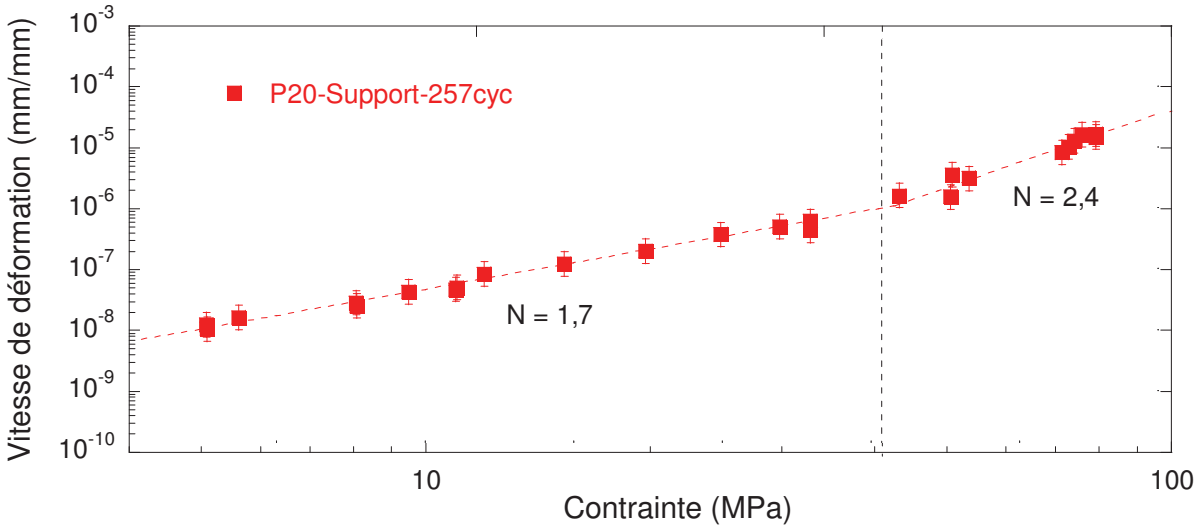


Figure III-68 : Résultats des essais de fluage sur P20-*Support*-257cyc *à 870°C, représentés dans un diagramme de Norton. Les coefficients de Norton sont indiqués sur le graphique pour chacun des domaines mis en évidence*

De même que le P20-*B*, le matériau à l'état vieilli présente deux domaines de comportement à 870°C, associés à deux mécanismes. La contrainte seuil entre ces deux mécanismes est légèrement plus élevée : 45 MPa. Au-dessus de cette contrainte le coefficient de Norton est de 2,4. La valeur de cet exposant indique une dépendance de la vitesse de déformation à la contrainte relativement importante pour une température aussi élevée. De 5 à 45 MPa, l'exposant de Norton obtenu est plus faible ($N = 1{,}7$) correspondant au fluage diffusion.

II.5.4. Etude des paramètres influençant le comportement mécanique

II.5.4.1. Effet du vieillissement

Le comportement du P20-*B* et du P20-*Support*-257cyc peuvent être comparés directement en superposant les deux figures précédentes. Cette juxtaposition des résultats est représentée en

Figure III-69 dans le domaine des contraintes inférieures à 40 MPa, plus pertinent pour notre application.

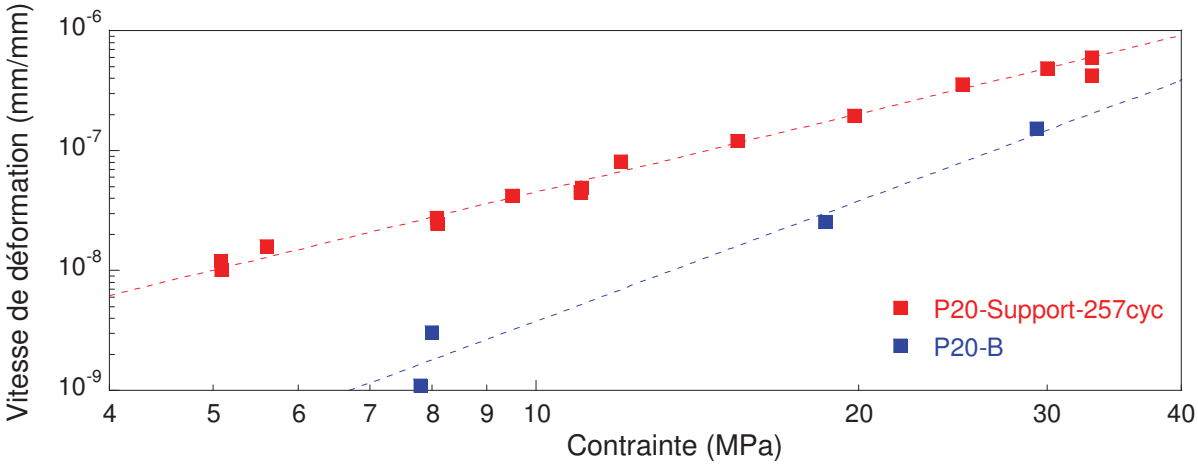


Figure III-69 : Comparaison des résultats des essais de fluage sur P20-*B et* P20-*Support*-257cyc *à 870°C, représentés dans un diagramme de Norton.*

Le vieillissement métallurgique de l'alliage entraîne une modification importante du comportement en fluage. Pour des contraintes inférieures à 10 MPa, l'augmentation de la vitesse de fluage secondaire liée au vieillissement est supérieure à un ordre de grandeur. Afin d'étudier plus en détail l'effet du vieillissement, des éprouvettes de P20-*B* ont subi des traitements thermiques variables. Les courbes de fluage obtenues sur certains de ces états, pour une contrainte de 10 MPa, sont comparées en Figure III-70. Un comportement non linéaire apparaît, de même que l'évolution de la dureté présentée précédemment (cf. Figure III-52) : dans un premier temps, la vitesse de déformation diminue puis pour des durées de vieillissement plus importantes celle-ci augmente d'environ un ordre de grandeur.

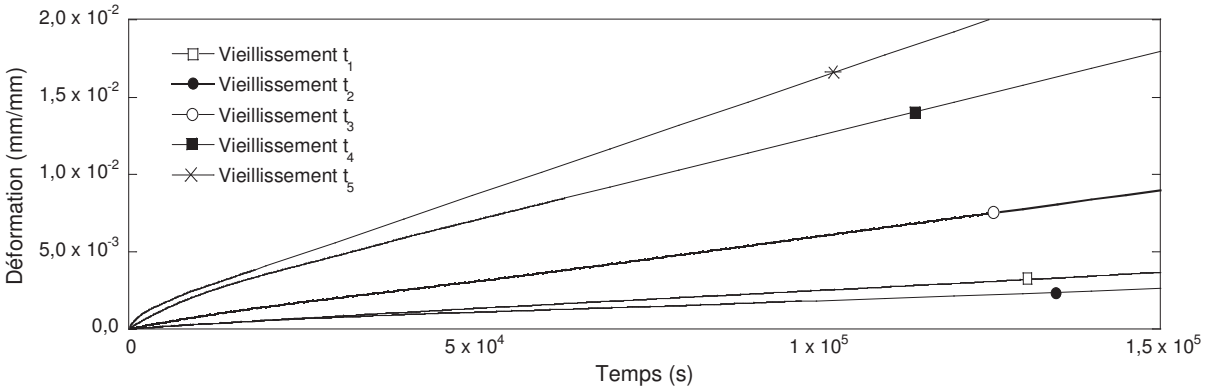


Figure III-70 : Courbes de fluage obtenu sur des éprouvettes de P20-B après des vieillissements de durées variable ($t_1 < t_2 < t_3 < t_4 < t_5$)*, pour une contrainte de 10 MPa à 870°C*

Afin de déterminer le lien entre l'évolution des vitesses de fluage et le vieillissement du matériau, la fraction volumique de phase σ a été choisie comme le paramètre indicateur de l'état de vieillissement de l'alliage. De manière systématique, la fraction volumique de phase σ a donc été mesurée en fin d'essai par analyse d'images.

De plus, des essais de relaxation ont été conduits après les essais de fluage afin d'identifier la contrainte seuil. Les traitements thermiques réalisés sur les éprouvettes, et les résultats de ces deux mesures sont détaillés dans le Tableau III-7. Les vitesses de fluage déterminées, et les modèles de Norton associés, sont présentés en Figure III-71.

Eprouvette	Durée vieillissement	Fraction volumique σ	Contrainte seuil (MPa)
P20-*B*	-	1,1	6,3
P20-*Support*-257cyc	257 cycles	11,3	2
[A]	3 jours	2,2	6,5
[B]	5 jours	3,5	6,3
[C]	11 jours	4	6
[D]	20 jours	5,8	4,5
[E]	60 jours	7,5	3,6

Tableau III-7 : Eprouvettes présentant des états de vieillissement intermédiaire : fraction de phase σ mesurée et contrainte seuil mesurée par essai de relaxation

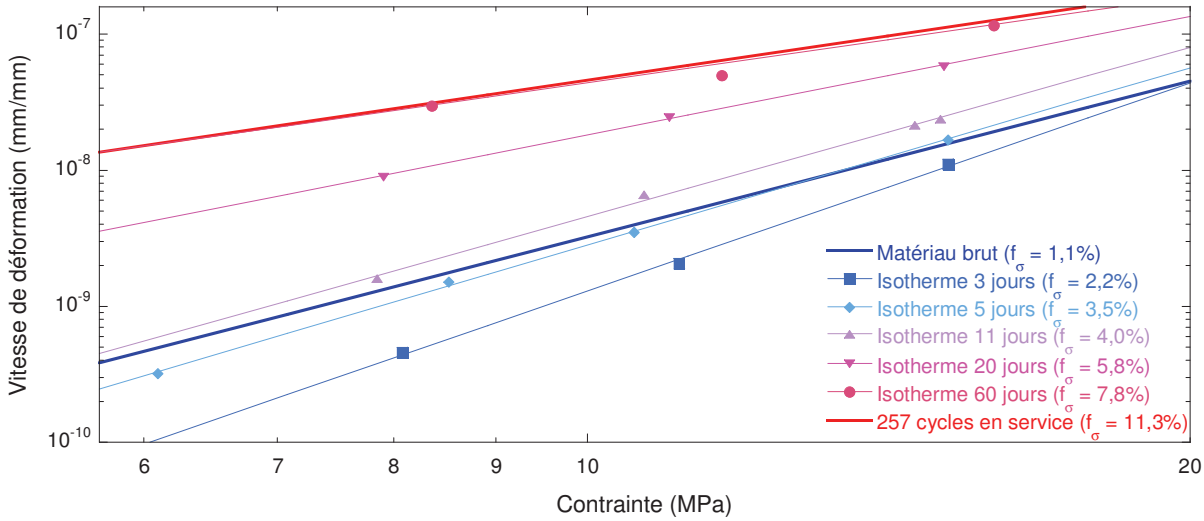


Figure III-71 : Résultats des essais de fluage réalisés sur des éprouvettes présentant des états de vieillissement intermédiaires comparés aux modèles déterminés pour le P20-*B et le* P20-*Support*-257cyc *dans un diagramme de Norton*

Ces résultats confirment que le vieillissement induit dans un premier temps une diminution de la vitesse de fluage. Puis, dans un deuxième temps, la vitesse de déformation augmente jusqu'à rejoindre le comportement du matériau vieilli à l'équilibre. Ces résultats, indiquant la compétition entre deux phénomènes différents associés au vieillissement, seront discutés au chapitre 4.

II.5.4.2. Effet d'une atmosphère hydrogénée

Afin de déterminer si l'environnement chargé en hydrogène (environ 30% en conditions *in situ*) pouvait influencer le comportement de l'alliage à 870°C, des essais de fluage sont réalisés sous

environnement contenant de l'hydrogène. Dans les conditions du laboratoire, de tels taux d'hydrogène ne sont pas envisageables. Les essais ont donc été conduits sous un flux d'argon hydrogéné à 5% avec un flux est maintenu constant à 0,2 litre par minute. Ont été testés le P20-*B* et le P20-*Support*-257cyc. Les résultats sont présentés en Figure III-72 et comparés aux résultats obtenus sous air (cf. Figure III-66 et Figure III-68).

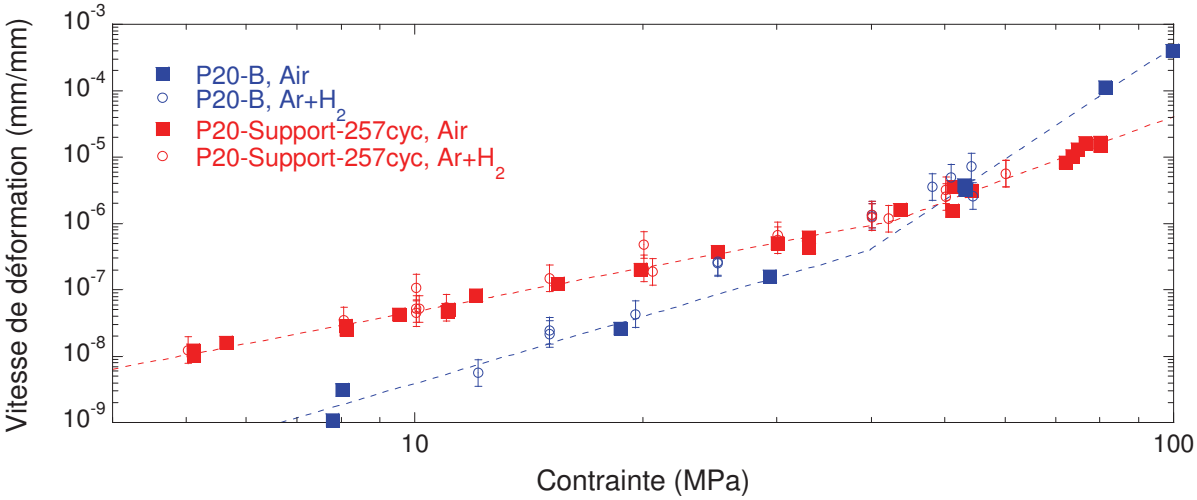


Figure III-72 : Comparaison des résultats des essais de fluage sur P20-*B et* P20-*Support*-257cyc *à 870°C, sous air et sous argon hydrogéné. Seul l'écart-type des essais sous argon hydrogéné est indiqué afin de ne pas surcharger le graphique*

Afin d'évaluer l'effet de l'hydrogène sur une plus large gamme de vitesses de déformation, la réalisation d'essais de relaxation apparaît pertinente. Des essais de relaxation ont donc été menés, sur P20-*B* et P20-*Support*-257cyc, pour une contrainte initiale de $\sigma_0 = 50MPa$. Les résultats obtenus, sous air et sous argon hydrogéné, sur les deux états de vieillissement, sont présentés en Figure III-73.

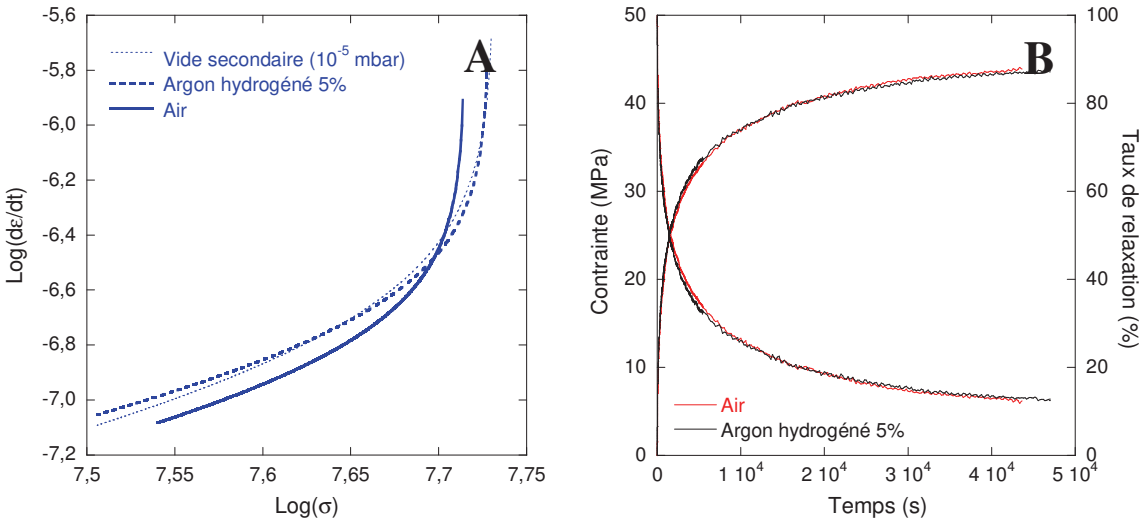


Figure III-73 : Essais de relaxation réalisés à 870°C sous différentes atmosphères, [A] sur P20-B représentés dans un diagramme de Norton et [B] sur P20-*Support*-257cyc

La relaxation des contraintes ne semble pas influencée par la présence d'hydrogène dans l'enceinte du four. Les vitesses de déformation viscoplastique déduites de ces essais sont comparables. Ceci vient étayer la démonstration de l'absence d'effet notable de l'hydrogène sur les vitesses de fluage à 870°C. Ces résultats n'indiquent donc pas de modification du comportement de l'alliage dans un environnement réducteur. Cependant, l'effet de concentrations en hydrogène supérieures à 5% envisagé d'après l'étude bibliographique n'est pas encore écarté à ce stade de l'étude.

II.5.4.3. Effet du cyclage thermique

Les outillages de traitement thermique subissent des cycles successifs à 870°C. L'effet de celui-ci sur l'évolution métallurgique a été mis en évidence. Des essais de fluage sont donc réalisés sous cycles thermiques. Pour cela, la contrainte est maintenue constante tout au long de l'essai. La température en revanche varie. La méthodologie utilisée (cf. chapitre 2, III.6.4.3) est illustrée en Figure III-74. Les déformations mesurées lors des maintiens à 870°C sont associées et permettent de reconstituer une courbe de fluage classique.

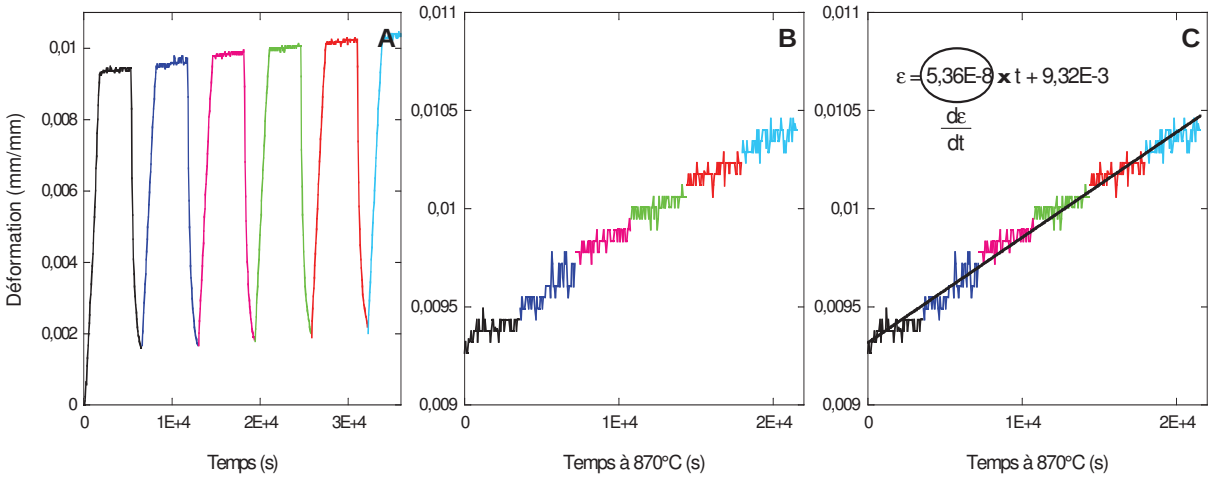


Figure III-74 : [A] Suivi de la déformation au cours d'un essai cyclique, chaque cycle de température étant identifié par une couleur, [B] tracé de la déformation en fonction du temps de maintien à 870°C et [C] détermination de la vitesse de fluage secondaire

Des cycles de 1h de maintien à 870°C s'enchainent, séparés d'un refroidissement à l'air d'un quart d'heure, permettant de redescendre jusqu'à une température de 40°C.

La Figure III-75 compare les courbes de fluage obtenues sur deux essais, réalisés en condition isotherme et en cyclique, pour une contrainte de 10 MPa. Il apparaît que le cyclage thermique affecte légèrement le fluage primaire mais la vitesse de fluage secondaire est comparable dans les deux cas.

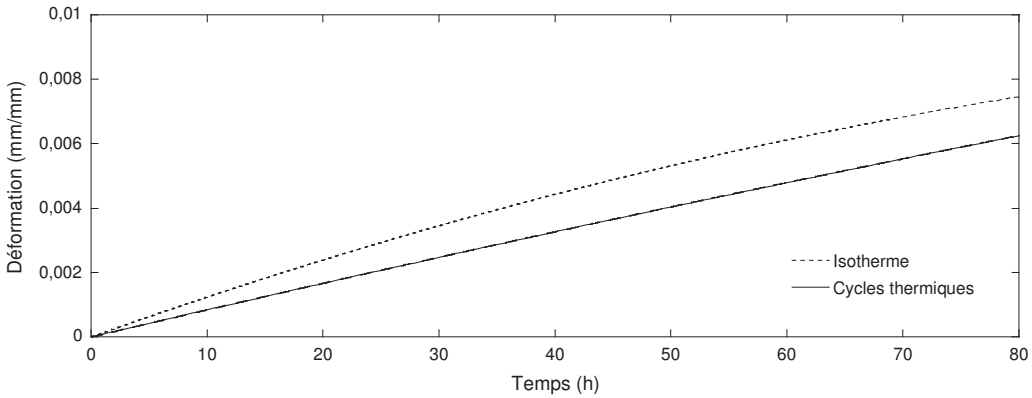


Figure III-75 : Comparaison de courbe de fluage obtenues pour des essais en isotherme et en cyclique, pour une contrainte de 10 MPa

L'ensemble des résultats obtenus au cours d'essais en condition de cyclage thermique, sur le P20-*Support*-257cyc, sont superposés aux résultats obtenus lors d'essais isothermes en Figure III-76.

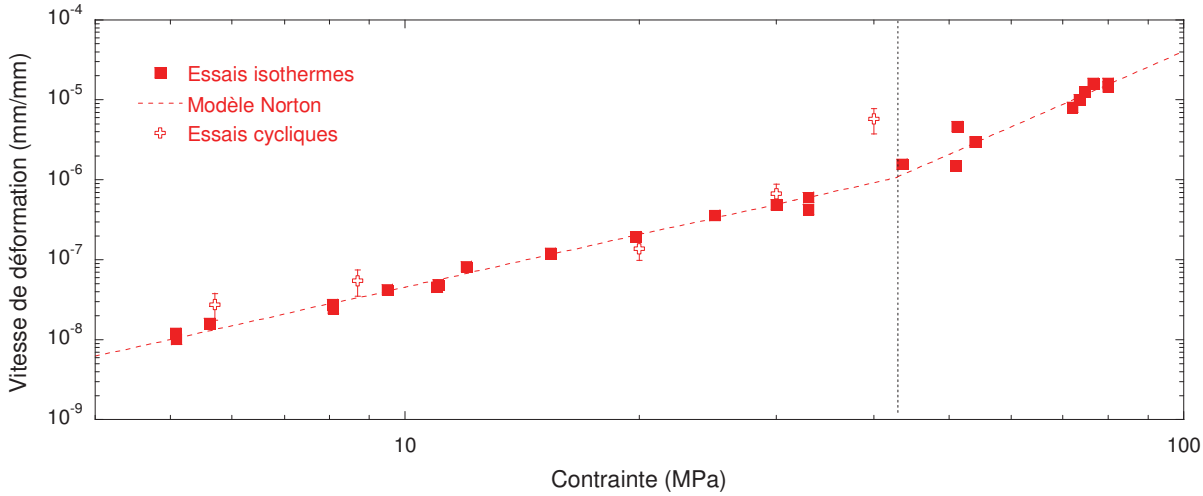


Figure III-76 : Comparaison des résultats des essais de fluage isothermes et cycliques sur P20-*Support*-257cyc *à 870°C, représentés dans un diagramme de Norton. Seul l'écart-type des essais cycliques est indiqué*

Les mêmes vitesses de déformation sont obtenues dans les deux cas. L'état métallurgique des éprouvettes est considéré comme étant stable au cours de ces essais : cette hypothèse a été vérifiée par la réalisation d'observations métallographiques avant et après essai sur les éprouvettes. Le cyclage thermique seul, pour un état métallurgique stable, ne semble donc pas influer sur la vitesse de fluage secondaire du matériau.

En revanche, des essais cycliques réalisés sur le P20-*B* montrent un effet important. Deux essais, de 36 et 100 cycles de 2h, réalisés sur le P20-*B* sont reportés en Figure III-77 et comparés au comportement isotherme du P20-*B* et du P20-*Support*-257cyc. Une diminution, puis une augmentation de la vitesse de fluage sont observées sur la longueur de l'essai, comme illustré par le zoom sur les deux courbes expérimentales. Cette observation est à mettre en lien avec le vieillissement continu de l'éprouvette au cours de l'essai. Elle valide également les caractérisations du comportement réalisées sur différents états de vieillissement (cf. Figure III-71).

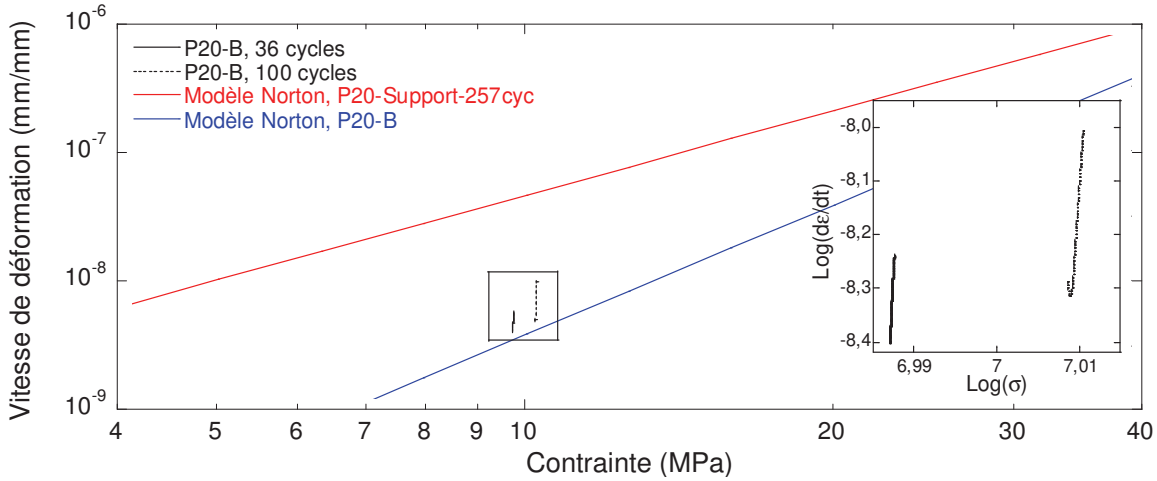


Figure III-77 : Evolution de la vitesse de déformation mesurée au cours d'essais de fluage cycliques sur le P20-*B, situées par rapport aux modèles de Norton déterminés pour le* P20-*B et le* P20-*Support*-257cyc. *Les cycles sont constitués de paliers de 2h à 870°C*

Conclusion

Le cyclage thermique et la présence de 5% d'hydrogène dans l'atmosphère gazeuse ne présentent pas d'effet notable sur le comportement en fluage dans la gamme des essais réalisés. En revanche, le vieillissement métallurgique de l'acier 310S influence fortement les vitesses de fluage relevées. Le vieillissement accéléré observé en conditions anisothermes impacte ainsi le comportement en fluage de l'alliage.

II.6. Comparaison des résultats in situ et en laboratoire

Afin de valider le concept proposé pour réaliser des essais de fluage *in situ*, il est intéressant de comparer les résultats de ceux-ci aux résultats obtenus au laboratoire. Pour cela, les résultats des essais de fluage *in situ*, présentés en II.4.3, sont superposés au diagramme de Norton de la Figure III-69. Cette comparaison est illustrée en Figure III-78.

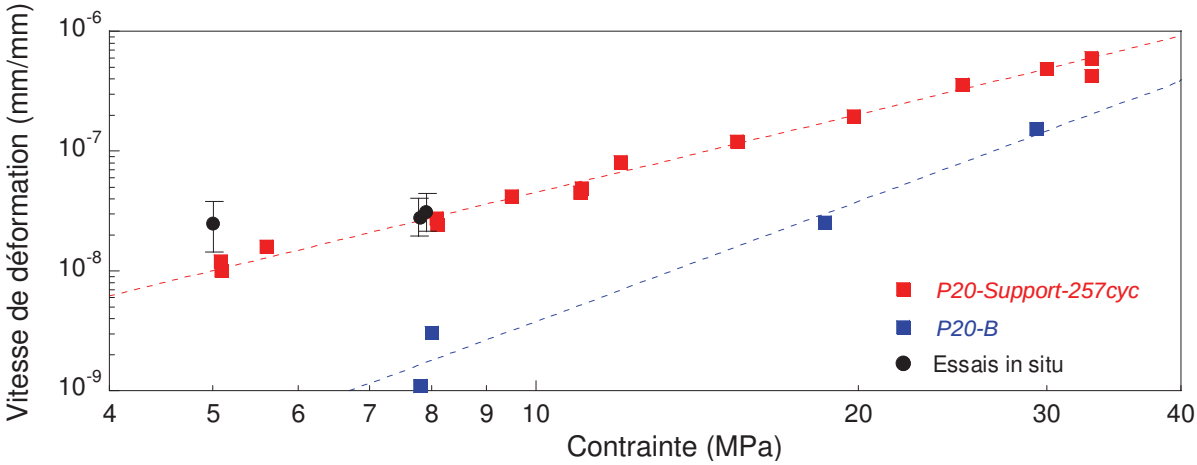


Figure III-78 : Superposition des résultats des essais in situ aux caractérisations du fluage réalisées au laboratoire sur le P20-*B et le* P20-*Support*-257cyc

Les vitesses de fluage déterminées par les essais in situ, pour une contrainte de 7,8 MPa, dans le sens long et le sens travers, correspondent au comportement déterminé en laboratoire pour le P20-*Support*-257cyc. Le lot d'éprouvettes ayant subi une contrainte de 5 MPa présentent une vitesse de fluage légèrement supérieure. Ceci peut être expliqué par le fait que ces éprouvettes, plus fines, présentent des déformations en flexion liées aux phases de transfert lors du traitement thermique. Ces déformations suffisent à perturber la mesure, les vitesses de déformation étudiées étant relativement faibles. Si ce type de déformation n'était pas visible à l'œil nu sur les éprouvettes testées à 7,8 MPa, il reste envisageable que les vitesses de déformation mesurées alors soient légèrement supérieures à celles attendues alors pour les mêmes raisons. Il apparaît néanmoins que les essais *in situ* permettent de déterminer l'ordre de grandeur des vitesses de fluage d'un matériau, dans les conditions de service, avec tous les paramètres envisageables et non reproductibles en laboratoire.

II.7. Conclusion sur le comportement mécanique du matériau

Le vieillissement métallurgique, caractérisé précédemment, modifie le comportement mécanique du 310S. Le module d'Young du matériau augmente avec le vieillissement. Cependant cette augmentation varie entre la surface et le cœur de la tôle. Malgré une augmentation de la dureté avec le vieillissement, et une fragilisation localisée, dues à la précipitation de la phase σ, la résistance mécanique et l'allongement à rupture augmentent sensiblement avec le vieillissement.

Le comportement en fluage du matériau a été caractérisé à 650°C et 870°C. Une attention particulière a été portée à la température de service de 870°C. L'effet du vieillissement métallurgique sur les vitesses de fluage est particulièrement marqué. Leur évolution a été caractérisée en fonction de la fraction de phase σ, prise comme indicateur de ce vieillissement.

Des mesures de vitesses de fluage ont par ailleurs été réalisées *in situ*. Pour cela, un montage spécifique a été entièrement conçu, réalisé et mis en œuvre. Il nous a permis de déterminer les vitesses de fluage dans les conditions *in situ*. La vitesse de déformation des bras en flexion a également été mesurée après mise au point d'un protocole adapté aux conditions industrielles.

Références

[1] ASTM International (1996). ASTM E112: Standard Test Methods for Determining Average Grain Size, West Conshohocken.

[2] F. Montheillet (2009). "Métallurgie en mise en forme à chaud", *Techniques de l'ingénieur*, M3031.

[3] F. R. Beckitt (1969). *Journal of Iron and Steel Institute,* **207**, 5, p°632-638.

[4] R. J. Gray, V. K. Sikka, R. T. King (1978). *Journal of Materials,* **30**, 11, p°18-26.

[5] J. Barcik (1983). *Metallurgical Transactions A,* **14**, 4, p°635-641.

[6] A. I. Schaeffler (1974). *Metal Progress,* **106**, 1, p°227.

[7] J. A. Brooks, A. W. Thompson, J. C. Williams (1984). *Welding Journal,* **63**, p°71-s-83-s.

[8] A. V. Kington, F. W. Noble (1995). *Materials Science and Technology,* **11**, 3, p°268-275.

[9] H. Hindam, D. Whittle (1982). *Oxidation of Metals,* **18**, 5-6, p°245-284.

[10] A. J. Strutt, K. S. Vecchio (1999). *Metallurgical and Materials Transactions A,* **30**, 2, p°355-362.

[11] J. M. Vitek, S. A. David (1986). *Welding Journal,* **65**, 4, p°106-s-114-s.

[12] A. F. Padilha, P. R. Rios (2002). *The Iron and Steel Institute of Japan,* **42**, 4, p°325-337.

[13] J. Barcik (1988). *Materials Science and Technology,* **4**, 1, p°5-15.

[14] D. M. E. Villanueva, F. C. P. Junior, R. L.Plaut, A. F. Padilha (2006). *Materials Science and Technology,* **22**, 9, p°1098-1104.

[15] R. Magnabosco (2009). *Materials Research,* **12**, 3, p°321-327.

[16] H. Sieurin, R. Sandström (2007). *Materials Science and Engineering A,* **444**, p°271-276.

[17] B. F. O. Costa, J. Cieslak, S. M. Dubiel (2013). *Materials Chemistry and Physics,* **143**, p°19-25.

[18] S. S. M. Tavares, V. Moura, V. C. d. Costa, M. L. R. Ferreira, J. M. Pardal (2009). *Materials Characterization,* **60**, p°573-578.

[19] E. O. Hall, S. H. Algie (1966). *Metallurgical Reviews,* **11**, 3, p°61-88.

[20] I. M. Wolff, K. Premachandra, M. B. Cortie (1992). *Materials Characterization,* **28**, 2, p°139-148.

[21] A. A. Guimaraes, P. R. Mei (2004). *Journal of Materials Processing Technology,* **155-156**, p°1681-1689.

[22] L. Shi, D. O. Northwood (1993). *Acta Metallurgica et Materialia,* **41**, 12, p°3393-3400.

Chapitre 4 : Discussion

Cette partie vise à discuter les résultats présentés dans le chapitre 3, afin de proposer une modélisation en tenant compte des paramètres dominants identifiés. Les caractérisations mécaniques réalisées au cours de cette étude relient les propriétés du matériau avec la quantité de phase σ formée au cours du vieillissement. De plus, les données sur la cinétique de précipitation de cette phase permettent d'en modéliser la fraction formée au cours de vieillissements isothermes et anisothermes à 870°C. Il est donc possible de faire le lien entre la microstructure et les propriétés en fluage de l'acier 310S dans les conditions spécifiques d'utilisation.

I. Retour sur les paramètres de l'étude

Différents aspects des conditions industrielles de traitement thermique ont été envisagés comme des paramètres influents, à la fois sur le vieillissement et sur le comportement mécanique de l'alliage. L'atmosphère de traitement thermique, contenant du carbone, de l'oxygène et de l'hydrogène, a été identifiée comme pouvant induire des modifications de la microstructure de l'acier 310S au cours de traitements à 870°C.

Des études antérieures ont mis en évidence, dans le cadre d'outillages de traitement thermique en acier 310, des problèmes de carburation menant à une fragilisation [1, 2]. Dans le cadre des vieillissements isothermes et anisothermes réalisés au CIRIMAT, une diminution de la fraction volumique de carbures a été observée lorsque la fraction de phase σ dépasse 4%. Une extrapolation de la courbe donnant la fraction de carbures en fonction de la fraction de phase σ (cf. Figure III-35) permet d'estimer que les carbures sont presque totalement dissouts lorsque $f_\sigma > 8\ vol.\%$.

Dans notre cas, la teneur en carbone en solution solide dans la matrice n'a pas été étudiée en détail. Cependant, nous n'avons pas mis en évidence de taux de carbures anormaux sur les échantillons vieillis *in situ*, en comparaison à ceux vieillis sous l'environnement du laboratoire, ni de carburation superficielle sur les matériaux vieillis en service. Le mécanisme attendu induirait la précipitation de carbures en proche surface d'après les observations de Yin et al. [2], ce qui n'est pas le cas dans notre configuration.

De plus, la cinétique de formation de la phase σ déterminée pour des traitements *in situ* ne diffère pas de celle déterminée au cours des traitements anisothermes menés au laboratoire (cf. Figure III-31). L'atmosphère industrielle n'affecte donc pas notablement la microstructure du matériau. Cependant, il reste envisageable que l'épaisseur de la couche de chromine formée, et celle de la PFZ qui l'accompagne [3], soient affectées par cette atmosphère. Cependant, étant

donné que cette zone est de l'ordre de la dizaine de microns, nous avons choisi de négliger ses effets dans la prise en compte du comportement mécanique global des structures qui font de 10 à 40 mm d'épaisseur.

Des vieillissements sous contraintes ont également été réalisés. En effet, l'application d'une contrainte, générant une déformation, peut dans certains cas modifier la diffusion, la précipitation et donc la microstructure. Plusieurs phénomènes peuvent être envisagés dans ce cas : rupture du film passif, accélération du transport des éléments [4], accélération de la précipitation [5] et favorisation de certains sites de germination [5]. Ces phénomènes dépendent principalement de la composition chimique, de la structure cristalline et de la microstructure du matériau. Les caractérisations microstructurales menées sur des échantillons vieillis à 870°C sous contrainte n'ont pas mis en évidence, dans la gamme testée, d'effet de la contrainte sur l'oxydation surfacique et sur la précipitation. La précipitation de la phase σ présente la même cinétique et les mêmes sites de germination sont observés.

Les effets de l'environnement chimique et de la contrainte, identifiés par l'étude bibliographique comme paramètres influents s'avèrent dans nos conditions d'ordre 2 comparés à ceux dus au cyclage thermique. En effet, les résultats expérimentaux mettent en évidence une forte influence de celui-ci sur la cinétique de formation de la phase σ. Nous n'avons pas trouvé de références bibliographiques à ce sujet. Cependant, une étude approfondie nous a permis de montrer que la succession de cycles de 2h à 870°C affecte notablement la cinétique de germination de la phase σ dans l'austénite, sans en modifier la cinétique de croissance.

Les évolutions microstructurales du matériau lors de son vieillissement à 870°C nous ont amené à considérer le vieillissement structural comme le paramètre principal du comportement mécanique. Les résultats d'analyses RFDA ont mis en évidence une augmentation du module d'Young avec le vieillissement (Figure III-43). De même, les essais de traction réalisés ont montré que la contrainte à rupture est augmentée avec le vieillissement (Figure III-45). Plus surprenant, des vitesses de fluage plus élevées ont été mises en évidence sur le matériau présentant la microstructure vieillie (Figures III-65 et III-67).

Une caractérisation approfondie du comportement en fluage du matériau, pour des vieillissements intermédiaires, a montré que la diminution de la résistance au fluage ne se fait que dans un deuxième temps, lorsque la fraction volumique de phase σ dépasse 4%. Dans un premier temps, lorsque la précipitation de la phase σ est amorcée, la résistance au fluage augmente. Ces résultats seront discutés plus en détail dans la partie suivante.

L'effet du cyclage thermique sur les vitesses de fluage de l'acier 310S a également été étudié selon deux autres axes. Le fluage sous cyclage thermique a été caractérisé, dans un premier temps, pour un état métallurgique stable. Dans ces conditions, le cyclage thermique n'affecte pas la vitesse de fluage de l'alliage à 870°C. Dans un second temps, le fluage a été caractérisé en prenant en compte le vieillissement du matériau au cours de l'essai. Ces résultats font le lien entre l'étude métallurgique et le comportement mécanique de l'alliage : en effet, la cinétique de précipitation accélérée par le cyclage thermique amène in fine une diminution de la résistance au fluage.

Pour tester l'influence de l'atmosphère industrielle sur le comportement en fluage, des essais ont été réalisés sous vide et sous argon hydrogéné. Ils ne montrent pas d'effet de ce paramètre sur le comportement en fluage de l'acier 310S. Si ce résultat nous permet de conclure pour l'influence de l'oxygène et du carbone, celui de l'hydrogène n'était pas totalement écarté étant donné les taux utilisés au laboratoire (5% contre plus de 30% en conditions industrielles). Cependant les résultats des essais de fluage *in situ* nous permettent définitivement de trancher sur ce sujet. En effet, ils sont superposés aux résultats des essais de fluage, sous argon hydrogéné, obtenus sur le P20-*B* et le P20-*Support*-257cyc et réalisés au CIRIMAT (cf. Figure III-76).

Un vieillissement accéléré a été observé sur certaines éprouvettes, qu'il s'agisse des éprouvettes pour les essais de fluage in situ ou des éprouvettes utilisées au CIRIMAT. L'écrouissage des éprouvettes lié à l'usinage pourrait donc également accélérer la germination de la phase σ. Par ailleurs, en ce qui concerne le traitement thermique industriel, les vibrations générées au cours des phases de transferts des pièces à la fin du traitement thermique n'ont pas été prises en compte. Au vu de la violence des vibrations lors de ces transferts, il semble que celles-ci puissent générer une déformation supplémentaire des éprouvettes et des structures.

Cependant, compte tenu de l'ensemble des données rapportées en Figure III-76, ces déformations semblent faibles puisque la vitesse de déformation mesurée est cohérente avec les résultats des essais de fluage réalisés au laboratoire. La concordance de ces résultats tend également à confirmer le fait que l'atmosphère utilisé lors des traitements thermiques industriels n'affecte pas significativement le comportement en fluage de l'alliage.

Conclusion

L'évolution métallurgique du matériau, liée au vieillissement à 870°C, apparaît comme le paramètre d'ordre 1 influençant le comportement en fluage de l'alliage. Ce vieillissement est accéléré par le cyclage thermique, la prédiction du comportement dans les conditions de service nécessite de prendre en compte le couplage thermomécanique. En effet, le cyclage thermique accélère l'évolution de la microstructure, modifiant plus rapidement le comportement en fluage de l'alliage.

Au vu du mode de sollicitation des outillages de traitement thermique, l'objet de la modélisation est donc de prédire le comportement en fluage de l'alliage, en tenant compte du vieillissement dans les conditions industrielles. Pour la suite, la modélisation se focalisera uniquement sur ce paramètre. L'influence de la contrainte, et de l'environnement chimique (H, O, C) dans la gamme étudiée de semblent pas intervenir au premier ordre.

II. Modélisation du vieillissement

La loi empirique de Johnson-Mehl-Avrami, présentée dans la partie bibliographie (cf. chapitre 1, partie III), peut être utilisé pour modéliser la cinétique de formation de la phase σ [6–8]. Les données expérimentales obtenues dans ces travaux sur la fraction de phase σ formée au cours de vieillissements isothermes et anisothermes sont donc utilisées pour définir les paramètres du

modèle dans deux configurations : le vieillissement isotherme à 870°C et le vieillissement cyclique (cycles entre 20°C à 870°C, avec 2h de maintien à haute température).

II.1. Adaptation du modèle de Johnson-Mehl-Avrami

Le modèle empirique de Johnson-Mehl-Avrami se définit par :

$$y(t) = 1 - \exp(-k \cdot t^n) \qquad \text{équation IV-1}$$

Où $y(t)$ correspond à la fraction de phase précipitée à l'instant t, n est le coefficient d'Avrami, et k une fonction de la température définie par :

$$k = k_0 \cdot \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \qquad \text{équation IV-2}$$

Avec Q énergie d'activation pour la précipitation, et R constante universelle des gaz parfaits.

Dans le cadre de cette étude, nous considérons le vieillissement comme isotherme. Dans le cas des vieillissements cycliques, cela revient à négliger les temps de chauffe vis-à-vis des temps de maintien, et à assimiler les cycles successifs à des temps de maintien en température équivalent. On ignore alors les transformations de phase au cours de la chauffe et pendant le refroidissement. Cette hypothèse nous permet de ne pas considérer k comme dépendant de la température. En résumé, pour les essais isothermes il s'agit d'une utilisation classique de cette loi, et pour les essais anisothermes le temps t sera le temps cumulé à 870°C.

Cette application de la loi de Johnson-Mehl-Avrami n'est pas triviale. En effet, il s'agit d'un modèle intégré, basé sur deux lois : une loi de germination et une loi de croissance. Elle est donc applicable dans le cadre où une unique morphologie de précipité est observée. L'application dans notre cas implique deux morphologies de précipités très distinctes, et deux lois de germination qui diffèrent fortement selon la configuration observée (isotherme ou cyclique). Cependant, cette loi a été utilisée afin de permettre une modélisation de l'évolution de la fraction de phase σ formée au cours du temps. Les résultats de ces modélisations, présentées par la suite, montrent que l'on obtient une bonne représentativité des données expérimentales.

Notons f_∞ la fraction de phase σ pour un temps de maintien infini, f_0 la fraction de phase σ initialement présente dans le matériau, et $f(t)$ la fraction de phase σ formée à l'instant t. On considère que la transformation δ → σ est quasi-instantanée, soit $f_0 = 1{,}1\%$, fraction de phase σ mesurée après 2 h à 870°C quand la transformation de la ferrite δ en phase σ est complète. $y(t)$ est alors uniquement associé à la transformation γ → σ.

Ces hypothèses permettent d'exprimer $y(t)$ en fonction de f_0, f_∞, et $f(t)$:

$$f(t) = f_0 + y(t) \cdot (f_\infty - f_0) \qquad \text{équation IV-3}$$

On a bien $f(t = 0) = f_0$ et $f(t \to \infty) = f_\infty$. On en déduit :

$$y(t) = \frac{f(t) - f_0}{f_\infty - f_0}$$ équation IV-4

D'où :

$$f(t) = f_\infty - (f_\infty - f_0) \cdot \exp(-k \cdot t^n)$$ équation IV-5

Soit l'expression de la fraction volumique de phase σ dans le temps, exprimée en fonction des paramètres de la loi de JMA, et des fractions initiales et à l'équilibre.

II.2. Application au cas du vieillissement isotherme

La loi de l'équation IV-5, est utilisée pour modéliser les données expérimentales obtenues lors des essais isothermes. Les fractions volumiques de phase σ mesurées sont approchées au mieux par ce modèle par la méthode des moindres carrés. La comparaison aux données expérimentales est illustrée sur la Figure IV-1.

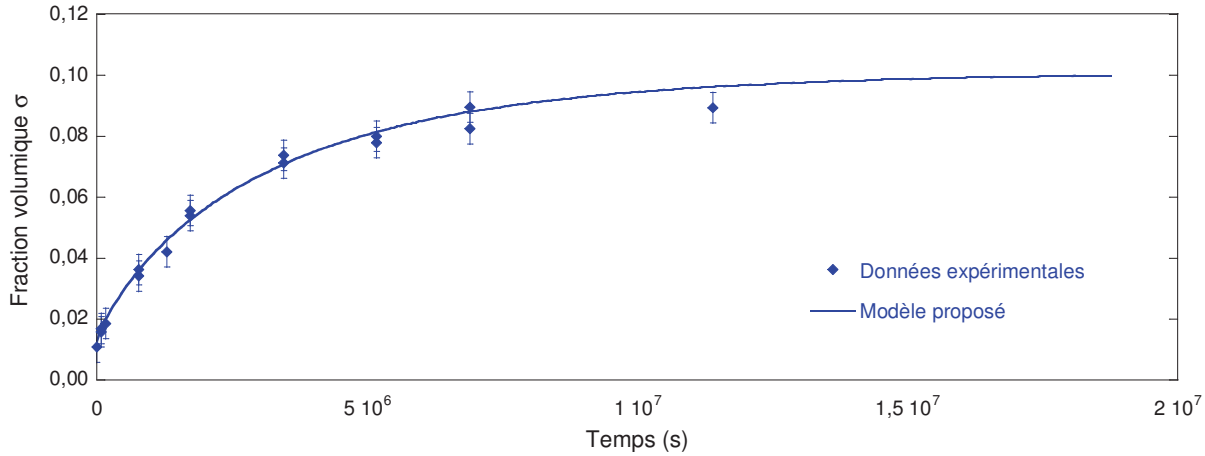


Figure IV-1 : Mesures expérimentales et modélisation des données expérimentales pour le vieillissement isotherme de l'acier 310S à 870°C

Comme indiqué ci-dessus, dans cette approche, la fraction initiale de phase σ est fixée à $f_0 = 1{,}1\%$. Les paramètres ajustés, f_∞, k, et n, sont reportés dans le tableau ci-dessous :

f_∞	k [USI]	n
0,101	$3{,}499 \cdot 10^{-6}$	0,839

Tableau IV-1 : Paramètres du modèle proposé en condition isotherme à 870°C, $f_0 = 0{,}011$

La modélisation proposée de l'évolution du taux de phase σ en fonction du temps (en s) à 870°C est donc :

$$f(t) = 0{,}101 - (0{,}101 - 0{,}011) \cdot \exp(-3{,}499 \cdot 10^{-6} \cdot t^{0{,}839})$$ équation IV-6

II.3. Application au cas du vieillissement anisotherme (cycles de 2h à 870°C)

De même, la loi empirique de JMA est utilisée pour modéliser la cinétique de formation de la phase σ au cours des vieillissements anisothermes étudiés. Les données expérimentales considérées correspondent à celles obtenues pour les vieillissements *in situ* et pour ceux réalisés au laboratoire, ainsi que la donnée mesurée sur le P20-*Support*-257cyc. L'ensemble de ces valeurs et le modèle de JMA obtenu sont représentés en Figure IV-2.

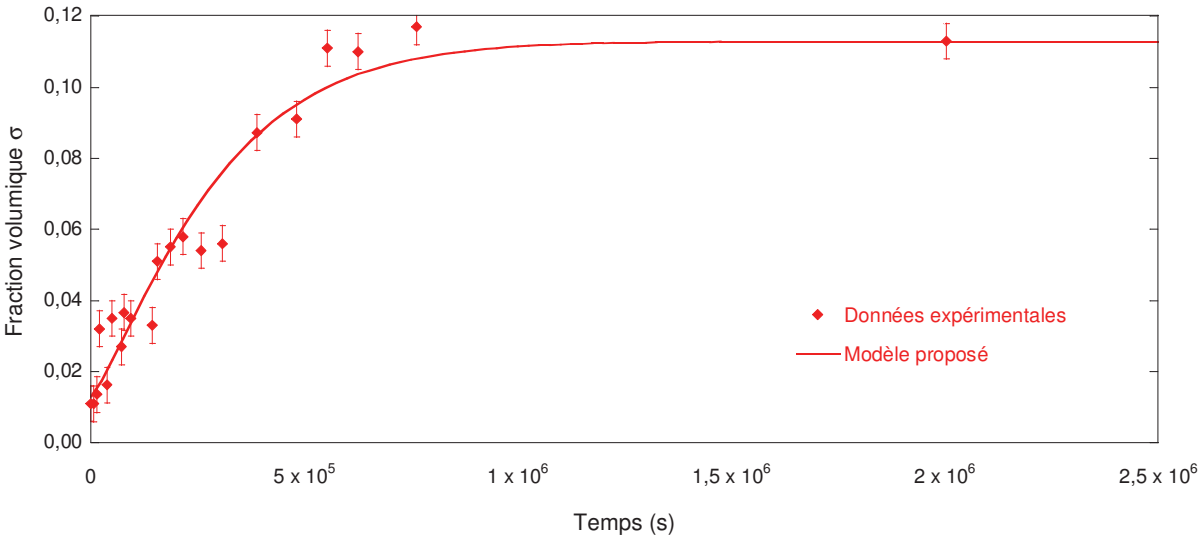


Figure IV-2 : Mesures expérimentales et modélisation des données expérimentales pour le vieillissement anisotherme de l'acier 310S (cycles de 2h à 870°C)

Les paramètres de la loi proposée sont indiqués dans le Tableau IV-2 :

f_∞	k [USI]	n
0,113	$1{,}971 \cdot 10^{-7}$	1,221

Tableau IV-2 : Paramètres du modèle proposé en condition anisotherme (cycles de 2h à 870°C), $f_0 = 0{,}011$

Il est ainsi possible d'exprimer la fraction volumique de phase σ formée au cours du temps, lors de vieillissements en cyclage thermique, constitué de cycles de 2h à 870°C, par :

$$f(t) = 0{,}113 - (0{,}113 - 0{,}011) \cdot \exp(-1{,}971 \cdot 10^{-7} \cdot t^{1{,}221}) \qquad \text{équation IV-7}$$

Conclusion

Deux modèles sont proposés pour le vieillissement isotherme et anisotherme (cycles de 2h) de l'acier 310S à 870°C. Ces modèles, qui présentent une bonne correspondance avec les données expérimentales, sont illustrés en Figure IV-3.

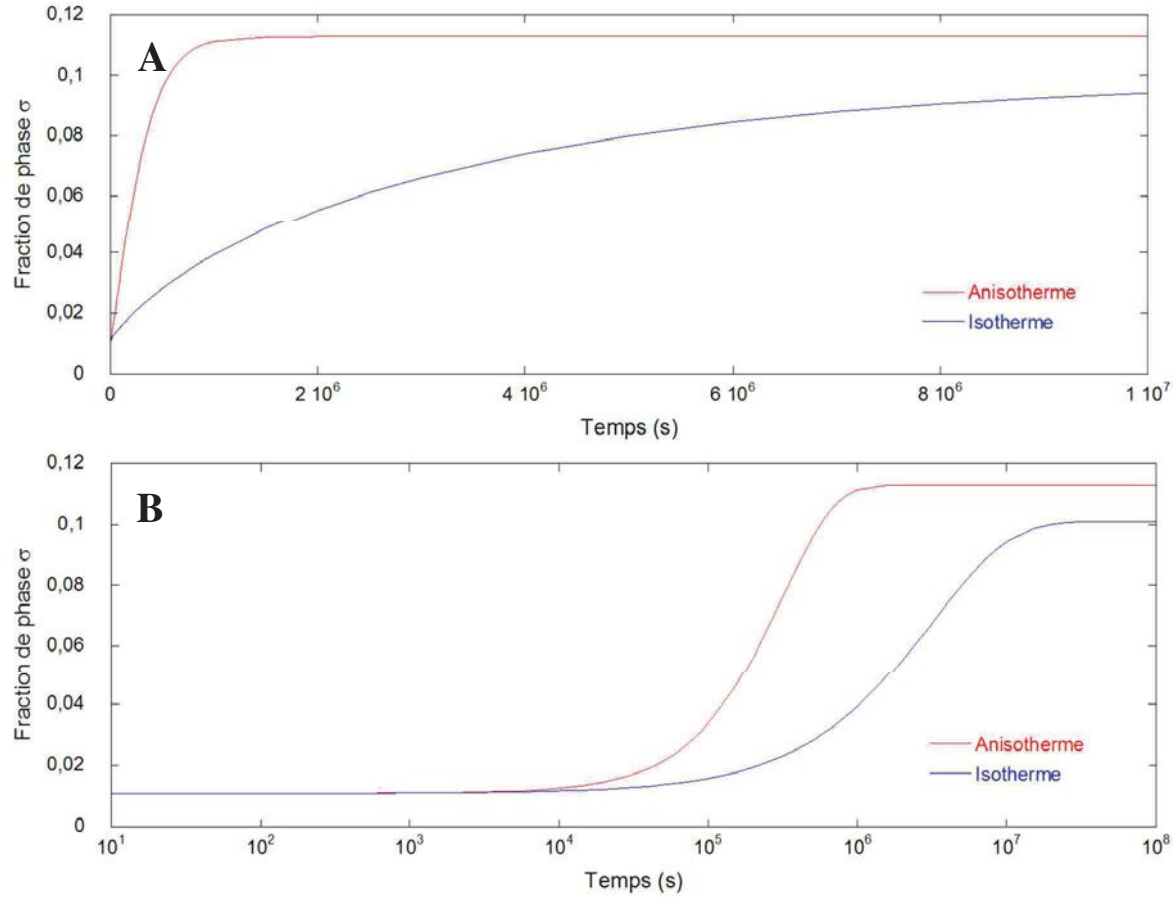


Figure IV-3 : Modèles proposés pour le vieillissement isotherme et anisotherme de l'acier 310S dans les conditions de l'étude, [A] en échelle linéaire et [B] en échelle logarithmique

II.4. Comparaison des deux modèles déterminés

Les deux lois déterminées présentent une bonne correspondance avec les données expérimentales. Les fractions de phase σ prédites à l'équilibre ($f_\infty = 10{,}1\%$ en isotherme et $f_\infty = 11{,}3\%$ en anisotherme) sont cohérentes avec les observations métallographiques et les quantifications réalisées sur le P20-*Support*-257cyc. De plus, cela vient confirmer que ce lot de matière peut être considéré comme étant proche de l'équilibre, l'asymptote étant atteinte. Des maintiens ultérieurs n'affecteraient donc pas la fraction de phase σ observée.

En revanche, les paramètres k et n diffèrent notablement entre les deux modèles. L'utilisation « détournée » de la loi de JMA ne permet pas de déduire d'information directe sur les lois de croissance et de germination à partir de ces paramètres. Cependant, afin de mieux en appréhender le sens physique nous avons mené une étude paramétrique. La Figure IV-4 représente cette loi pour $f_0 = 1{,}1\%$ et $f_\infty = 11{,}3\%$. En [A], k est fixé

($k = 2 \times 10^{-7}$) et n varie de 0,4 à 1,2. En [B], n est fixé ($n = 1$) et k varie de 1×10^{-6} à 1×10^{-10}. Les courbes sont représentées en échelle logarithmique afin de visualiser l'évolution des lois représentées.

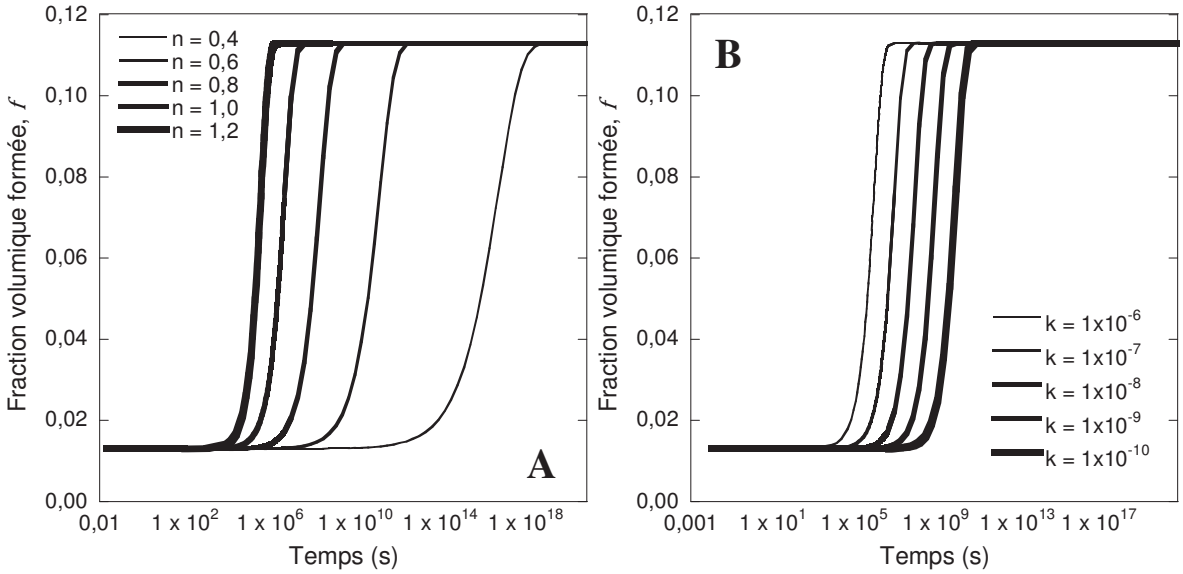


Figure IV-4 : Effet de n [A] et de k [B] sur la loi de Johnson-Mehl-Avrami

D'après la Figure IV-4-B, le paramètre k peut être assimilé à une constante de temps. Son évolution n'affecte pas la forme de la courbe $f(t)$. Lorsqu'il diminue, la précipitation débute plus tardivement, mais l'intervalle de temps où la fraction précipitée passe de f_0 à f_∞ reste quasi inchangé.

A l'inverse, on observe en Figure IV-4-A, que l'évolution du paramètre n affecte la forme de la courbe. Lorsque n augmente, l'intervalle de temps où la fraction précipitée passe de f_0 à f_∞ diminue. Les cinétiques de germination et de croissance augmentent donc.

Dans notre cas, le facteur n augmente, et k diminue, entre la loi isotherme et la loi anisotherme. Ces paramètres passent respectivement de 0,84 à 1,22, et de $3{,}499 \cdot 10^{-6}$ à $1{,}971 \cdot 10^{-7}$, ce qui permet de déduire qualitativement, d'une part que la précipitation commence plus tôt lors des vieillissements anisothermes, et d'autre part que la cinétique de germination de la phase σ augmente avec le cyclage thermique.

III. Etude de la transformation γ → σ

III.1. Prédictions thermodynamiques

Le logiciel Thermocalc [9] associé à la base TCFE-8 [10] a été utilisé pour calculer les phases à l'équilibre lors de la solidification, ainsi que lors des transformations de phase à plus basse température. La composition du matériau donnée par le fournisseur (cf. Tableau II-1) a été utilisée. Comme indiqué précédemment, la fraction de phase σ mesurée dans le matériau vieilli est nettement supérieure à ces prédictions thermodynamiques. Les calculs ont été réalisés en considérant le système quaternaire (C-Cr-Fe-Ni) et le système sénaire (C-Cr-Fe-Ni-Mn-Si). Ces calculs n'ont pas mis en évidence d'effet de ces éléments sur les phases stables sur la

gamme des températures étudiées. L'effet sur les fractions estimées à l'équilibre est également négligeable. Les calculs présentés par la suite sont donc basés sur le système quaternaire. A 870°C, les calculs estiment des fractions massiques de carbures $M_{23}C_6$ et de phase σ respectivement de 0,7 % et de 3,5 % à l'équilibre, ce qui correspond à des fractions volumiques de 0,8% et 3,7%.

III.2. Cinétique de transformation

La cinétique de transformation de la phase σ directement depuis l'austénite est relativement lente au vu des résultats expérimentaux. Cette observation est en accord avec la bibliographie [11]. Cependant, il apparaît clairement que le cyclage thermique accélère la cinétique de cette transformation. Ce point a donc fait l'objet d'une étude spécifique détaillée ci-après

III.3. Explication envisagée concernant l'accélération de la germination induite par le cyclage thermique

En phase liquide comme en phase solide, la précipitation résulte d'une part de la germination de précipités et de leur croissance. Au début du vieillissement, dans la matrice sursaturée, il y a formation de germes de précipité. Le mécanisme de précipitation isotherme par germination et croissance dépend essentiellement de deux facteurs : l'énergie de formation des germes (enthalpie libre de formation) et la mobilité des atomes.

En effet, la germination nécessite un temps d'incubation d'autant plus faible que l'énergie de formation ΔG_c d'un germe de rayon critique r^* est faible. Par ailleurs, la germination et la croissance des précipités dépendent de la mobilité des atomes qui augmente de façon exponentielle avec la température. La cinétique globale d'une transformation est donc fonction de ces deux effets antagonistes, comme représenté en Figure IV-5. Ceci permet d'expliquer la forme caractéristique en C des courbes de transformation isothermes (courbes TTT).

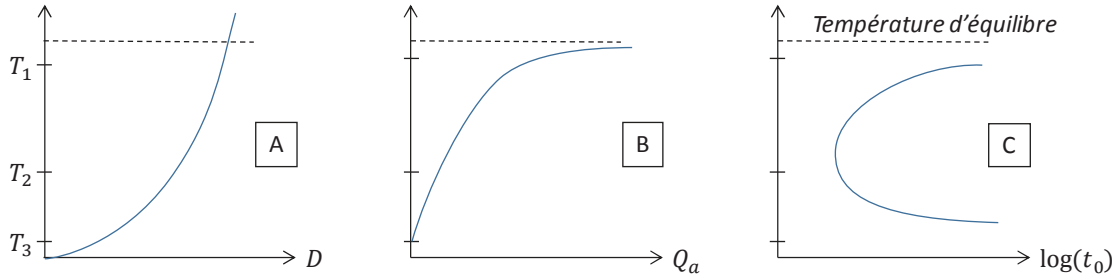


Figure IV-5 : $T_1 > T_2 > T_3$. [A] Coefficient de diffusion D en fonction de la température, [B] énergie nécessaire à la formation d'un germe Q_a et [C] variation du temps d'incubation de la précipitation t_0 en fonction de la température (régime isotherme)

Pour une température T_1 élevée, même si la mobilité des atomes du soluté est grande, le temps d'incubation est très long car il est contrôlé par la valeur élevée de l'énergie de formation d'un germe. A basse température, T_3, c'est la faible mobilité des atomes du soluté qui détermine le temps d'incubation. Le temps d'incubation minimal correspond donc à une température

intermédiaire T_2 qui présente le meilleur compromis entre énergie de formation d'un germe et mobilité des atomes.

III.3.1. Enthalpie libre de formation

Considérons la transformation α → β. Un « embryon » constitué par la nouvelle phase β va se former à partir de la phase initiale α. De manière générale, en considérant que les « embryons » formés ont la forme de sphères de rayon r, la variation d'énergie libre s'écrit sous la forme :

$$\Delta G = -\frac{4}{3}\pi r^3 \Delta g_v^{ch} + 4\pi r^2 \gamma \qquad \textit{équation IV-8}$$

Où Δg_v^{ch} est la différence d'enthalpie libre entre la phase β et la phase α, et γ l'énergie d'interface entre les deux phases. Le premier terme de cette équation correspond au gain d'énergie lors de la formation de l'embryon, alors que le second terme correspond à l'énergie consommée pour créer une interface entre les deux phases.

III.3.2. Effet sur la taille critique des germes

ΔG passe par un maximum lorsque la sursaturation, repérée par Δg_v^{ch}, est suffisante. Ceci est illustré en Figure IV-6. Lorsque les « embryons » ont atteint la taille critique r^* on parle alors de germes. Le rayon critique r^* et la barrière énergétique ΔG_c dépendent donc directement de Δg_v^{ch} et de γ.

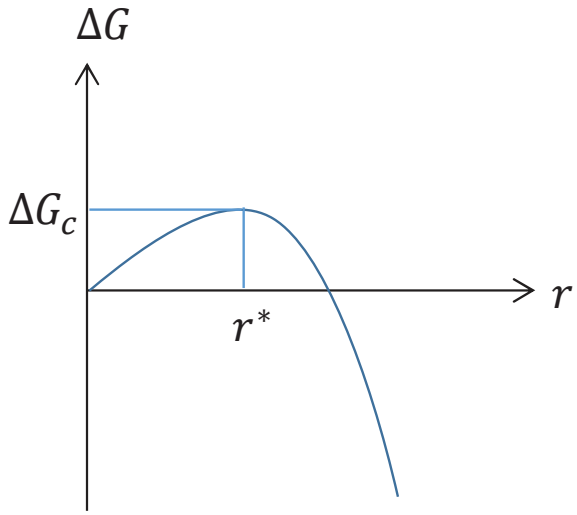


Figure IV-6 : Relation entre la variation d'énergie libre ΔG et le rayon r d'un germe. r^* correspond au rayon critique à partir duquel un « embryon » devient un germe énergétiquement stable

En conclusion, plus la température imposée est faible, plus la surfusion liée à l'écart de température est importante, et plus les germes vont être petits.

III.3.3. Lien avec le cyclage thermique

La hauteur de la barrière de potentiel ΔG_c, que les embryons doivent franchir, est en première approximation inversement proportionnelle à $(\Delta T)^2$. Cette barrière énergétique fixe la

fréquence d'apparition des germes qui s'écrit sous la forme suivante (théorie de Becker-Döring) :

$$I = I_0 \cdot e^{-\frac{\Delta G_c}{kT}} \qquad \textit{équation IV-9}$$

Où le terme pré-exponentiel I_0 est constant en première approximation. On comprend ainsi que, pour avoir une forte densité de germes, le sous-refroidissement doit être le plus important possible.

Remarque : Pour plus de rigueur, deux points supplémentaires sont à prendre en compte :

- Les précipités n'occupant pas exactement le même volume que la matrice, il en résulte une distorsion du réseau. Dans le bilan d'énergie (équation IV-8) il faut donc ajouter un terme d'énergie élastique, ce qui a pour effet d'augmenter la barrière énergétique à franchir ;
- Des changements de composition ont lieu au cours de la transformation.

Ces concepts permettent d'appréhender la force motrice induite par le cyclage thermique vis-à-vis de la formation de la phase σ. Lors du refroidissement rapide, un sous-refroidissement très important apparaît. Néanmoins, la mobilité des atomes limitée par la faible température du matériau en sortie de trempe n'autorise pas la formation des germes de phase σ. En revanche, lors de la chauffe qui se fait de manière plus lente, le sous-refroidissement reste important et l'augmentation de la température autorise à nouveau la diffusion. La phase de chauffe génère donc une force motrice importante, d'origine chimique, pour la germination. Les germes sont stabilisés plus rapidement, ce qui correspond aux observations expérimentales.

Conclusion

L'utilisation de la loi de Johnson-Mehl-Avrami a permis de modéliser la fraction volumique de phase σ formée dans le matériau lors de vieillissements isothermes et anisothermes. L'augmentation conséquente de la cinétique de formation de la phase σ, observée au cours des vieillissements anisothermes, se traduit par une modification des coefficients de cette loi. Une hypothèse est formulée quant à une explication possible de l'effet du cyclage thermique sur la germination.

IV. Modélisation des propriétés élastiques isotropes

IV.1. Module d'Young

IV.1.1. Modélisation des résultats expérimentaux

Des mesures de module d'Young ont été réalisées en surface et à cœur, sur le P20-*B* et le P20-*Support*-257cyc. Les résultats expérimentaux ont été présentés précédemment

(cf. chapitre 3, II.1). Ces 4 échantillons correspondent à des états métallurgiques différents qui sont illustrés en Figure IV-7.

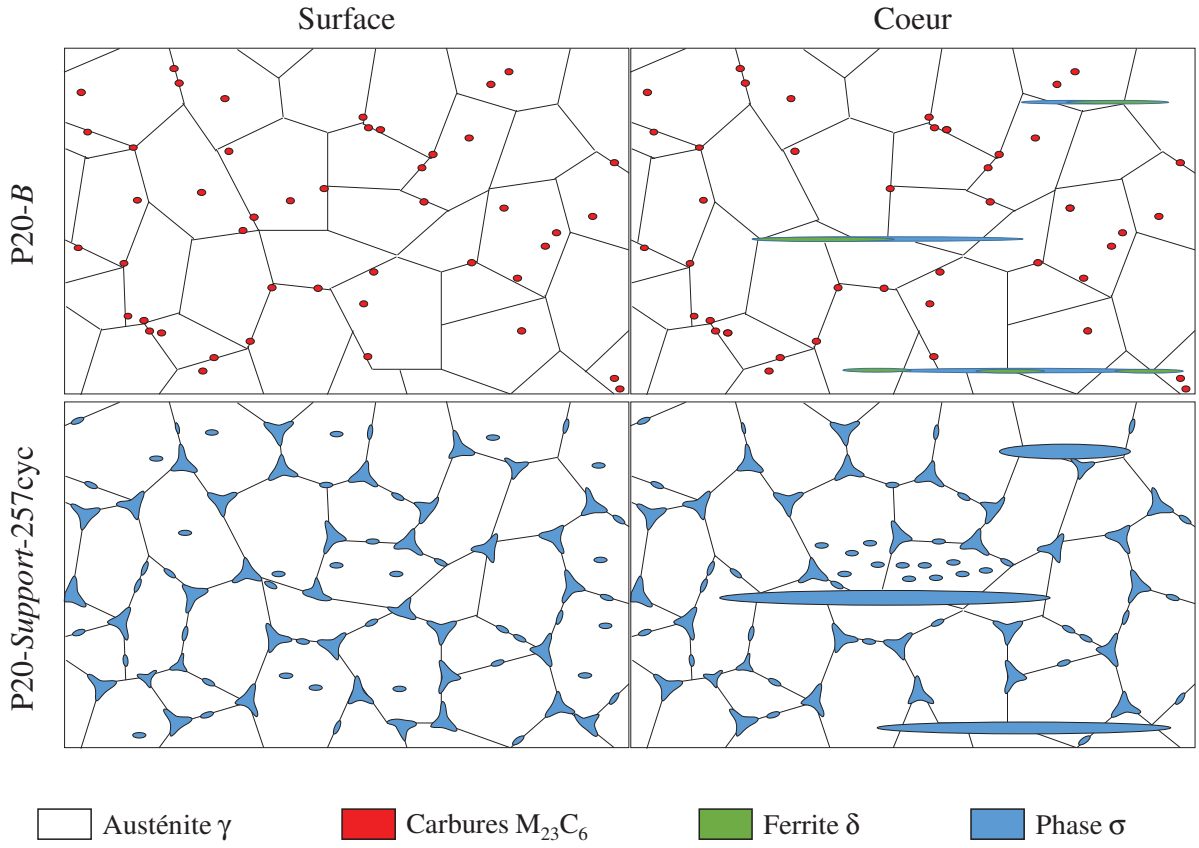


Figure IV-7 : Schéma dans le plan (L,t_c) des états métallurgiques des échantillons dont le module d'Young a été mesuré par résonnance acoustique. Le sens L est horizontal

- P20-*B* en surface : taille de grain hétérogène, et distribution homogène (~1%) des carbures en intergranulaire et intragranulaire ;
- P20-*B* à cœur : taille de grain hétérogène, et distribution hétérogène des carbures, et des rubans de phase σ et de ferrite δ ;
- P20-*Support*-257cyc en surface : taille de grain homogène, et distribution homogène de phase σ aux joints triples, aux joints de grains, et en intragranulaire. Plus de carbures ;
- P20-*Support*-257cyc à cœur : taille de grain homogène, et distribution hétérogène de rubans et de précipités intergranulaires et intragranulaires de phase σ. Plus de carbures.

Les valeurs mesurées pour le module d'Young en fonction de la température ont été modélisées par des polynômes. Dans le cas du P20-*B*, il est possible d'approcher le comportement du matériau à cœur et en surface par une fonction affine. En revanche, les deux échantillons de P20-*Support*-257cyc nécessitent l'utilisation d'un polynôme de degré supérieur comme illustré en Figure IV-8. En effet, l'erreur entre les données expérimentales et les lois polynomiales déterminées indiquent un excellent ajustement pour un polynôme de degré 3. Cependant le polynôme de degré 2 présente une bonne correspondance et une seule courbure, plus

« réaliste ». Il sera utilisé avec les paramètres définis dans l'équation ci-dessous, dans laquelle, pour l'indentification, E est en GPa et T en °C :

$$E = A + BT + CT^2 \qquad \textit{équation IV-10}$$

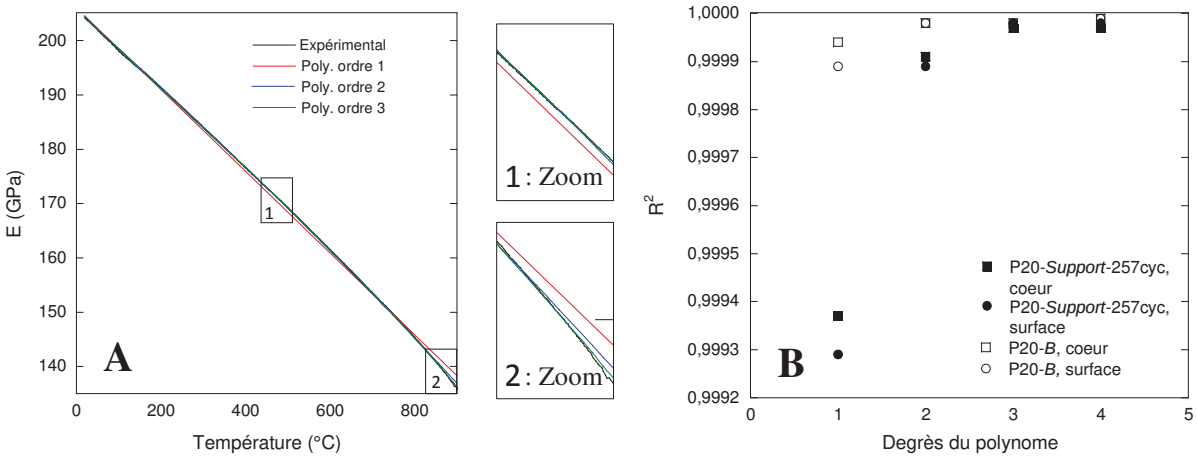


Figure IV-8 : [A] Données expérimentales pour la mesure du module d'Young du P20-Support-257cyc en surface, et comparaison à des polynômes de degrés 1, 2 et 3. [B] Erreur entre les lois polynomiales et les mesures expérimentales approchées, en fonction des degrés des polynômes utilisés

Les courbes modélisées, en pointillés noirs, sont superposées aux résultats expérimentaux en Figure IV-9.

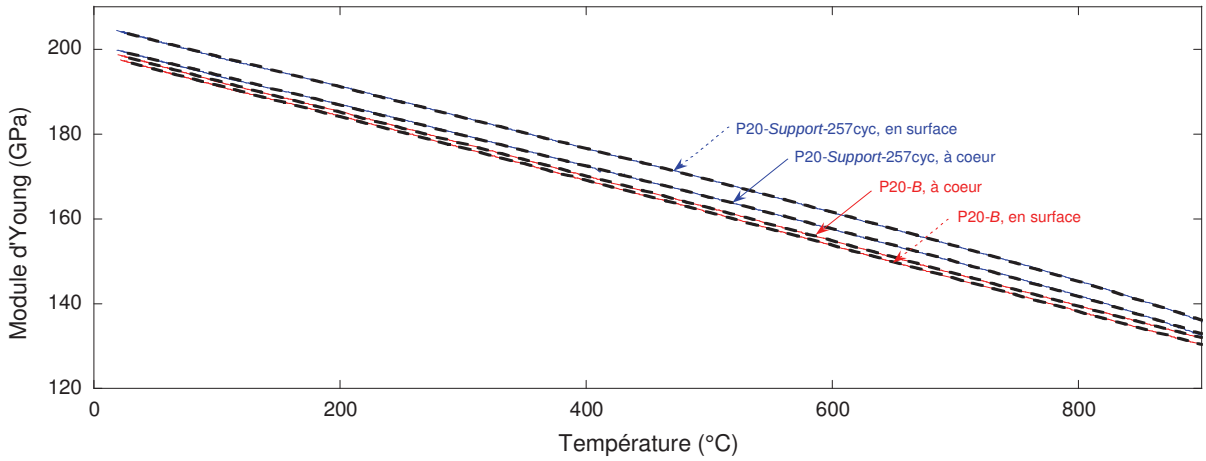


Figure IV-9 : Superposition des mesures expérimentales et des modèles pour l'évolution, en fonction de la température, du module d'Young des 4 échantillons

Les paramètres de ces lois, déterminés par la méthode des moindres carrés, sont reportés dans le tableau ci-dessous.

Echantillon	P20-*B*	P20-*B*	P20-*Support*-257cyc	P20-*Support*-257cyc
Zone	**Surface**	**Cœur**	**Surface**	**Cœur**
A	198,98	200,09	205,49	200,91
B	$-7{,}3336\times10^{-2}$	$-7{,}4083\times10^{-2}$	$-6{,}8475\times10^{-2}$	$-6{,}7607\times10^{-2}$
C	$-3{,}2671\times10^{-6}$	$-2{,}0391\times10^{-6}$	$-8{,}5451\times10^{-6}$	$-8{,}0024\times10^{-6}$
Ecart-type	*0,99998*	*0,99998*	*0,99998*	*0,99997*

Tableau IV-1 : Paramètres des lois déterminées pour $E = f(T)$, E en GPa et T en °C, cf. équation IV-10

Généralement, l'évolution du module d'Young d'un matériau en fonction de la température est représentée par une fonction linéaire, mais sur la large plage de température (20-900°C) de notre étude, et pour les microstructures testées, un polynôme de degré 2 a semblé plus adapté.

IV.1.2. Modélisation des tôles épaisses

Lors des essais de RFDA et en service, les structures sont principalement sollicitées en flexion avec une face en traction et une face en compression. Pour les essais de RFDA, les vibrations induisent une alternance de la face en traction et de celle en compression. Nous postulons que le comportement du matériau est symétrique en traction/compression et proposons donc un modèle global, homogénéisé pour la tôle épaisse, sollicitée en traction. Celle-ci est considérée comme un composite qui s'apparente à une structure sandwich. Cette structure est schématisée en Figure IV-10.

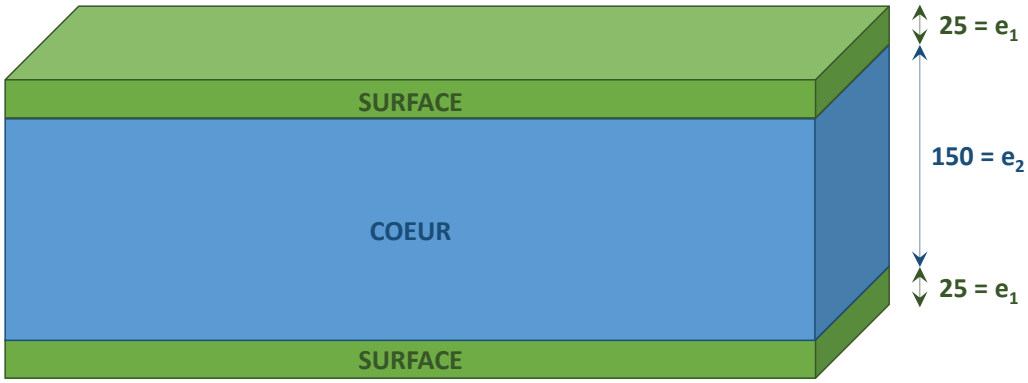


Figure IV-10 : Schéma de la tôle épaisse considérée comme une structure sandwich, associant les états microstructuraux à cœur et en surface. Ces états sont ceux illustrés en Figure IV-7 pour le P20-*B et le* P20-*Support*-257cyc

La transition entre l'état métallurgique de la surface et celui du cœur s'effectue à une profondeur moyenne de 2,5 mm. Sur une tôle de 20 mm d'épaisseur, la fraction définie de surface/cœur est de 25% : $f_s = 2 \times e_1/(2 \times e_1 + e_2) = 0{,}25$.

Il s'agit d'un modèle qui ne prend pas en compte l'évolution plus continue de la microstructure entre les états observés à cœur et en surface. Cependant, l'utilisation du modèle de Voigt [12] (Figure IV-11) nous permet une première approche simple pour estimer le comportement de la tôle hétérogène.

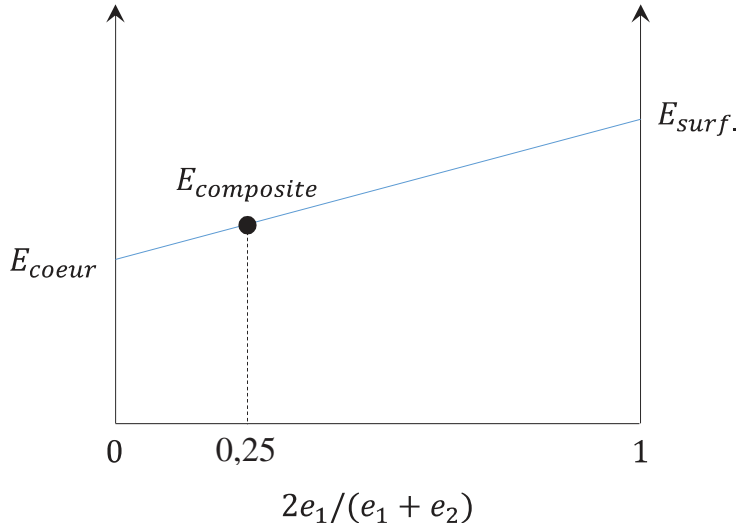


Figure IV-11 : Schéma de la détermination du modèle de Voigt utilisé pour la détermination du module d'Young du composite « surface / cœur »

Les modèles de Voigt, déterminés pour le P20-*B* et le P20-*Support*-257cyc, sont représentés en Figure IV-12. Les deux courbes, en cohérence avec l'approche liées à l'équation IV-10, sont représentées par des polynômes d'ordre 2, dont les paramètres sont donnés dans le Tableau IV-2.

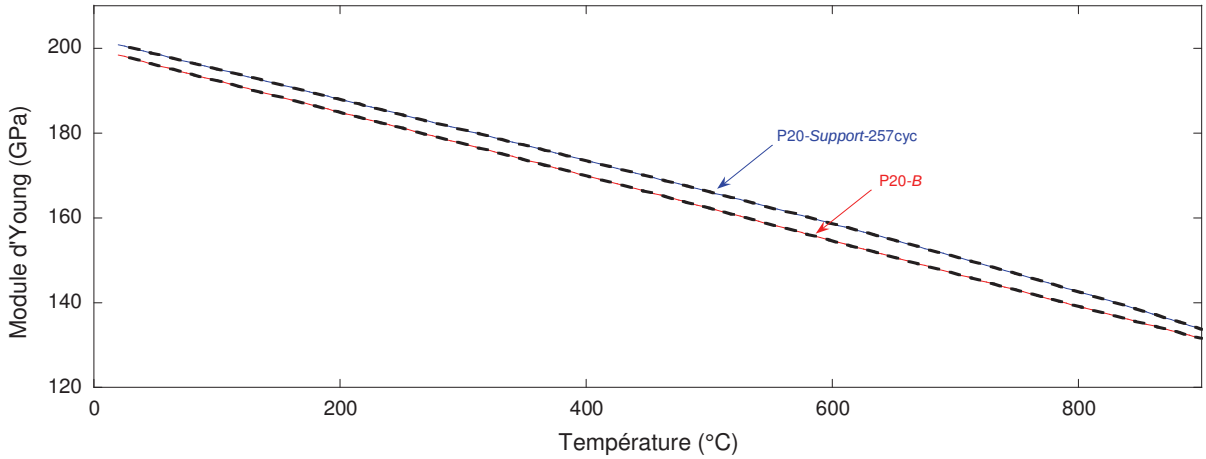


Figure IV-12 : Modèle de Voigt utilisant les courbes de la figure IV-9 appliqué au P20-*B et au* P20-*Support*-257cyc *et modélisations quadratiques associées (en pointillés)*

Echantillon	P20-*B*	P20-*Support*-257cyc
A	199,81	202,06
B	$-7{,}3889\times10^{-2}$	$-6{,}7824\times10^{-2}$
C	$-2{,}3461\times10^{-6}$	$-8{,}1381\times10^{-6}$
Ecart-type	*1*	*1*

Tableau IV-2 : Paramètres des modèles $E = f(T)$ pour le modèle homogénéisé du P20-*B et du* P20-*Support*-257cyc. *E en GPa et T en °C, cf. équation IV-10*

Selon la température, l'écart de comportement entre les deux matériaux varie entre 2,2 et 4,1 GPa. L'écart entre les deux modules d'Young est maximal à 640°C et minimal à 900°C. A 870°C, température d'étude, $E_{\mathrm{P20-}Support-257\mathrm{cyc}} - E_{\mathrm{P20-}B} = 2{,}7\ GPa$, soit une augmentation de 2%.

IV.1.3. Evolution du module d'Young en fonction de la fraction de phase σ

IV.1.3.1. Modèles de Voigt [12] et Reuss [13] : Présentation

Etant donné la morphologie de la phase σ à cœur, et la direction de sollicitation qui correspond à la direction de laminage, on peut assimiler le matériau à une matrice (austénite) renforcée par des fibres (phase σ), correspondant à des rubans. Dans cette partie nous proposons d'utiliser les approximations de Voigt et Reuss pour encadrer le comportement élastique. Afin d'essayer d'appréhender le lien entre microstructure et raideur du matériau, nous présentons brièvement ci-dessous ces approches qui permettent d'encadrer les propriétés élastiques du matériau.

Les modèles de Voigt et Reuss sont également connus sous le nom de « loi de mélange ». Notons E_m et E_f les modules d'Young respectifs de la matrice et des fibres. f_f, la fraction de fibres, correspond dans notre étude à la fraction de phase σ. Les deux modèles sont présentés dans le tableau ci-dessous :

Voigt	**Reuss**
Loi parallèle	Loi série
Déformation uniforme	Contrainte uniforme
Borne supérieure	Borne inférieure
$\varepsilon = \varepsilon_m = \varepsilon_f$	$\sigma = \sigma_m = \sigma_f$
$E^V = f_f E_f + (1 - f_f) \times E_m$	$E^R = \dfrac{E_f \times E_m}{f_f E_m + (1 - f_f) \times E_f}$
$\sigma = f_f \sigma_f + (1 - f_f) \times \sigma_m$	$\varepsilon = \sigma \left(\dfrac{f_f}{E_f} + \dfrac{1 - f_f}{E_m} \right)$

Tableau IV-3 : Présentation des modèles de Voigt et Reuss

Le modèle de Hirsch [14] correspond à une « combinaison » des deux modèles précédents, par l'introduction d'un paramètre ajustable x :

$$E^H = x \times E^V + (1 - x) \times E^R \qquad \textit{équation IV-11}$$

Ce paramètre détermine en quelque sorte le transfert de contraintes entre la matrice et les fibres. Il est dépendant de l'orientation et de la longueur des fibres. Ces trois modèles sont schématisés en Figure IV-13 en fonction de la fraction de fibres.

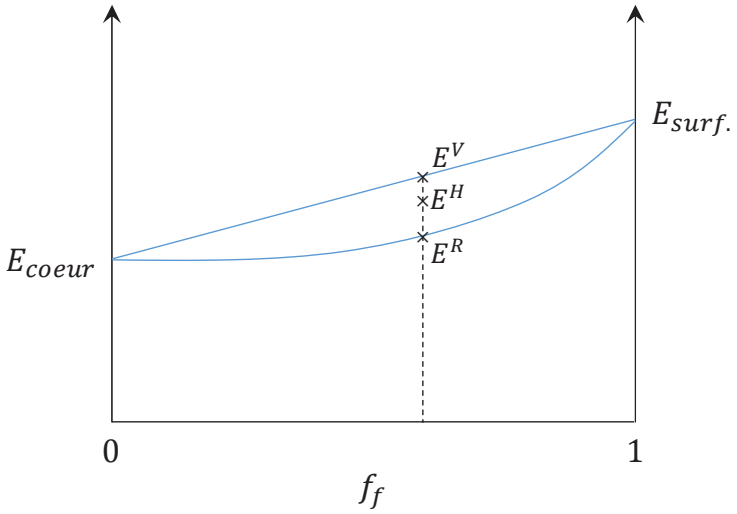


Figure IV-13 : Schéma de l'évolution du module d'Young d'un composite en fonction de la fraction de fibres. Modèles de Voigt, Reuss et Hirsch

IV.1.3.2. Application des modèles de Voigt et Reuss

Pour rappel, on observe expérimentalement, à toutes les températures :

$$E_{brut,surf} < E_{brut,coeur} < E_{vieilli,coeur} < E_{vieilli,surface}$$

La différence de morphologie des précipités présents à cœur et en surface du matériau (cf. Figure IV-7) laisse à penser que le comportement de ces deux zones devrait être compris entre les bornes de Voigt et Reuss. Etant donné le fibrage longitudinal observé à cœur, on s'attend à ce que celui-ci soit plus proche de la borne de Voigt que le matériau de surface.

La tendance observée sur le P20-*B* va dans ce sens, avec un module d'Young plus élevé à cœur, cohérent avec la présence de rubans de ferrite δ et de phase σ jouant le rôle de renforts. Dans le cas du matériau brut, la variation entre le module d'Young à cœur et en surface est faible. L'écart reste quasi-constant, de l'ordre de 1 GPa sur la gamme de température testée. Les fortes hétérogénéités microstructurales peuvent l'expliquer. D'autant plus que le module d'Young de la ferrite est plus élevé que celui de l'austénite (206,8 GPa contre 193 GPa à température ambiante [15]). Or celle-ci n'est pas prise en compte dans notre modèle compte tenu de sa rapide transformation. Il n'est donc pas étonnant que le module d'Young soit plus élevé à cœur, où on mesure 0,5% de ferrite δ et 0,6% vol. de phase σ.

En revanche, sur le P20-*Support*-257cyc, l'écart entre cœur et surface est de l'ordre de 4 GPa. De plus, la tendance est inversée : on note un module d'Young plus élevé en surface qu'à cœur. On ne peut donc pas se contenter d'étudier la morphologie des précipités pour savoir si on se rapproche de la borne de Voigt ou de celle de Reuss.

Il existe donc un autre paramètre à prendre en compte : les hétérogénéités chimiques, observées sur le matériau brut, sont gommées par le vieillissement. Les contraintes résiduelles diminuent également et sont proches de zéro dans le P20-*Support*-257cyc. La fraction de phase σ étant identique en surface et à cœur (cf. Figure III-28). Ces paramètres ne suffisent donc pas à

expliquer les mesures obtenues. Nous avons vérifié qu'aucune inversion des échantillons n'était envisageable.

Il reste alors une explication possible : l'échantillon utilisé pour les mesures de module d'Young par RFDA de P20-*Support*-257cyc surface ne présente pas les mêmes dimensions que les 3 autres échantillons. En effet, il présente une longueur de 65 mm contre 80 mm pour les autres. L'incertitude sur la mesure augmente lorsque la longueur de la poutre vibrante diminue. Dans la suite de la construction du modèle, nous avons donc préféré ne pas utiliser les données obtenues avec cet échantillon.

IV.1.3.3. Estimation du module d'Young de la phase σ

L'échantillon de P20-*B* prélevé en surface est complétement austénitique. Nous utilisons donc la mesure du module d'Young sur cet échantillon pour déterminer le module d'Young de l'austénite avec notre composition chimique. Les deux autres échantillons, nous donnent deux points intermédiaires pour la détermination du module d'Young de la phase σ.

Pour une température, un jeu de trois données (f_σ, E) est obtenu. En considérant un modèle de Voigt passant par ces points, on détermine une valeur du module d'Young de la phase σ. En considérant ensuite le modèle de Reuss et les points expérimentaux, une deuxième valeur du module d'Young de la phase σ est obtenue, supérieure à la première. Sachant que les modules mesurés sur le P20-*Support*-257cyc sont compris entre les modèles de Voigt et de Reuss, Les modules ainsi déterminés pour la phase σ correspondent aux bornes minimale et maximale respectivement.

En réalisant ces calculs pour différentes températures il est possible de déterminer un intervalle de valeurs du module d'Young de la phase σ. Cet intervalle est représenté en Figure IV-14.

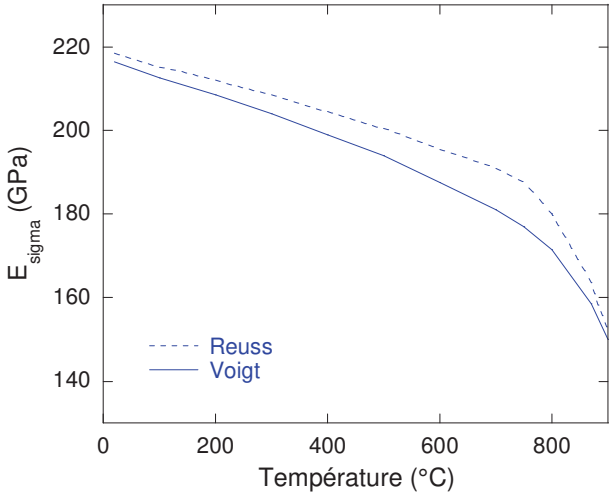


Figure IV-14 : Détermination par calcul inverse d'un encadrement du module d'Young de la phase σ à l'aide des modèles de Voigt et Reuss, pour des températures de 20°C à 900°C

Nous n'avons pas pu consolider les valeurs obtenues avec les données de la bibliographie, lacunaires sur ce point. Aucune valeur des constantes élastiques de la phase σ n'y a été trouvée.

IV.1.3.4. Modélisation de la dépendance du module d'Young à la fraction de phase σ via une interpolation linéaire

Nous disposons d'une estimation du module d'Young de la phase σ et de l'austénite en fonction de la température pour le 310S. Les données obtenues ne permettent pas d'élaborer un modèle qui rende compte de l'hétérogénéité des évolutions des microstructures dans l'épaisseur de la tôle, que nous considérerons comme homogène et isotrope. Nous proposons donc d'utiliser une simple loi de mélange, c'est-à-dire une approche type Voigt car nous n'avons pas assez de mesures pour déterminer un modèle de type Hirsch. Pour chaque température, une interpolation linéaire sera donc utilisée avec $y \in [\,0\,,1\,]$ indicateur de la fraction de phase σ formée :

$$f_\sigma(t) = f_{\sigma,0} + y(t) \times (f_{\sigma,\infty} - f_{\sigma,0}) \qquad \textit{équation IV-12}$$

$$\Leftrightarrow \quad y(t) = \frac{f_\sigma(t) - f_{\sigma,0}}{f_{\sigma,\infty} - f_{\sigma,0}} \qquad \textit{équation IV-13}$$

Comme indiqué ci-dessus, il semble difficile de lier les mesures expérimentales du module d'Young aux modèles de Voigt et Reuss, et d'en déduire l'évolution du module d'Young en fonction de la fraction de phase σ formée pour différents vieillissements. Afin d'établir un modèle décrivant l'évolution du module d'Young en fonction du temps, une solution est de mettre en œuvre une interpolation linéaire entre ces deux modèles pour chaque température. On a donc pour :

- $f_{\sigma,0} = 0{,}011$, le module d'Young est : $E = E_0 = E_{P20-B}$
- $f_{\sigma,\infty} = 0{,}113$, le module d'Young est : $E = E_{éq} = E_{\mathrm{P20}-Support-257\mathrm{cyc}}$
- $f_\sigma = f_{\sigma,0} + y \times (f_{\sigma,\infty} - f_{\sigma,0})$, le module d'Young est : $E = E_0 + y \times (E_{éq} - E_0)$

Cette solution permet une estimation reliée directement à la fraction de phase σ formée au cours du vieillissement, à l'aide des paramètres donnés dans le Tableau IV-2. On écrit ainsi :

$$E = (1 - y) \times E_0 + y \times E_{éq} \qquad \textit{équation IV-14}$$

Soit en remplaçant par les valeurs numériques déterminées précédemment :

$$E = (1 - y) \times (199{,}81 - 7{,}39.10^{-2}.T - 2{,}35.10^{-6}.T^2) + y \times (202{,}06 - 6{,}78.10^{-2}.T - 8{,}14.10^{-6}.T^2) \qquad \textit{équation IV-15}$$

Où E est le module d'Young en GPa de l'ensemble de la tôle, y l'indicateur de la fraction de phase σ décrit précédemment, et T la température en degrés Celsius.

En couplant cette équation à celles sur les cinétiques de vieillissement (équation IV-6 et équation IV-7), il est alors possible de décrire totalement l'évolution de E en fonction du temps, lors des vieillissements isothermes et anisothermes. Cette étape préliminaire est indispensable avant de modéliser le fluage. Cette approche est résumée de manière graphique dans la Figure IV-15.

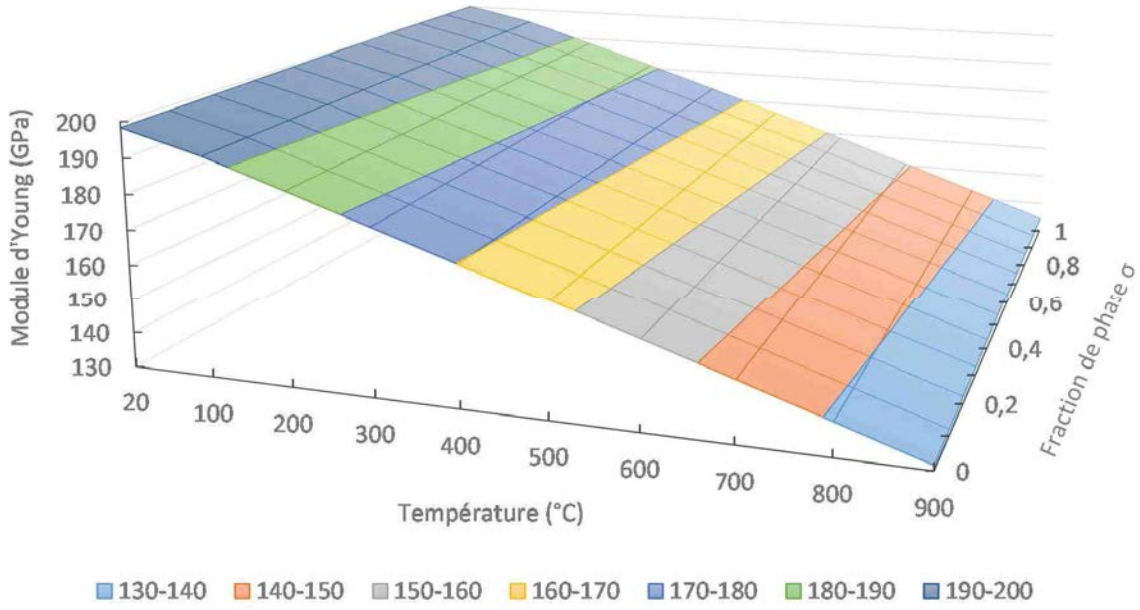


Figure IV-15 : Représentation graphique de l'évolution du module d'Young modélisée en fonction de la température T (en °C) et de la fraction de phase σ formée $\in [0,1]$. Pour y=1, $f_\sigma = f_{\sigma,\infty} = 0{,}113$.

IV.2. Limite d'élasticité et contrainte à rupture

Les quelques courbes de traction réalisées lors de notre étude ne permettent pas de déterminer la limite d'élasticité et la contrainte à rupture. Nous utiliserons donc des données de la bibliographie [15] qui ont montré une bonne correspondance concernant les mesures de module d'Young (mesures de 200 GPa à 20°C et 132 GPa à 870°C). Elles sont reportées en Figure IV-16.

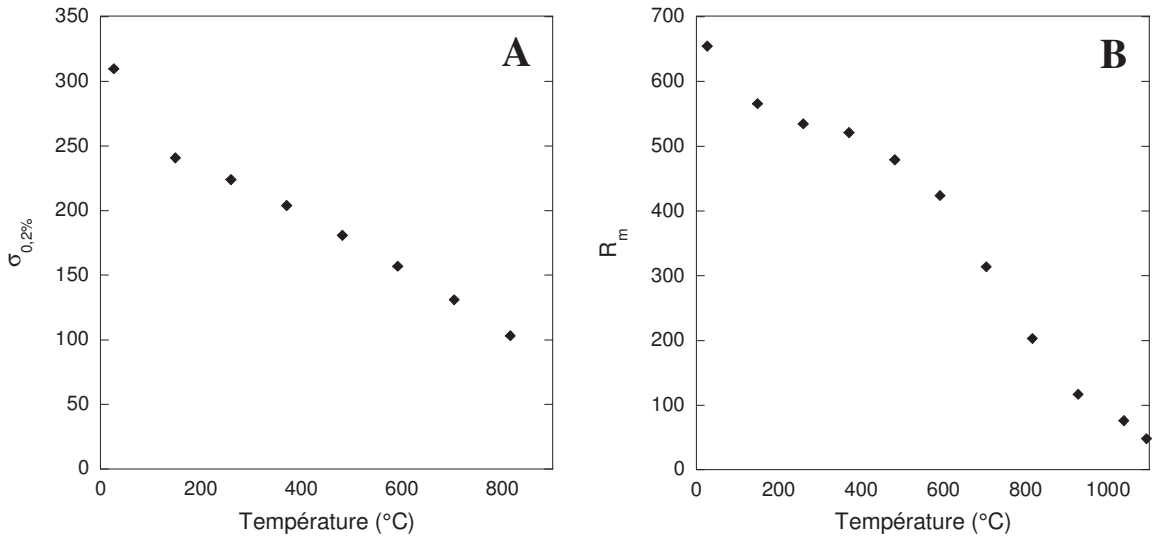


Figure IV-16 : [A] Evolution de la limite d'élasticité et [B] de la contrainte maximale de l'acier 310 en fonction de la température. Données expérimentales issues de la bibliographie [15]

Les pièces et nos essais seront considérés dans le domaine de fluage, c'est-à-dire pour des contraintes notablement inférieures à la limite élastique.

V. Modélisation du comportement en fluage

V.1. Paramètres de la loi de Norton

Des essais de fluage et de relaxation ont été réalisés sur le P20-*B*, le P20-*Support*-257cyc, ainsi que sur des matériaux ayant subi 5 vieillissements intermédiaires. Les résultats expérimentaux ont été présentés dans le chapitre 3 (II.5.4.1), et sont repris dans la Figure IV-17. Les essais de relaxation réalisés nous permettent de déterminer la contrainte seuil σ_s pour chacun de ces états de vieillissement. Ces contraintes seuils, précédemment détaillées dans le tableau III-7, sont utilisées pour déterminer les lois de Norton avec seuil. Nous nous intéressons uniquement à la gamme de contraintes inférieures à 30 MPa.

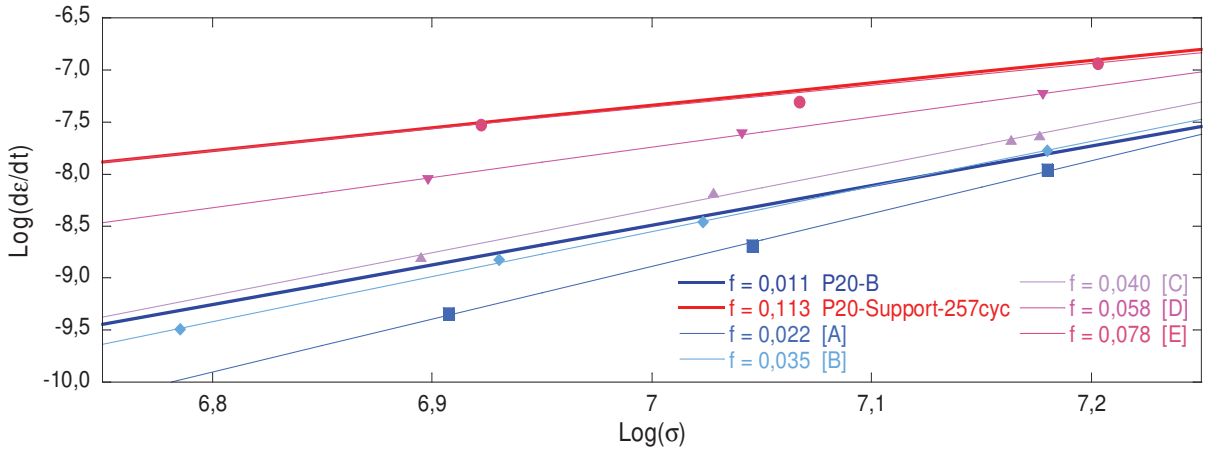


Figure IV-17 : Diagramme de Norton synthétisant les vitesses de fluage secondaire obtenues à 870°C pour des états de vieillissement intermédiaires, ces valeurs sont comparées aux modèles déterminés pour le P20-*B et le* P20-*Support*-257cyc

Des lois de Norton avec seuil sont donc déterminées pour les 7 états de vieillissements testés. Les coefficients de la loi de Norton (rappelés dans l'équation IV-16, avec $\dot{\varepsilon}$ en s^{-1} et σ en Pa) ajustés par la méthode des moindres carrés sont donnés ci-dessous, dans le Tableau V-1.

$$\dot{\varepsilon} = A(\sigma - \sigma_s)^N \qquad \textit{équation IV-16}$$

Eprouvette	Durée vieillissement	Fraction f_σ (vol.%)	y	σ_s (MPa)	N	A
P20-*B*	-	0,011	0	6,3	1,58	$5{,}35.10^{-10}$
P20-*Support*-257cyc	257 cycles	0,113	1	2	1,4	$1{,}10.10^{-9}$
[A]	3 jours	0,022	0,11	6,5	1,88	$2{,}02.10^{-10}$
[B]	5 jours	0,035	0,23	6,3	1,86	$2{,}65.10^{-10}$
[C]	11 jours	0,040	0,28	6	1,7	$5{,}90.10^{-10}$
[D]	20 jours	0,058	0,46	4,5	1,65	$1{,}20.10^{-9}$
[E]	60 jours	0,078	0,66	3,6	1,42	$1{,}13.10^{-9}$

Tableau V-1 : Détermination, à 870°C des paramètres de la loi de Norton avec seuil pour différents états de vieillissement et donc différentes fractions f_σ de phase σ

Ces 3 paramètres sont représentés graphiquement dans les figures ci-dessous. L'objectif est de modéliser leur évolution en fonction du vieillissement, associé à la fraction volumique de phase σ formée qui nous sert d'indicateur des modifications de l'alliage.

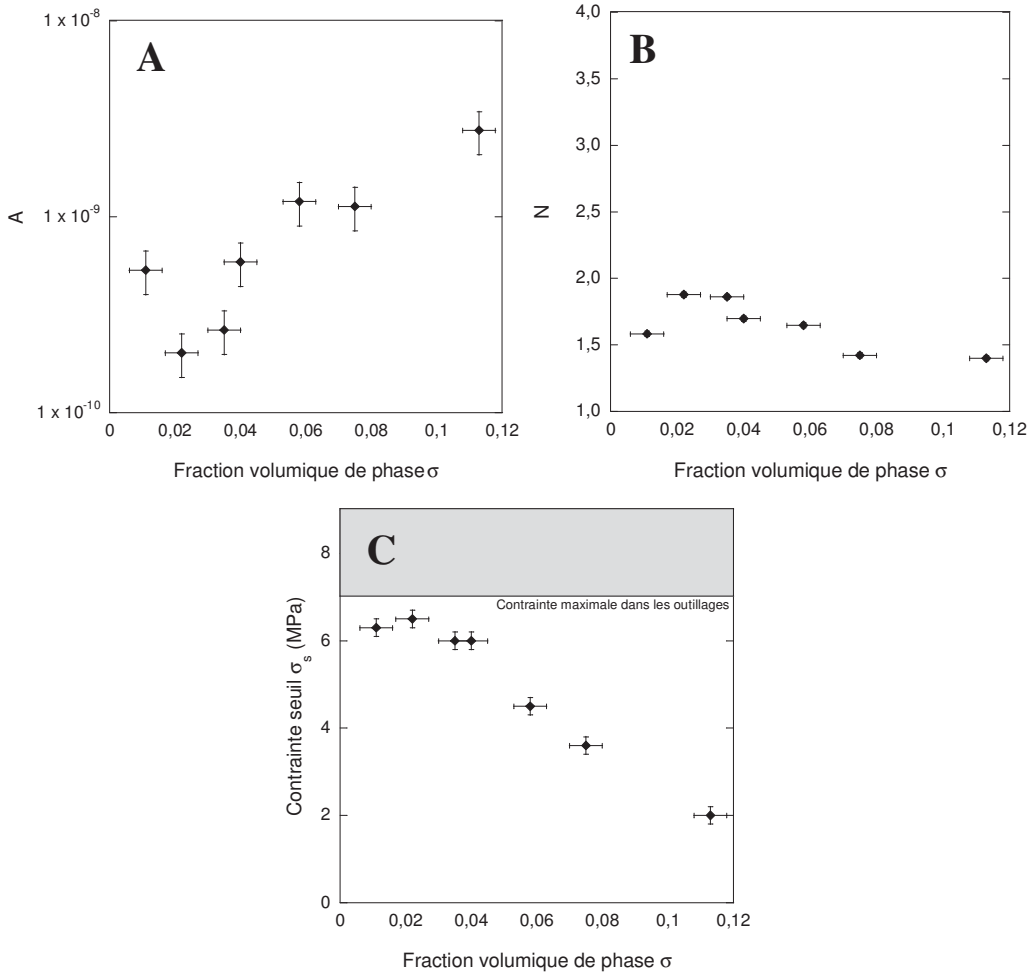


Figure IV-18 : Paramètres déterminés expérimentalement en fonction de f_σ la fraction volumique de phase σ : [A] A, [B] N, et [C] σ_s

Les résultats des modélisations obtenus sont cohérents avec les observations expérimentales. En effet, pour une contrainte constante, on observe une diminution de la vitesse de fluage dans les premiers stades du vieillissement. Puis dans un deuxième temps, pour des vieillissements plus longs, on observe que la vitesse de déformation augmente. De plus, lorsque le matériau atteint environ 8 vol.% de phase σ, il présente le même comportement en fluage que le P20-*Support*-257cyc (cf. Figure IV-17) dont la microstructure est quasi stable.

Ces remarques viennent corroborer l'idée avancée précédemment sur l'influence des carbures. En effet, il ne semble pas évident que la précipitation de la phase σ induise une augmentation de la vitesse de fluage, d'autant plus que cette précipitation entraîne une augmentation de la dureté, et de la raideur. Cependant, il a été mis en évidence que l'augmentation de la fraction de phase σ entraîne une diminution de la fraction de carbures (cf. Figure III-35). Il peut donc être envisagé que la précipitation de la phase σ n'influence qu'indirectement la viscoplasticité du matériau, en induisant la dissolution des carbures, barrières au mouvement des dislocations.

Cette hypothèse est cohérente avec les trois stades, nettement marqués de la figure précédente (Figure IV-17), qui pourraient correspondre au scénario suivant :

- Dans les premiers temps du vieillissement, la précipitation de la phase σ est observée. Celle-ci agit comme une barrière supplémentaire au mouvement des dislocations, et la vitesse de fluage diminue. Ce stade correspond à des fractions volumiques de phase σ comprises entre 1 et 2,4%.
- Dans un second temps, la fraction de phase σ augmente au détriment des carbures qui sont déstabilisés et remis en solution. L'élimination des carbures, présents en grande quantité au niveau des joints de grains, entraîne une augmentation de la vitesse de fluage. Cette augmentation se fait de manière continue, malgré l'augmentation de la fraction de phase σ.
- Lorsque la fraction de phase σ atteint 7,8 vol.%, le matériau se comporte comme le matériau vieilli proche de l'équilibre. La fraction volumique de carbure est alors proche de zéro. Lorsque la fraction de phase σ augmente ensuite, le comportement en fluage n'est plus modifié.

Ces trois stades sont illustrés dans la Figure IV-19.

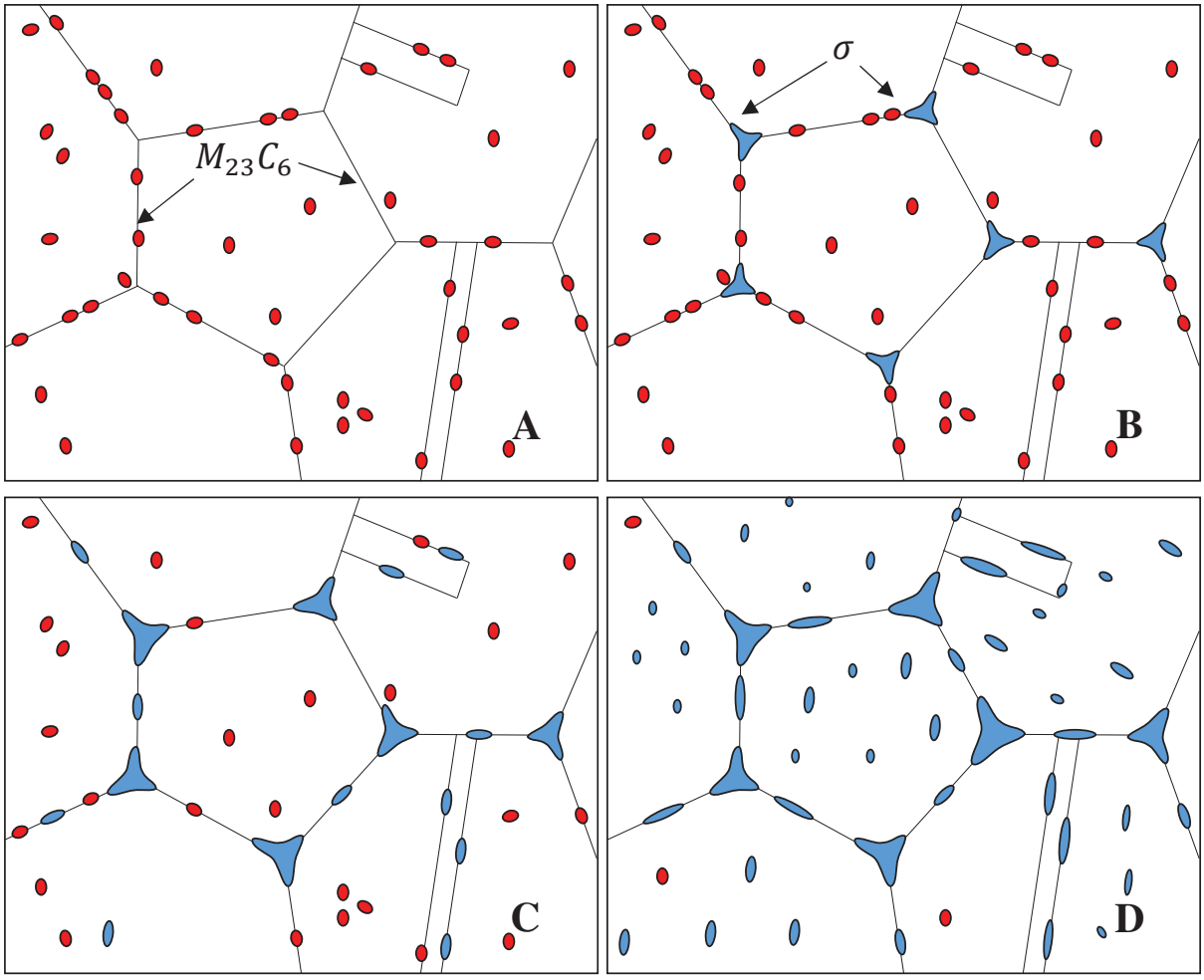


Figure IV-19 : Schéma de l'évolution de la microstructure en lien avec le scénario proposé : [A] De nombreux carbures (en rouge) sont présents au niveau des joints de grains et en intragranulaire, [B] la phase σ (en bleu) se forme dans l'austénite, principalement au niveau des joints triples, [C] la fraction de phase σ augmente, au détriment des carbures qui sont déstabilisés, et [D] lorsque la fraction de phase σ atteint 8 vol.% les carbures sont majoritairement remis en solution et la fraction restante est négligeable

L'hypothèse selon laquelle le paramètre d'ordre 1 intervenant dans la vitesse de fluage est lié aux carbures, et non à la phase σ, permet également de justifier le fait que pour des fractions de σ supérieures à 8%, le comportement viscoplastique n'évolue plus. Or cette fraction limite de 8% correspond à la fraction mesurée lorsque nous n'observons plus de carbure (cf. Figure III-35).

L'évolution du coefficient de Norton est trop peu significative pour être associée à un changement de mécanisme étant donné que les valeurs déterminées restent entre 1 et 2. Cependant, elle est cohérente avec celle des autres paramètres, A et σ_s. De plus, elle est reliée aux modifications microstructurales qui peuvent influencer le fluage diffusionnel (présence ou non de carbures et de phase σ).

L'évolution de la contrainte seuil en revanche est très marquée, d'autant plus lorsqu'elle est comparée au niveau de contrainte dans les outillages qui ne dépasse pas les 7 MPa. Sa forte diminution participe donc notablement à l'augmentation de la vitesse de déformation, lorsque la fraction de phase σ dépasse 3 %, et certainement que la fraction de carbures commence à diminuer.

V.2. Modélisation des paramètres de la loi de Norton à 870°C

Nous avons choisi de modéliser l'évolution de la contrainte seuil en fonction de la fraction de phase σ formée par un polynôme de degré 3. La fraction formée est représentée par y (cf. équations IV-12 et IV-13). Ce polynôme est superposé aux points expérimentaux en Figure IV-20. L'expression déterminée, en MPa, est donnée dans l'équation IV-17.

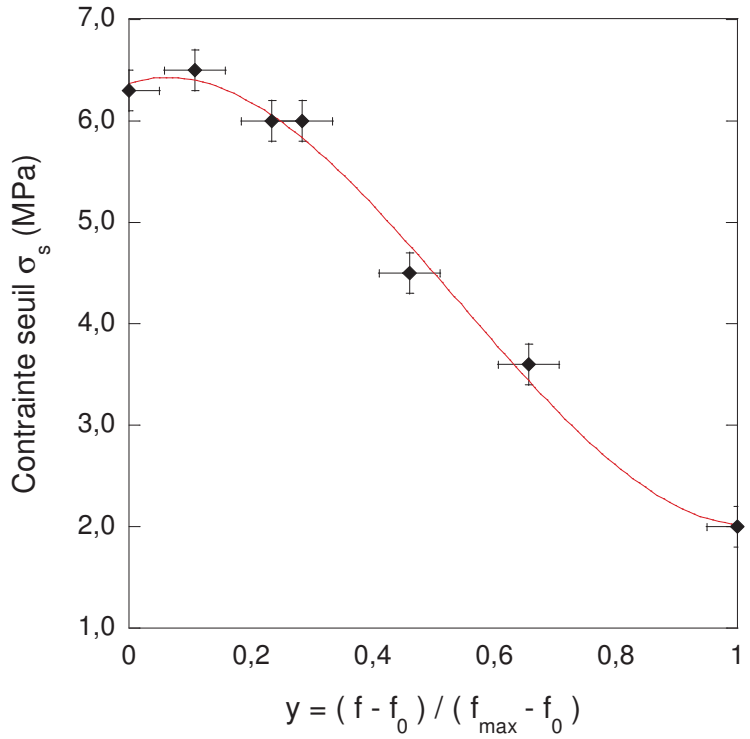
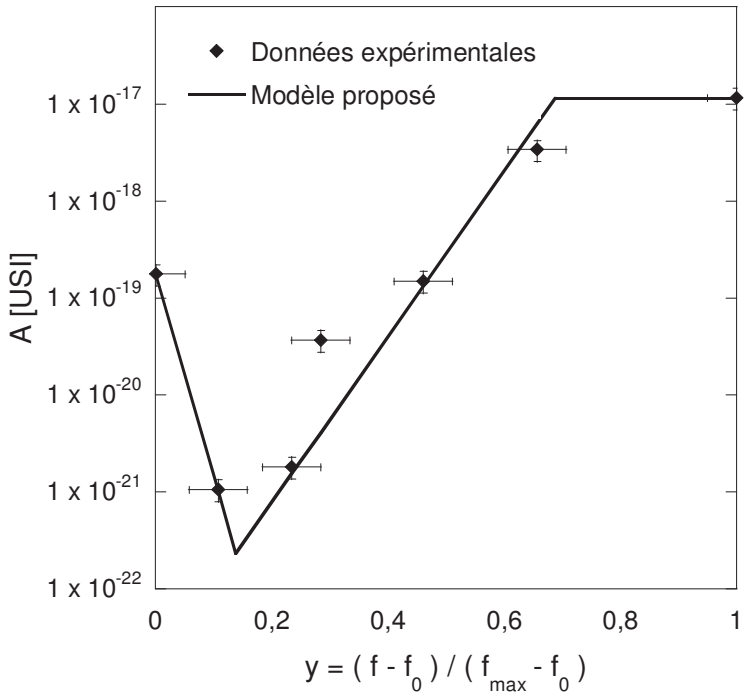


Figure IV-20 : Modélisation de l'évolution de la contrainte seuil du matériau en fonction de la fraction de phase σ. f_0=0,011 et f_{max}=0,113

$$\sigma_s[MPa] = 6{,}368 + 1{,}976.y - 16{,}436.y^2 + 10{,}113.y^3 \qquad \textit{équation IV-17}$$

Les coefficients A et N sont modélisés par parties par des fonctions affines, selon les trois stades détaillés précédemment. Les expressions utilisées sont détaillés dans la Figure IV-21 et la Figure IV-22.



Pour $0 < y < 0,1383$, soit $0,011 < f_\sigma < 0,0251$:

$$A = 1,77.10^{-19\,-\,20,80 \times y}$$

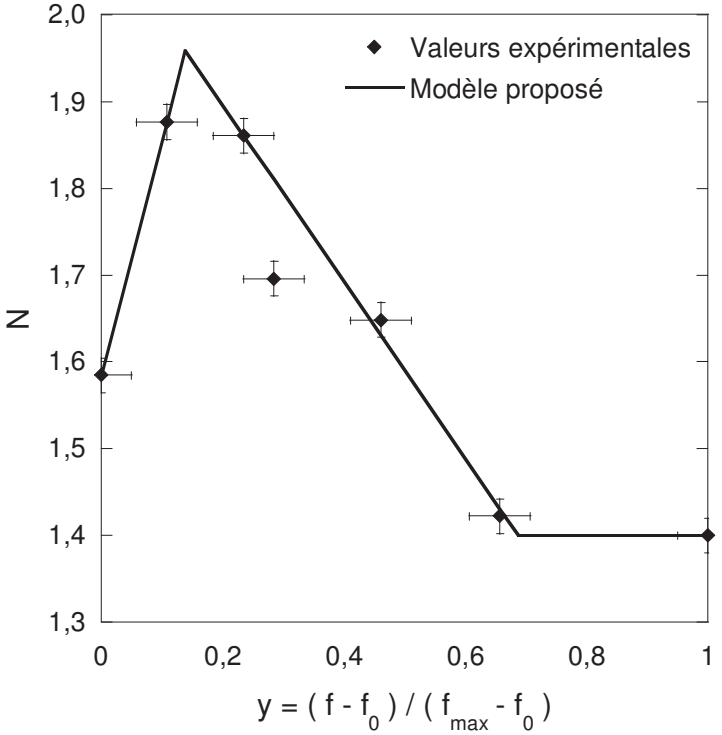
Pour $0,1383 < y < 0,6871$, soit $0,0251 < f_\sigma < 0,0811$:

$$A = 1,54.10^{-23\,+\,8,56 \times y}$$

Pour $0,6871 < y < 1$, soit $0,0811 < f_\sigma < 0,113$:

$$A = 1,17.10^{-17}$$

Figure IV-21 : Modélisation par parties du paramètre A de la loi de Norton avec seuil en fonction de la fraction de phase σ. f_0=0,011 et f_{max}=0,113



Pour $0 < y < 0,1383$, soit $0,011 < f_\sigma < 0,0251$:

$$N = 2,7086 \times y + 1,5845$$

Pour $0,1383 < y < 0,6871$, soit $0,0251 < f_\sigma < 0,0811$:

$$N = -1,0187 \times y + 2,0999$$

Pour $0,6871 < y < 1$, soit $0,0811 < f_\sigma < 0,113$:

$$N = 1,4$$

Figure IV-22 : Modélisation par parties du paramètre N de la loi de Norton avec seuil en fonction de la fraction de phase σ. f_0=0,011 et f_{max}=0,113

Conclusion

Nous proposons une modélisation reposant d'une part sur l'identification du vieillissement du 310S à 870°C en isotherme et en anisotherme (cycles de 2h), et d'autre part sur un comportement en fluage tenant compte de cet effet. Ceci permet de dimensionner le fluage des outils de traitement thermique de Safran Landing Systems en tenant compte des chargements mécaniques et thermiques, en fonction du nombre de cycles. En effet, la déformation des bras peut ainsi être calculée de manière incrémentale à chaque cycle d'utilisation.

VI. Application du modèle à la prédiction des déformations

VI.1. Calculs par intégration sur un tableur

Les modèles obtenus permettent, dans le cas de sollicitations simples, de prédire les déformations par l'utilisation d'un tableur. Le cas d'une éprouvette soumise à une contrainte de 10 MPa est utilisé dans cette partie pour illustrer ce résultat.

Pour calculer les déformations dans le temps, il est nécessaire de calculer la fraction de phase σ dont vont dépendre les paramètres de la loi de Norton utilisée. 3 cas de figures sont considérés :

- Le vieillissement n'est pas pris en compte, le matériau conserve donc le comportement observé à l'état de réception et f_σ est considéré constant (soit $y = 0$) ;
- Prise en compte du vieillissement isotherme ;
- Prise en compte du vieillissement anisotherme.

Les fractions de phase σ correspondantes à ces trois cas, déterminées par les modèles proposés, sont reportées en Figure IV-23.

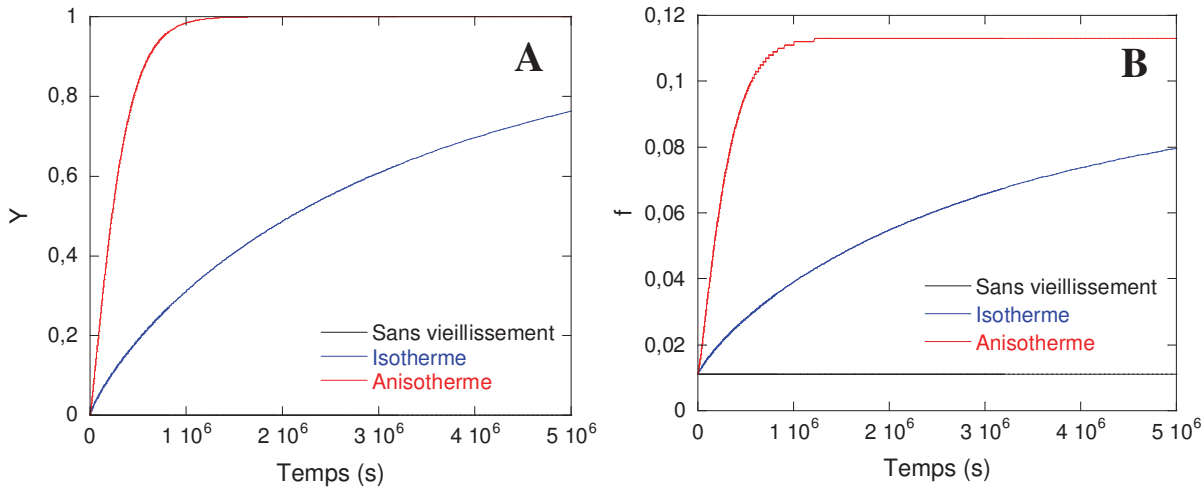


Figure IV-23 : Evolution de la fraction de phase σ en fonction du temps. [A] avancement de la transformation avec $y(t) = (f(t) - f_0)/(f_{max} - f_0)$, [B] fraction de phase $\sigma f(t)$

L'évolution des paramètres de la loi de Norton avec seuil peuvent ensuite être calculés d'après les modèles proposés. Leur évolution en fonction du temps est illustrée en Figure IV-24 pour les trois cas considérés.

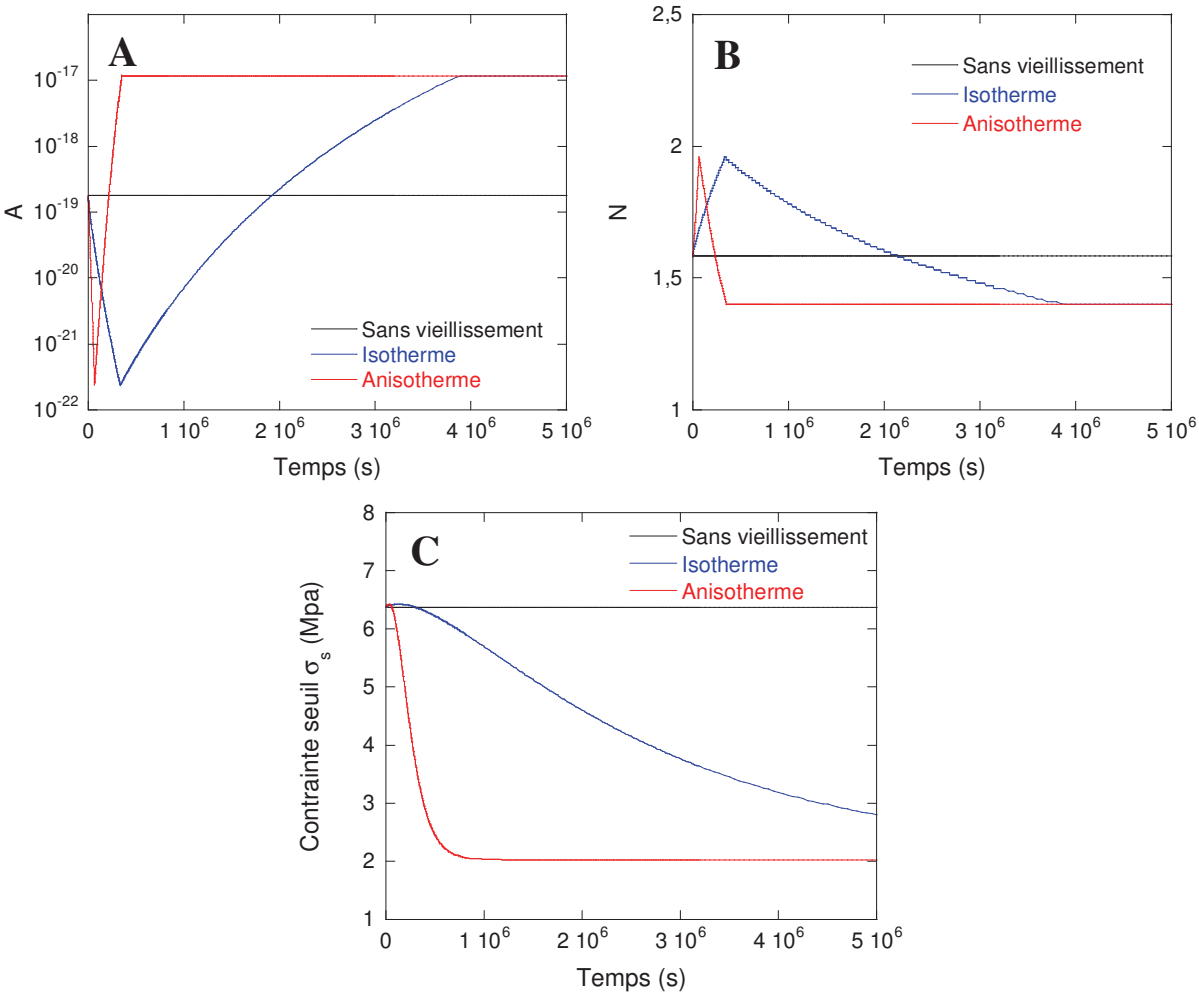


Figure IV-24 : Evolution, à 870°C, des paramètres de la loi de Norton en fonction du temps, pour les trois cas de configurations étudiés. [A] A, [B] N, et [C] contrainte seuil σ_s (MPa)

La différence notable d'évolution de ces paramètres selon le cas considéré va induire une modification de la vitesse de déformation au cours du temps. Les valeurs correspondantes, calculées en fonction du temps, sont représentées en Figure IV-25.

Pour le cas où le vieillissement n'est pas pris en compte, la vitesse de déformation reste constante. Dans les deux cas où le vieillissement est pris en compte, la vitesse de déformation diminue dans un premier temps puis augmente fortement par la suite. Ce qui reproduit de manière fidèle les résultats expérimentaux présentés au chapitre 3. Dans le cas du vieillissement anisotherme, l'augmentation de la vitesse de déformation est nettement plus marquée que dans le cas du vieillissement isotherme.

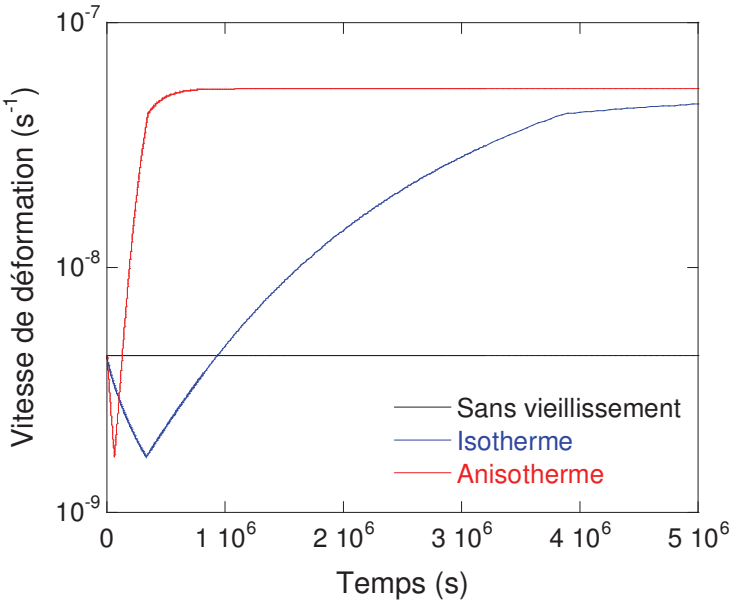


Figure IV-25 : Evolution des vitesses de déformations en fonction du temps, pour les trois cas de configuration étudiés

Les vitesses de déformation ainsi déterminées dans le temps permettent de prédire directement les déformations d'une éprouvette en traction simple. Les déformations calculées dans le cas d'une éprouvette de longueur utile 34 mm (cas expérimental), soumise à une contrainte de 10 MPa, sont tracées en Figure IV-26.

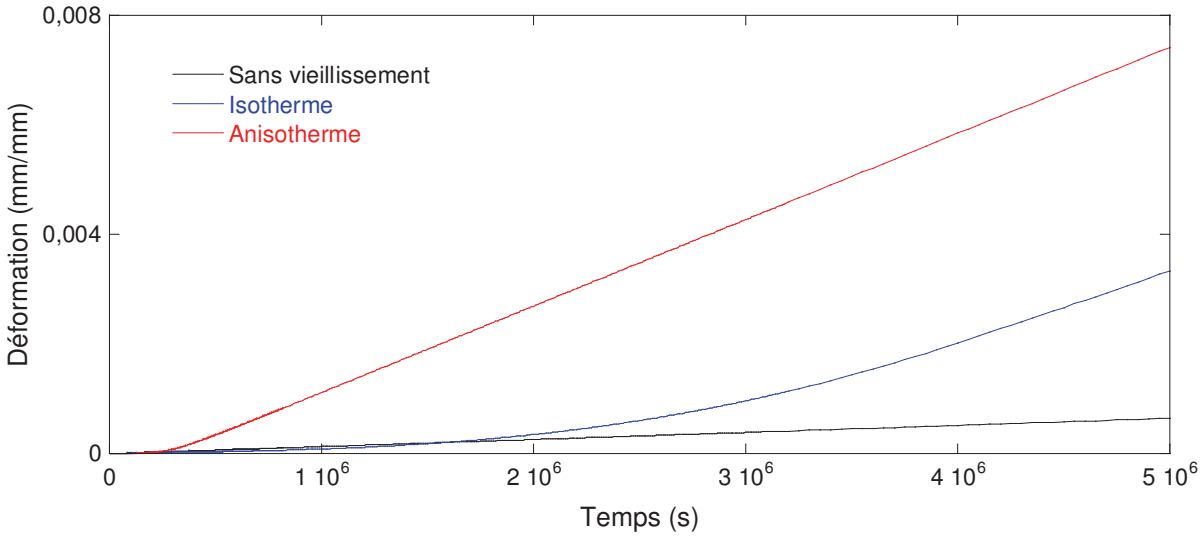


Figure IV-26 : Calcul de l'évolution de la déformation d'une éprouvette de longueur utile 34 mm soumise à une contrainte de 10 MPa, dans les trois cas considérés

L'utilisation d'un tableur permet ainsi de calculer les déformations d'une structure soumise à un chargement simple et homogène. Pour des structures plus complexes, telles que les bras des outillages, le chargement mécanique induit des zones soumises à des contraintes variables, en traction et en compression. L'utilisation des calculs par éléments finis est alors recommandée.

VI.2. Modèlisation sous Cast3M

Afin de prédire les déformations de structures complexes, le modèle proposé a été intégré sous Cast3M. Il a, dans un premier temps, été testé sur le cas d'une éprouvette soumise à une contrainte de traction simple, de 10 MPa, afin de le valider. Puis il a été utilisé pour simuler les déformations d'un bras d'outillage.

Cast3M est un code éléments finis développés par le CEA et mis gratuitement à disposition de la communauté recherche. (http://www-cast3m.cea.fr/index.php). Il présente un système complet intégrant de nombreux modèles et des outils de traitement des résultats. Le modèle de fluage de Norton y est déjà disponible.

Les paramètres utilisés sont présentés dans la Figure IV-24.

L'équation définissant le modèle est renseignée sous la forme :

$$ef = AF1 * (s ** AF2) * (t ** AF3) \qquad \textit{équation IV-18}$$

Où ef est la déformation de fluage équivalente, s la contrainte équivalente, et t le temps. Soit d'après les notations employées dans ce manuscrit :

$$\varepsilon = AF1 \times s^{AF2} \times t^{AF3} \qquad \textit{équation IV-19}$$

Les paramètres à définir dans ce modèle sont donc :

- AF1 = paramètre A modélisé en Figure IV-21 ;
- AF2 = paramètre N modélisé en Figure IV-22 ;
- AF3 = 1.

La loi de Norton implémentée dans Cast3M ne fait pas intervenir de contrainte seuil, nous avons donc associé s au chargement effectif :

$$s\,(t) = \sigma - \sigma_s(t) = \sigma_{eff}(t) \qquad \textit{équation IV-20}$$

La dépendance de la contrainte seuil σ_s au temps entraîne la dépendance de s au temps. La fonction $s(t)$ est donc modélisée dans le programme proposé.

De même, le module d'Young, nécessaire au calcul, évolue au cours du vieillissement et est donc dépendant du temps. Dans le modèle de Norton implémenté sous Cast3M, les paramètres peuvent dépendre de la température mais pas du temps. Afin de pouvoir utiliser ce modèle, et étant donné que les calculs à réaliser sont assimilables à des maintiens isothermes qu'il s'agisse des conditions isothermes ou cycliques, nous avons choisi d'assimiler l'avancement du vieillissement à la fraction de phase σ formée à une température virtuelle, ce qui permet de faire varier les paramètres avec celle-ci.

Le chargement thermique virtuel correspond à la cinétique de formation de la phase σ. Deux fonctions sont donc à renseigner, respectivement pour les conditions isothermes (cf. II-2) et les conditions cycliques (cf. II-3).

Les paramètres du comportement mécanique : E, $AF1 = A$, $AF2 = N$ et $s = \sigma_{eff}$, sont donc exprimés en fonction de :

$$T(t) = y(t) = \frac{f(t) - f_0}{f_\infty - f_0} \qquad \textit{équation IV-21}$$

Les paramètres sous Cast3M sont renseignés sous forme de fonctions affines par morceaux, le code fait les interpolations linéaires sur chacun d'entre eux.

Les paramètres ainsi définis permettent de renseigner le modèle du matériau déterminé d'après l'étude expérimentale réalisée. Deux géométries, définies en deux dimensions, ont été modélisées par la suite :

- La géométrie d'une éprouvette, afin de valider le modèle proposé ;
- La géométrie des bras d'outillages, afin de prédire les déformations de ceux-ci.

VI.2.1. Simulation sur une éprouvette

Le modèle généré sur Cast3M a été testé sur le cas simplifié d'une éprouvette avant d'introduire des géométries plus complexes. Pour cela, nous avons considéré une éprouvette soumise à une contrainte de 10 MPa. Les déformations calculées par le modèle sont reportées en Figure IV-27, et comparées à celles obtenues précédemment à l'aide d'un tableur. Dans les deux cas, on considère le cas d'une éprouvette de longueur utile initiale de 34 mm.

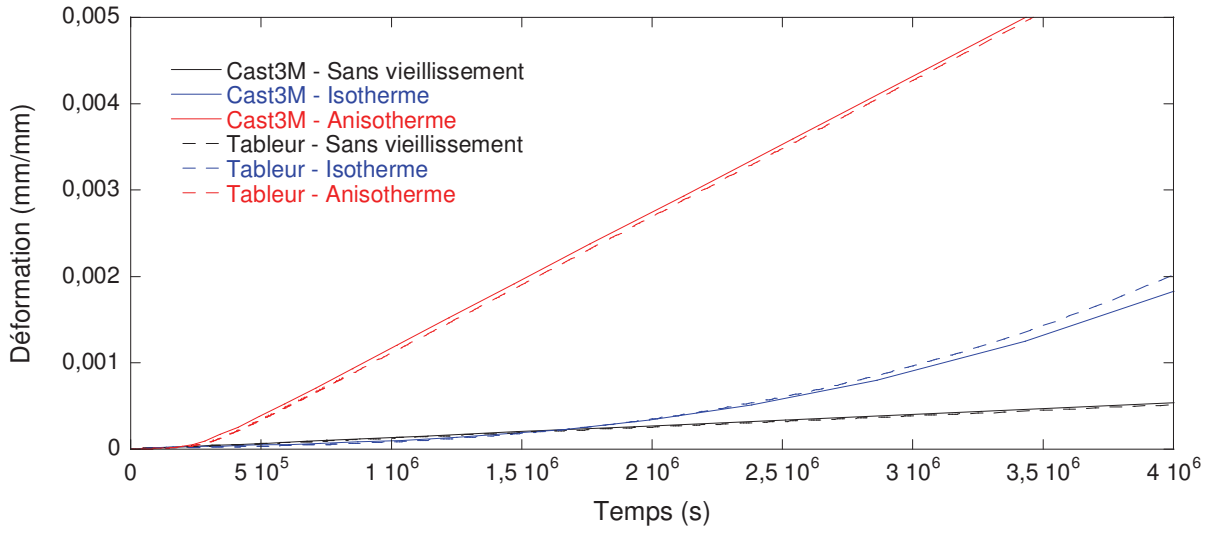


Figure IV-27 : Comparaison des déformations calculées à l'aide d'un tableur et par le programme Cast3M, dans les trois cas de configurations étudiés

Un bon accord est obtenu entre les deux calculs, et un affinement des pas de calcul du programme Cast3M donne des résultats qui tendent vers les résultats obtenus à l'aide d'un tableur.

VI.2.2. Simulation sur un bras d'outillage

La géométrie du bras a été définie d'après les plans des bras des outillages. Des éléments quadratiques de type quadrangles à 8 nœuds ont été utilisés (avec quelques triangles à 6 nœuds) afin de mailler la surface. Le maillage a été affiné au niveau des zones de concentrations des contraintes afin d'optimiser le temps de calcul et la fiabilité du modèle. La géométrie et le maillage utilisés sont représentés en Figure IV-28.

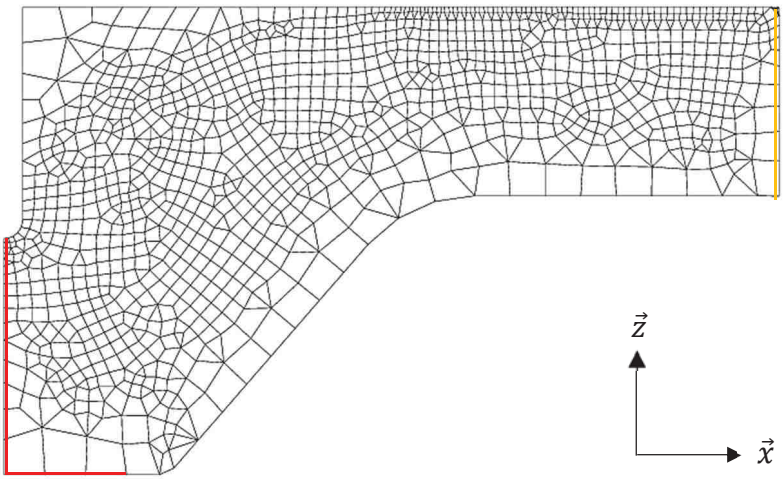


Figure IV-28 : Modèle 2D du bras de l'outillage et maillage. Les blocages mécaniques selon $\vec{x}$ et $\vec{z}$ sont indiqués en rouge, la ligne verticale est bloquée en x, la ligne horizontale est bloquée en z et la surface sur laquelle le chargement est imposé est indiquée en jaune

L'appui plan sur un collier placé sous le bras, et contre le tube, induisent des blocages mécaniques. Les déplacements verticaux sont bloqués sur la ligne d'appui horizontale rouge de la figure ci-dessus et les déplacements horizontaux le sont sur la ligne verticale.

Dans l'utilisation faite des outillages, les charges sont appliquées sur le dessus du bras. Afin de ne pas générer des concentrations de contraintes localement par le calcul, nous avons choisi d'appliquer les efforts selon $\vec{z}$ sur l'extrémité du bras, représentée en jaune sur la Figure IV-28.

Le modèle utilisé étant défini en deux dimensions, l'effort appliqué est calculé pour obtenir la même contrainte maximale dans le bras donnée par le modèle élastique en trois dimensions obtenu précédemment (cf. chapitre 3, II.4.2). Cette méthode permet de reproduire le champ de contraintes sur le modèle en deux dimensions, ce qui réduit notablement le temps de calcul en comparaison au modèle en trois dimensions.

Les modèles proposés permettent de prédire les déformations en flexion du bras, en tenant compte de l'évolution du comportement en fluage liée au vieillissement de l'alliage dans les conditions de service et en isotherme.

La Figure IV-29 illustre les déformations observées, en superposant la géométrie initiale et la géométrie obtenue après un temps de fluage calculé de 877 394 s. La flèche liée à la flexion

ainsi que l'inclinaison du bras liée à l'ouverture de la fente sont bien reproduites, conformément aux déformations observées.

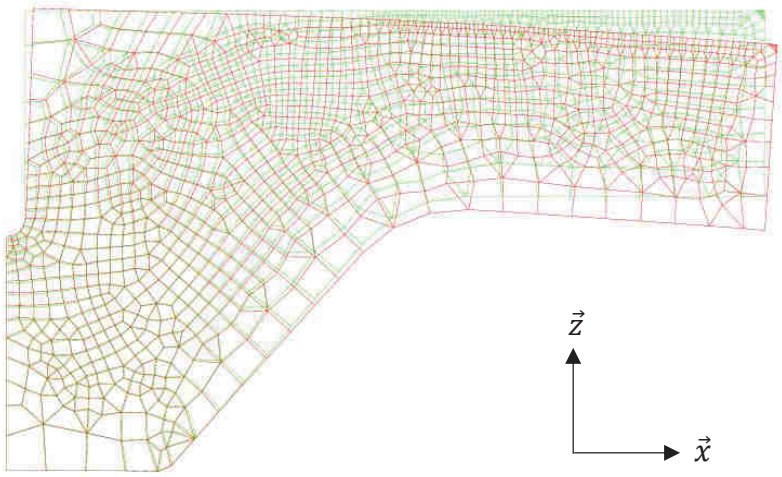


Figure IV-29 : Superposition de la géométrie initiale (en vert) et de la géométrie du bras déformé après 877 394 s, obtenu avec le modèle anisotherme

Le champ de contraintes calculé dans le modèle en deux dimensions est comparé au modèle en trois dimensions présenté précédemment (voir Figure IV-30). Les zones de concentrations de contraintes en traction et en compression identifiées par les deux modèles sont cohérentes.

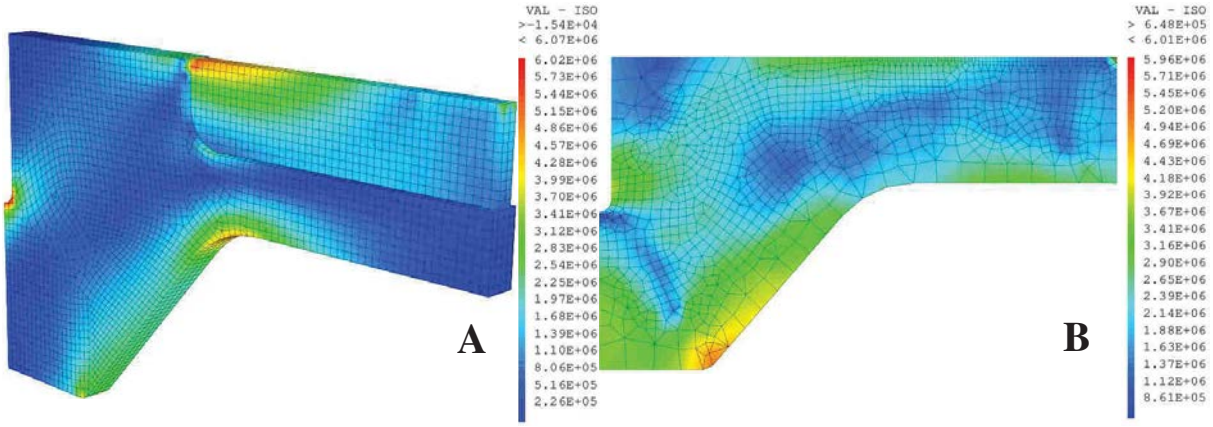


Figure IV-30 : Champs de contraintes de Von Mises calculés [A] pour le modèle élastique en trois dimensions (cf. chapitre 3) et [B] pour le modèle de fluage proposé en deux dimensions

Une fois la géométrie établie et le champ de contrainte validé, l'application des deux modèles correspondant au vieillissement isotherme et au vieillissement lors de cycles de 2h, permet de calculer les déformations du bras.

De même que pour les déformations des bras en service, nous souhaitons déterminer la flèche des bras liée à la flexion, et donc soustraire l'inclinaison des bras ici liée à l'ouverture de la fente. Pour cela, dans les calculs suivants, la fente est considérée comme bloquée mécaniquement. Ainsi la flèche mesurée en bout de bras est uniquement due à la flexion du bras comme illustré en Figure IV-31.

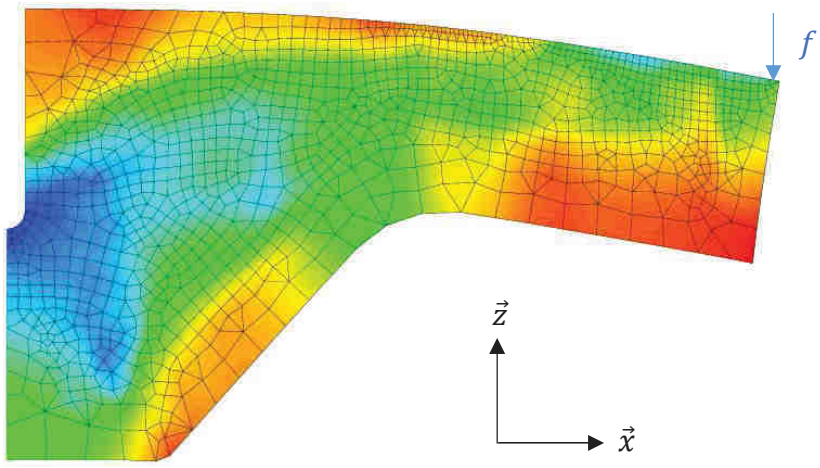


Figure IV-31 : Déformation du bras obtenue par le calcul lors de la simulation du fluage avec la fente bloquée selon l'axe $\vec{z}$

Les calculs menés dans ces conditions mettent en évidence une évolution du champ de contrainte au cours du temps. D'une part, la contrainte effective évolue au fur et à mesure en fonction de la contrainte seuil, liée à la formation de phase σ. Et d'autre part, la modification de la géométrie due aux déformations entraîne une modification de la distribution du champ de contraintes (cf. Figure IV-32). Ces observations donnent un intérêt supplémentaire au calcul par éléments finis qu'il conviendrait cependant d'affiner en 3D si besoin.

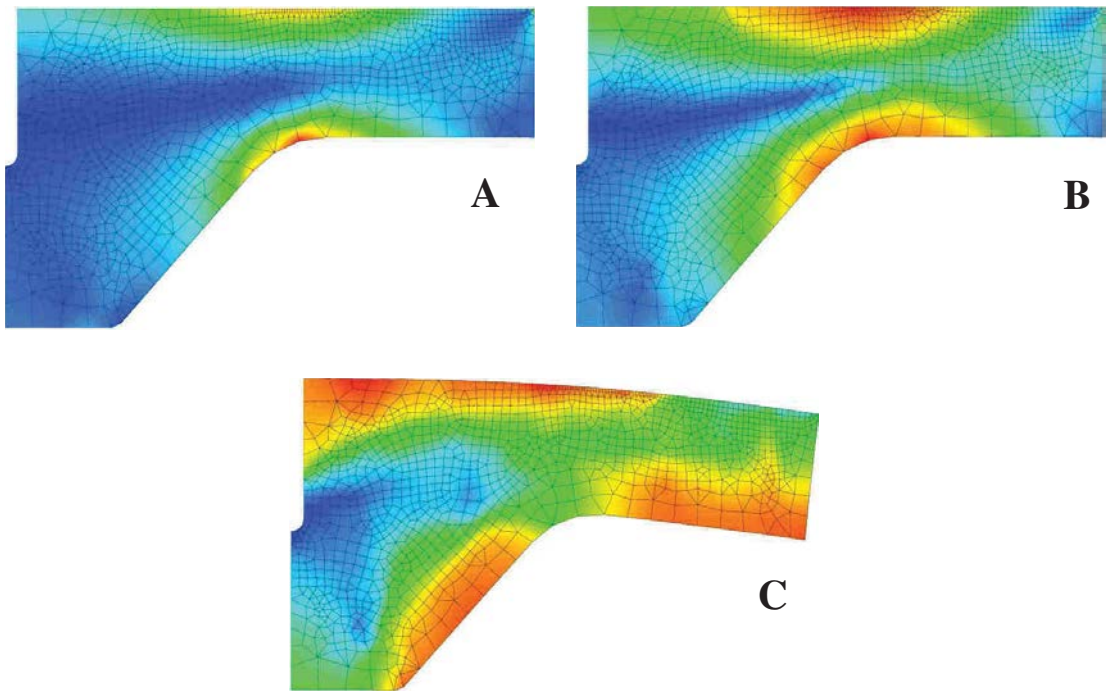


Figure IV-32 : Calcul du camp de contrainte de Von Mises dans les conditions isothermes aux temps : [A] 1000s, [B] 6,7.10^5 s, et [C] 3,2.10^6 s

La déformation des bras a été calculée pour un vieillissement isotherme et un vieillissement anisotherme. Les résultats sont tracés en Figure IV-33. La différence entre les deux déformations calculées est très marquée : la cinétique de formation de la phase σ beaucoup plus

lente dans le cas isotherme entraîne une augmentation de la vitesse de déformation plus tardive. La déformation cumulée est ainsi plus faible, la différence entre les deux cas traités étant supérieure à 2 cm pendant une grande partie de la durée de vie du composant.

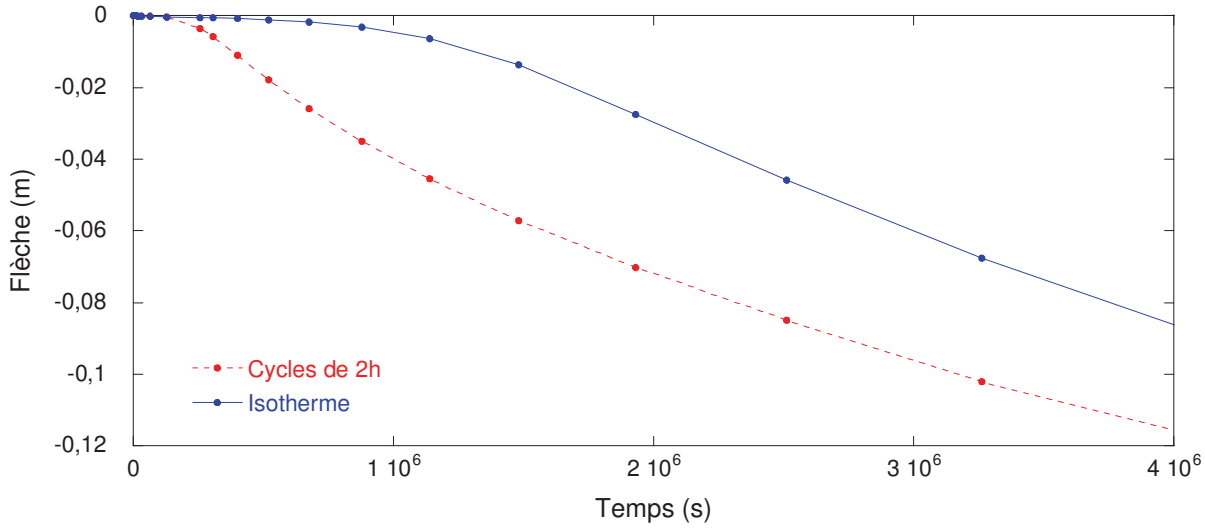


Figure IV-33 : Evolution de la flèche calculée en fonction du temps, dans les conditions isothermes et cycliques. Les pas de temps calculés sont indiqués par les marqueurs

Les résultats de ces calculs sont cohérents avec les résultats des essais de fluage présentés précédemment. La vitesse de déformation, lente à l'état initial accélère ensuite progressivement avec le vieillissement, passant de $10^{-9}\ s^{-1}$ à $10^{-8}\ s^{-1}$.

VI.2.3. Comparaison avec déformation des bras mesurées *in-situ*

Les mesures des déformations des bras réalisées permettent de comparer les résultats de ces calculs aux déformations dans les conditions de service. Après 86 cycles en service, une flèche de 26,18 mm a été mesurée, en moyenne sur les 4 bras d'un outillage.

Le temps cumulé à 870°C est dans ce cas de : $t = 86 \times 2h10 = 670\ 800\ s$. La flèche calculée est alors de 27,2 mm dans le cas anisotherme. Un très bon accord est ainsi obtenu entre les mesures des déformations des outillages et les déformations calculées à l'aide du modèle proposé, qui bien que simplifié en 2D semble performant. Pour la même durée de calcul, en condition isotherme, la flèche calculée est de seulement 1,73 mm. Ceci confirme la nécessité de prendre en compte non seulement le vieillissement, mais également le cyclage thermique et ses conséquences sur la cinétique de vieillissement.

L'évolution de la flèche mesurée sur la durée de vie du bras est comparée à la simulation en condition anisotherme en Figure IV-34. Les résultats sont conformes aux mesures, ce qui permet de valider le modèle et d'anticiper les déformations pour des durées en service plus longues.

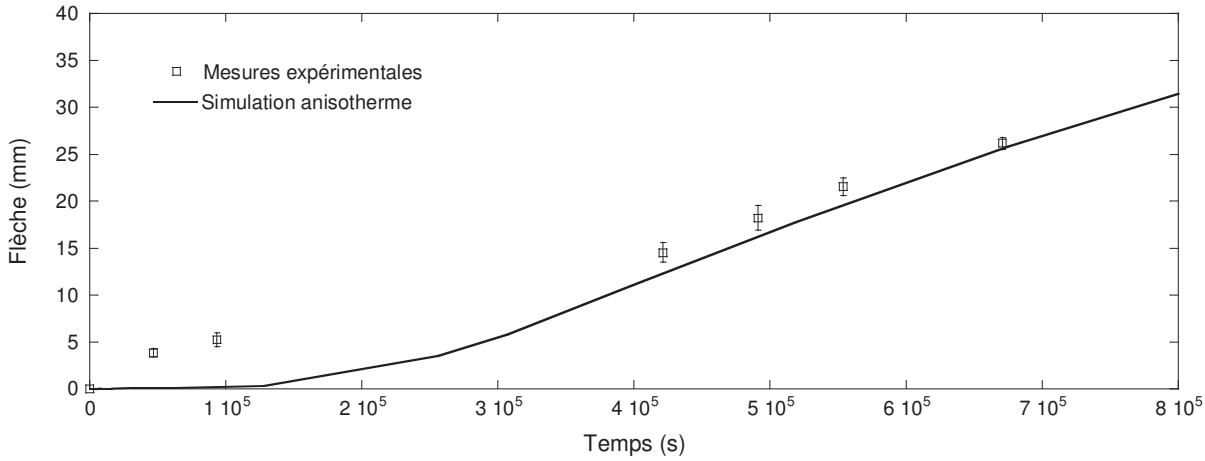


Figure IV-34 : Comparaison entre les déformations des bras mesurées et prédites par la simulation en conditions anisothermes

Références

[1] R. Yin (2005). *Corrosion Science,* **47**, p°1896-1910.

[2] R. C. Yin, I. M. Allam, A. Al-Farayedhi (2003). *Oxidation of Metals,* **60**, 3-4, p°315-333.

[3] A. J. Strutt, K. S. Vecchio (1999). *Metallurgical and Materials Transactions A,* **30**, 2, p°355-362.

[4] A. M. Brass, J. Chene (1998). *Materials Science and Engineering A,* **242**, p°210-221.

[5] A. F. Padilha, P. R. Rios (2002). *The Iron and Steel Institute of Japan,* **42**, 4, p°325-337.

[6] M. Fanfoni, M. Tomellini (1998). *Il nuovo cimento,* **20 D**, 7-8, p°1171-1182.

[7] J. Cieslak, B. F. O. Costa, S. M. Dubiel, D. Fruchart, N. E. Skryabina (2009). *Journal of Alloys and Compounds,* **467**, p°182-186.

[8] B. F. O. Costa, J. Cieslak, S. M. Dubiel (2013). *Materials Chemistry and Physics,* **143**, p°19-25.

[9] J. O. Andersson, T. Helander, L. Höglund, P. Shi, B. Sundman (2002). *Calphad,* **26**, 2, p°273-312.

[10] Thermo-Calc (2015). TCFE8-TCS Steels/Fe-Alloys Database v8.0 (Stockholm, Sweden).

[11] B. Weiss, R. Stickler (1972). *Metallurgical Transactions,* **3**, 4, p°851-866.

[12] V. Voigt (1910). Livre : *Lehrbuch der Kristallphysik.* (B.G. Teuber, Leipzig).

[13] A. Reuss (1929). Livre : *Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Mechanik*, p°49-58.

[14] T. J. Hirsch (1962). *Journal proceedings*, **59**, 3, p°427-452.

[15] American Iron and Steel Institute (2011). "High-Temperature Characteristics of Stainless Steels", A Designers' handbook series, n°9004.

Conclusions et perspectives

L'objectif de cette étude était de caractériser et de modéliser le comportement en fluage d'un acier inoxydable austénitique 310S, dans ses conditions d'emploi chez Safran Landing Systems. Il est utilisé pour la réalisation d'outillages et de parties internes de fours de traitement thermique, ce qui implique des conditions de chargement mécanique et thermomécanique cycliques, sous une atmosphère spécifique, enrichie en hydrogène et en carbone. Des vitesses de fluage, supérieures à celles issues de la littérature avaient été mises en évidence sur ces composants, et imputées aux conditions spécifiques de service.

Durant ces travaux, grâce à la conception et la mise en œuvre d'essais spécifiques, les vitesses de fluage du matériau ont pu être mesurées *in situ,* sans perturber la production. Les résultats ont ensuite été comparés à des tests de fluage réalisés au CIRIMAT afin d'explorer les causes de ce fluage accéléré. Des essais dédiés ont été réalisés pour identifier et comprendre les mécanismes en jeu, en utilisant les données acquises pendant la revue bibliographique. La température d'utilisation, de 870°C, nous a également amenés à considérer les évolutions métallurgiques du matériau au cours de sa durée de vie en service.

Dans un premier temps, une analyse microstructurale a permis de mettre en évidence une très forte hétérogénéité du matériau à l'état de réception. A cœur, la présence de rubans de ferrite δ, partiellement transformés en phase σ, et accompagnés de fortes hétérogénéités chimiques dans la matrice, a été observée. En surface, les hétérogénéités chimiques sont moindres et la précipitation des intermétalliques n'est pas observée, mais des contraintes résiduelles notables sont présentes avant la première remontée à 870°C. Le vieillissement à 870°C entraîne, comme attendu, la formation de carbures et de phase σ. Cette dernière provient, dans un premier temps, de la transformation de la ferrite δ. Elle est ensuite directement issue de l'austénite, ce qui est cohérent avec la littérature. A l'équilibre, une fraction volumique de phase σ supérieure à 10% est mesurée. Par ailleurs, un vieillissement accéléré a été observé sur des échantillons vieillis *in situ,* dans les conditions de service, vieillissement dont les causes ont donc été explorées via une analyse méthodique sous différentes conditions à 870°C. Cette étude nous a permis d'écarter l'influence de l'environnement et des contraintes mécaniques, dans la gamme de celles étudiées. En revanche, les traitements thermiques cycliques, réalisés entre la température ambiante et 870°C, ont mis en évidence des taux de phase σ supérieurs à ceux obtenus pour des traitements isothermes de durée équivalente. Le cyclage thermique apparaît donc comme le paramètre majeur influant sur la cinétique des transformations de phases qui accompagnent le vieillissement. Son effet a donc été quantifié via des essais dédiés en laboratoire. Ces derniers donnent des résultats en parfait accord avec ceux obtenus sur les échantillons et composants traités in situ.

De manière plus spécifique, des calculs de cinétique de transformation de phase et des mesures expérimentales par analyses d'images indiquent que ce cyclage, à 870°C, affecte la cinétique de germination des précipités mais pas leur croissance. Cette étude présente donc des résultats originaux car le cyclage thermique est bien souvent non pris en compte dans des études similaires.

Les évolutions métallurgiques notables du matériau au cours de sa durée de vie influencent son comportement en fluage. Dans la gamme des contraintes ciblées par cette application, c'est-à-dire inférieure à 10 MPa, les vitesses de fluage de la microstructure vieillie sont supérieures à celles à l'état de réception, et ce d'un facteur supérieur à 10.

Le cyclage thermique seul, pour un état métallurgique stabilisé, n'affecte pas les vitesses de déformation au vu des résultats expérimentaux. Seul son impact sur le vieillissement en fait indirectement un paramètre modifiant le comportement mécanique. Les effets de l'atmosphère sur les propriétés en fluage ont également été investigués : des teneurs variables en oxygène, en carbone, et en hydrogène ont été comparées. Les résultats obtenus n'indiquent pas d'effet notable, dans les conditions testées, sur la résistance au fluage.

Ainsi, parmi les paramètres envisagés, le vieillissement a été identifié comme le seul facteur majeur induisant, à 870°C, une diminution de la résistance au fluage de cet acier. Son effet sur les propriétés élastiques, supposées isotropes, et sur celles en fluage, a donc été investigué pour différents états métallurgiques. Durant ces caractérisations, la fraction volumique de phase σ a été considérée comme le paramètre adéquat indicateur de l'état de vieillissement du matériau. Le fluage primaire étant négligeable dans les conditions testées, la relation entre la vitesse de fluage secondaire et la contrainte, à 870°C, a été mesurée expérimentalement pour différentes microstructures intermédiaires. Les résultats obtenus mettent en évidence deux points intéressants : d'une part, une diminution des vitesses de fluage est observée au début du vieillissement, suivie d'une augmentation lorsque la fraction volumique de phase σ formée dépasse 3% ; d'autre part, la vitesse de déformation n'évolue plus lorsque la fraction volumique de phase σ est supérieure à 8%. Or cette fraction seuil correspond à la limite à partir de laquelle les carbures $M_{23}C_6$, déstabilisés par la formation de phase σ, ne sont plus présents qu'en très faible quantité. Ces deux résultats laissent supposer que les paramètres influant sur les vitesses de fluage du matériau sont donc la fraction de phase σ mais également la fraction de carbures. De plus, il apparaît que la précipitation durcissante de la phase σ ne suffit pas à compenser la dissolution des carbures $M_{23}C_6$.

L'ensemble des résultats des essais de fluage réalisés nous a permis de proposer un modèle de fluage, basé sur une loi de Norton à seuil. Celle-ci semble suffisante dans le cadre de cette étude qui ne nécessite pas une modélisation précise des contraintes mécaniques pendant le cyclage thermique. Les paramètres de la loi de Norton ont été déterminés pour différents vieillissements. Les vitesses de fluage peuvent ainsi être prédites, dans le cas de sollicitations thermomécaniques isothermes ou cycliques. Ce résultat est obtenu en couplant le modèle de comportement en fluage à une modélisation de la cinétique de précipitation de la phase σ. Ceci nous permet de proposer un modèle prédictif, autorisant le calcul des déformations des outillages de traitement thermiques dans les conditions spécifiques. Une méthode de

dimensionnement adaptée a ainsi été mise en place, permettant de prédire la durée de vie en fluage des composants.

L'accélération de la cinétique de germination de la phase σ par le cyclage thermique apparait comme un phénomène intéressant qui pourra être exploré pour d'autres températures, et pour différentes vitesses de montée et descente en température. Cette perspective pourrait être envisagée et couplée à une étude thermodynamique plus poussée sur les causes de ce phénomène. De même, l'influence du vieillissement sur le comportement en fluage des aciers inoxydables est peu abordée dans la littérature. Or nous avons montré que ce phénomène ne peut être négligé au cours de la durée de vie des structures utilisées à haute température.

La durée de vie des composants étudiés peut être améliorée selon deux axes de travail au vu de ces résultats. D'une part, il apparaît clairement que la qualité du matériau est bien en deçà de celle qui pourrait être obtenue. En assurant un suivi de l'approvisionnement, et des traitements thermomécaniques optimaux, les microstructures pourraient être améliorées. De même, d'autres nuances d'aciers inoxydables austénitiques, renforcés par des additions de titane ou de niobium, sont connues pour leur bonne résistance à l'environnement et au fluage. Néanmoins leur coût, de même que l'investissement nécessaire pour obtenir un alliage de meilleure qualité, ne sont pas directement rentables dans le cadre de cette application. D'autre part, les modèles métallurgiques et mécaniques proposés permettent d'estimer le gain en durée de vie associé à des modifications de la géométrie. Ces modifications générant également un coût supplémentaire, la rentabilité de ces modifications doit être étudiée en fonction de l'augmentation de la durée de vie autorisée.

Annexe A1 : Discussion sur les dispositifs expérimentaux utilisés pour les essais de fluage

Lors de cette étude, deux installations différentes ont été utilisées pour caractériser le comportement mécanique de l'alliage en fluage entre 650°C et 870°C. Ces deux moyens expérimentaux, présentés dans le chapitre 2, diffèrent fortement. Il importait donc de vérifier la cohérence des résultats obtenus, ce que nous avons fait pour le matériau P20-*Support*-257cyc. Les vitesses de fluage secondaire, mesurées à 870°C pour une large gamme de chargement, et suivies par extensométrie laser, sont comparées en Figure 1. L'équipement utilisé ne semble pas avoir un effet notable, et ce sur la large gamme de contraintes étudiée.

Ceci permet de valider les résultats obtenus en parallèle sur les deux appareils.

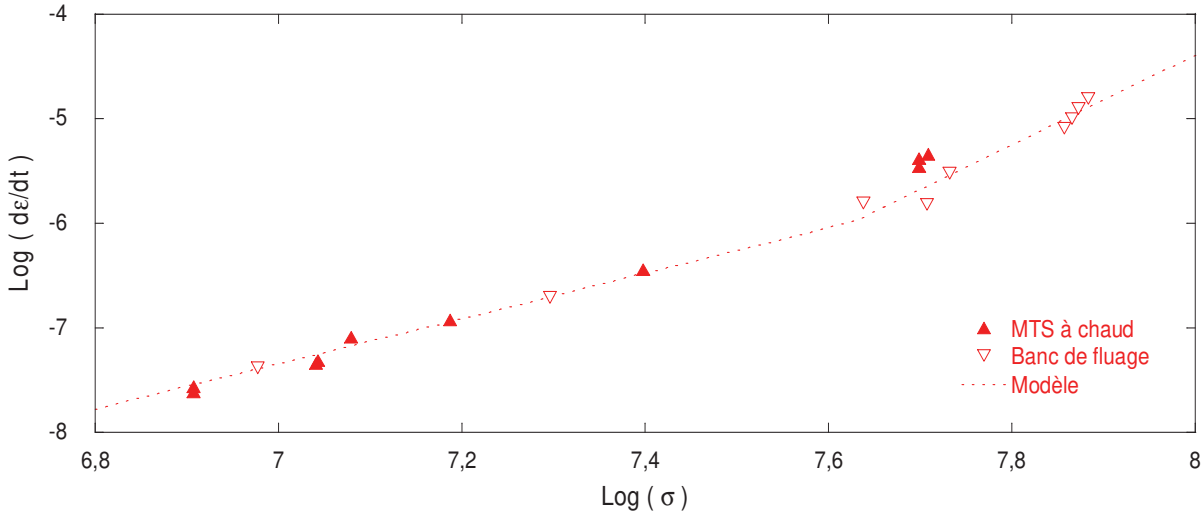


Figure 1 : Comparaison des résultats obtenus à 870°C par les deux moyens expérimentaux utilisés. La ligne en pointillés indique la modélisation retenue issue de l'ensemble des résultats (cf. Figure III-66)

Un second point a été investigué, il est lié à la régulation thermique qui diffère entre les fours des deux bancs utilisés pour les essais de fluage. Or la déformation de fluage est très sensible à la température et donc à l'homogénéité de la température sur le fut de l'éprouvette. Le four du banc de fluage utilise 4 lampes centrées au niveau de la zone utile de l'éprouvette, et faisant toute la hauteur du four ; à l'inverse, le four de la MTS à chaud utilise 3 étages de chauffage distincts, asservis chacun sur un thermocouple placé à une hauteur différente sur l'éprouvette. Les problèmes liés à chacun de ces appareils sont les suivants :

- Sur le banc de fluage, un écart de température est systématiquement relevé entre le thermocouple pilote et le thermocouple de contrôle. Afin de se placer dans le cas le plus défavorable, i.e. la température la plus élevée, le thermocouple pilote est placé sur le bas de la longueur utile de l'éprouvette, et le thermocouple de contrôle, permettant d'évaluer l'écart de température, est placé à l'opposé sur la partie supérieure de l'éprouvette. Le critère pour valider un essai a été fixé à $\Delta T = \pm 9°C$ soit 1% d'erreur relative sur la consigne. La température sur le fût de l'éprouvette est donc

systématiquement comprise entre 870°C et 879°C sur l'ensemble du fut. Cet écart est relativement important pour un essai de fluage, d'où les vérifications faites en Figure 1 sur l'impact sur la vitesse moyenne de déformation de la zone utile. Cependant ce banc permet de faire des essais longs à faible charge (4 MPa) donc faible vitesse de déformation ($10^{-10}s^{-1}$).

- Sur la MTS à chaud, des difficultés techniques sont rencontrées lors de la réalisation d'essais à 870°C pour des durées supérieures à 6h. Il est alors nécessaire de brider la puissance des lampes de l'étage inférieur afin de préserver la cellule de force d'un chauffage excessif et de pouvoir étendre la durée des essais à plusieurs jours. La température de la partie inférieure du fut de l'éprouvette est alors inférieure à la consigne, avec en moyenne un écart de 10°C lorsque la consigne est de 870°C. La température sur les deux tiers supérieurs du fut de l'éprouvette est en revanche parfaitement asservie et l'écart à la consigne est inférieure à un degré. Le critère de validation d'un essai correspond à une température supérieure à 855°C sur la partie inférieure de l'éprouvette.

Il est donc possible, entre 2 essais à 870°C d'avoir, sur la zone utile de l'éprouvette, un écart de 24°C entre le point le plus froid sur un dispositif et le point le plus chaud sur l'autre dispositif. Cette valeur est notable, mais il s'agit de l'écart entre les extrêmes, et l'écart sur les températures moyennes sur les futs des éprouvettes est très nettement inférieur. La très bonne cohérence des résultats illustrée sur la figure précédente permet de valider ces essais avec ces intervalles de températures.

Annexe A2 : Essais de fluage séquentiels

Lors de certains essais de fluage, 3 contraintes ont été testées successivement. Cette méthode permet d'enchainer les essais, en gagnant du temps sur la mise en place des tests et en économisant des éprouvettes. Elle a parfois été utilisée dans le cadre de cette étude, étant donné l'objectif de caractériser le fluage secondaire. Le fluage primaire, modifié dans ce cas en raison du chargement précédent, n'a pas été étudié, et le fluage tertiaire jamais atteint (déformations inférieures à 5% pour tous ces essais). Néanmoins, cette méthodologie est validée par la comparaison avec des résultats obtenus lors d'essais de fluage classique, avec un seul chargement. La comparaison est illustrée en Figure 2.

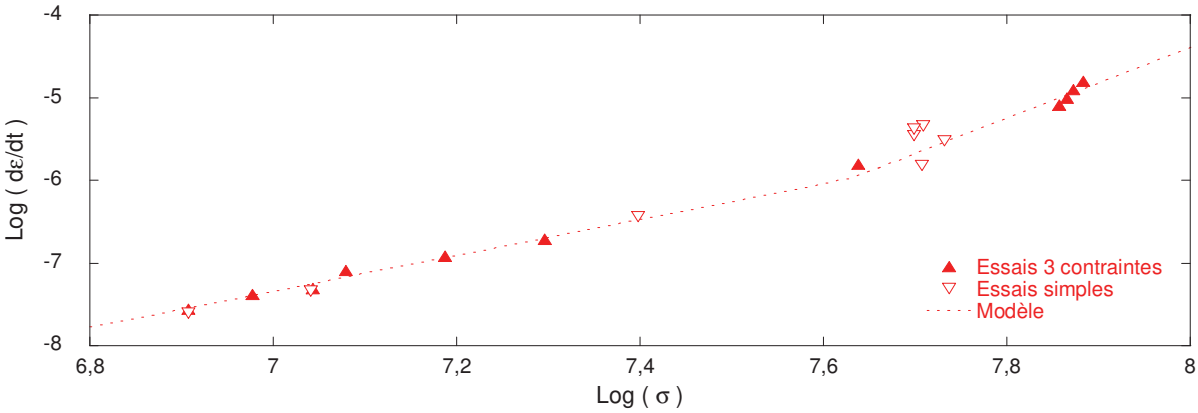


Figure 2 : Comparaison des résultats obtenus à 870°C par les deux méthodes employées, avec le modèle déduit de l'ensemble des résultats (cf. Figure III-66)

L'application successive de trois niveaux de contraintes n'influence pas la vitesse de fluage secondaire. Ce résultats est valable dans le cas de l'acier 310S testé à 870°C entre 5 et 70 MPa.

Annexe B : Extensométrie

L'utilisation de la caméra Keyence comme moyen de métrologie n'est pas triviale. Deux méthodes d'analyse des données ont été utilisés. Ces deux méthodologies, présentées dans le chapitre 2 en (§ 6.2.2) (l'illustration utilisée est reportée en Figure 3). Elles consistent à considérer l'espace entre deux bandes successives, ou l'espace entre le milieu de deux bandes successives. Ces méthodes, respectivement nommées « Keyence I » et « Keyence D », ont été utilisées en parallèle au cours de cette étude.

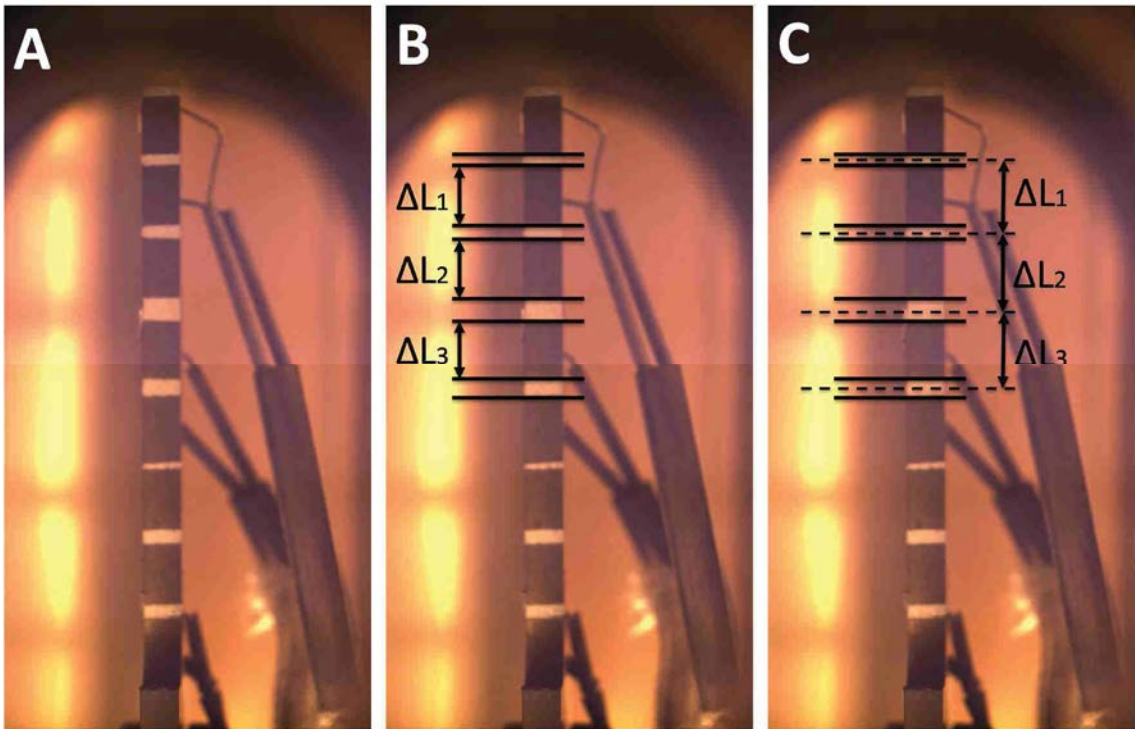


Figure 3 : [A] Eprouvette de fluage avec « zébrage » à l'alumine permettant la mesure de l'allongement local en différentes endroits de la zone utile de l'éprouvette à l'aide d'une caméra Keyence. Schématisation des deux méthodes d'analyse possibles : [B] mesure des intervalles entre bandes, « Keyence I » et [C] des intervalles entre les centres de deux bandes successives « Keyence D »

L'ensemble des résultats obtenus par ces deux méthodes, sur le P20-*Support*-257cyc, sont comparés au modèle de Norton proposé d'après l'ensemble des résultats. Dans les deux cas, la déformation utilisée est la moyenne de la déformation mesurée sur chaque segment. Il apparait que la méthode « Keyence I » est celle qui présente la meilleure correspondance avec les données obtenues par extensométrie laser directe (présentée au chapitre 2).

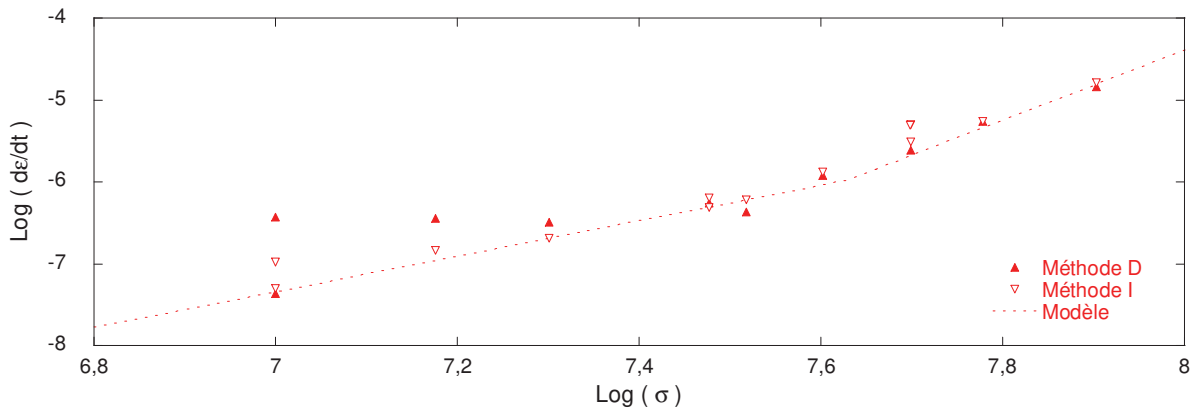


*Figure 4 : Comparaison, à 870°C, pour le matériau P20-*Support*-257cyc des résultats obtenus par les deux méthodes proposées, avec le modèle déduit de l'ensemble des résultats*

Concernant les essais pour lesquels la caméra Keyence était l'unique moyen de métrologie, c'est donc les données obtenues par la méthode de mesure des intervalles entre deux bandes qui a été retenue car elle donne les résultats les moins bruités et les moins dispersés.

Annexe C : Liste des essais de fluage réalisés

Notations utilisées

Matériel

- MTS : essais réalisés sur la MTS à chaud
- BcFlu : essais réalisés sur le banc de fluage

Atmosphère

- Air : essais réalisés sous air
- Vide : essais réalisés sous vide secondaire, inférieure à 5.10^{-5} bar
- Ar + H2 : essais réalisés sous argon hydrogéné à 5%

Métrologie :

- Laser : Mesure de la déformation par interception de la nappe de laser par des drapeaux en FeCrAl soudés sur les têtes de l'éprouvette
- Keyence : Mesure de la déformation par analyse d'images obtenues à l'aide de la caméra Keyence, méthode des intervalles entre bandes, voir annexe B

L'ensemble des essais de fluage réalisés et les résultats obtenus sont détaillés dans les tableaux ci-dessous. Les contraintes sont données en MPa et les vitesses de déformations, correspondant à la vitesse de fluage secondaire, sont données en s^{-1}. Le matériel, l'atmosphère et le moyen de métrologie utilisés sont également précisés, suivant les notations présentées précédemment.

1) P20-B

▪ Essais à 650°C

Eprouvette	Contrainte	dε/dt	Matériel	Atmosphère	Métrologie	Log(σ)	Log(dε/dt)
A08	155,0	5,00E-07	MTS	Air	Laser	8,19	-6,30
A10	130,0	3,30E-07	MTS	Air	Laser	8,11	-6,48
A12	101,5	2,10E-08	MTS	Air	Laser	8,00	-7,67

▪ Essais à 870°C

AIR

Eprouvette	Contrainte	dε/dt	Matériel	Atmosphère	Métrologie	Log(σ)	Log(dε/dt)
B11	7,8	1,10E-09	BcFlu	Air	Laser	6,89	-8,96
B03	8	3,04E-09	BcFlu	Air	Laser	6,90	-8,52
C15	18,6	2,55E-08	MTS	Air	Laser	7,27	-7,59

B15	29,3	1,54E-07	MTS	Air	Laser	7,47	-6,81
B14	52,9	3,66E-06	MTS	Air	Laser	7,72	-5,44
C05	53	3,15E-06	MTS	Air	Laser	7,72	-5,50
B07	81,2	1,09E-04	MTS	Air	Laser	7,91	-3,96
B08	100	4,00E-04	MTS	Air	Laser	8,00	-3,40

SOUS VIDE

Eprouvette	Contrainte	dε/dt	Matériel	Atmosphère	Métrologie	Log(σ)	Log(dε/dt)
C01	54	6,44E-05	MTS	Vide	Laser	7,73	-4,19
C02	53,6	7,02E-06	MTS	Vide	Laser	7,72	-5,15
C07	54	4,17E-06	MTS	Vide	Laser	7,73	-5,38

ARGON HYDROGÉNÉ

Eprouvette	Contrainte	dε/dt	Matériel	Atmosphère	Métrologie	Log(σ)	Log(dε/dt)
B16	54,3	2,50E-06	MTS	Ar+H2	Laser	7,73	-5,60
C03	54	6,96E-06	MTS	Ar+H2	Laser	7,73	-5,16
C04	50,8	4,75E-06	MTS	Ar+H2	Laser	7,71	-5,32
C06	48	3,45E-06	MTS	Ar+H2	Laser	7,68	-5,46
C09	15	2,37E-08	MTS	Ar+H2	Keyence D	7,18	-7,63
C09	25	2,56E-07	MTS	Ar+H2	Keyence D	7,40	-6,59
C09	40	1,32E-06	MTS	Ar+H2	Keyence D	7,60	-5,88
C09	15	2,08E-08	MTS	Ar+H2	Keyence I	7,18	-7,68
C09	25	2,43E-07	MTS	Ar+H2	Keyence I	7,40	-6,61
C09	40	1,24E-06	MTS	Ar+H2	Keyence I	7,60	-5,91
C11	6,05	1,99E-10	MTS	Ar+H2	Laser	6,78	-9,70
C11	12,07	5,52E-09	MTS	Ar+H2	Laser	7,08	-8,26
C11	19,46	4,19E-08	MTS	Ar+H2	Laser	7,29	-7,38

2) P20-*Support*-257cyc

- Essais à 650°C

Eprouvette	Contrainte	dε/dt	Matériel	Atmosphère	Métrologie	Log(σ)	Log(dε/dt)
VB14	30,5	9,08E-11	MTS	Air	Laser	7,48	-10,04
VB14	40,7	1,22E-09	MTS	Air	Laser	7,60	-8,91
VB14	60,3	5,35E-09	MTS	Air	Laser	7,78	-8,27
VA16	35,9	2,33E-09	BcFlu	Air	Laser	7,55	-8,63
VA16	51,8	4,94E-09	BcFlu	Air	Laser	7,71	-8,30
VA16	73,9	1,43E-08	BcFlu	Air	Laser	7,86	-7,84

- Essais à 760°C

Eprouvette	Contrainte	dε/dt	Matériel	Atmosphère	Métrologie	Log(σ)	Log(dε/dt)
VA17	15,8	2,62E-08	BcFlu	Air	Laser	7,20	-7,58
VA17	26,1	6,40E-08	BcFlu	Air	Laser	7,42	-7,19
VA17	44,1	2,07E-07	BcFlu	Air	Laser	7,64	-6,68
VB18	18,9	3,07E-08	MTS	Air	Laser	7,28	-7,51
VB18	34,3	9,61E-08	MTS	Air	Laser	7,54	-7,02
VB18	66,3	7,50E-07	MTS	Air	Laser	7,82	-6,12

- Essais à 870°C

AIR

Eprouvette	Contrainte	dε/dt	Matériel	Atmosphère	Métrologie	Log(σ)	Log(dε/dt)
VA07	9,5	4,20E-08	BcFlu	Air	Laser	6,98	-7,38
VA07	19,8	1,95E-07	BcFlu	Air	Laser	7,30	-6,71
VA07	43,5	1,57E-06	BcFlu	Air	Laser	7,64	-5,80
VA09	12	8,15E-08	MTS	Air	Laser	7,08	-7,09
VA09	15,4	1,21E-07	MTS	Air	Laser	7,19	-6,92
VA09	25	3,60E-07	MTS	Air	Laser	7,40	-6,44
VB08	51,2	4,62E-06	MTS	Air	Laser	7,71	-5,34
VB09	50	3,44E-06	MTS	Air	Laser	7,70	-5,46
VB10	50	4,13E-06	MTS	Air	Laser	7,70	-5,38
VB11	51	1,50E-06	BcFlu	Air	Laser	7,71	-5,82
VB11	54	3,00E-06	BcFlu	Air	Laser	7,73	-5,52
VB14	72	8,05E-06	BcFlu	Air	Laser	7,86	-5,09
VB14	73,5	1,01E-05	BcFlu	Air	Laser	7,87	-5,00
VB14	74,7	1,26E-05	BcFlu	Air	Laser	7,87	-4,90
VB14	76,5	1,60E-05	BcFlu	Air	Laser	7,88	-4,80
VB38	5,09	1,02E-08	MTS	Air	Laser	6,71	-7,99
VB39	5,61	1,60E-08	MTS	Air	Laser	6,75	-7,80
VB41	5,08	1,21E-08	MTS	Air	Laser	6,71	-7,92
VB41	8,08	2,75E-08	MTS	Air	Laser	6,91	-7,56
VB41	11,04	4,89E-08	MTS	Air	Laser	7,04	-7,31
VB42	8,09	2,47E-08	MTS	Air	Laser	6,91	-7,61
VB42	11	4,54E-08	MTS	Air	Laser	7,04	-7,34

ARGON HYDROGÉNÉ 5%

Eprouvette	Contrainte	dε/dt (s^{-1})	Matériel	Atmosphère	Métrologie	Log(σ)	Log(dε/dt)
VB46	5	1,20E-08	MTS	Ar+H2	Laser	6,70	-7,92
VB46	8,03	3,37E-08	MTS	Ar+H2	Laser	6,90	-7,47
VB28	10	4,32E-08	MTS	Ar+H2	Keyence D	7,00	-7,36
VB28	10	1,04E-07	MTS	Ar+H2	Keyence I	7,00	-6,98
VB31	10	5,06E-08	MTS	Ar+H2	Keyence I	7,00	-7,30
VB46	10,96	5,27E-08	MTS	Ar+H2	Laser	7,04	-7,28
VB25	15	1,43E-07	MTS	Ar+H2	Keyence I	7,18	-6,84
VB31	20	4,72E-07	MTS	Ar+H2	Keyence D	7,30	-6,33
VB31	30	6,47E-07	MTS	Ar+H2	Keyence I	7,48	-6,19
VB22	40	1,20E-06	MTS	Ar+H2	Keyence D	7,60	-5,92
VB22	40	1,31E-06	MTS	Ar+H2	Keyence I	7,60	-5,88
VB23	50	2,47E-06	MTS	Ar+H2	Keyence D	7,70	-5,61
VB23	50	3,07E-06	MTS	Ar+H2	Keyence I	7,70	-5,51
VB24	60	5,55E-06	MTS	Ar+H2	Keyence D	7,78	-5,26
VB24	60	5,48E-06	MTS	Ar+H2	Keyence I	7,78	-5,26
VA07	10,1	4,98E-08	MTS	Ar+H2	Laser	7,00	-7,30
VA07	20,5	1,82E-07	MTS	Ar+H2	Laser	7,31	-6,74
VA07	42	1,15E-06	MTS	Ar+H2	Laser	7,62	-5,94

CYCLAGE THERMIQUE

Eprouvette	Contrainte	dε/dt	Matériel	Atmosphère	Métrologie	Log(σ)	Log(dε/dt)
VA5	5,7	2,77E-08	BcFlu	Air	Laser	6,76	-7,56
VA5	8,7	5,46E-08	BcFlu	Air	Laser	6,94	-7,26
VB27	20	1,37E-07	BcFlu	Air	Laser	7,30	-6,86
VB19	30	6,70E-07	BcFlu	Air	Laser	7,48	-6,17
VB30	40	5,70E-06	BcFlu	Air	Laser	7,60	-5,24

3) Vieillissements intermédiaires

Eprouvette	Vieillisse-ment	Fraction phase σ	Contrainte seuil	Contrainte	dε/dt	Log(σ)	Log(dε/dt)
[A]	3 jours	2,2	6,5	8,08	4,5E-10	6,91	-9,34
[A]	3 jours	2,2	6,5	11,11	2,1E-09	7,05	-8,69
[A]	3 jours	2,2	6,5	15,14	1,1E-08	7,18	-7,96
[B]	5 jours	3,5	6,3	6,10	3,2E-10	6,79	-9,49
[B]	5 jours	3,5	6,3	8,52	1,5E-09	6,93	-8,82

[B]	5 jours	3,5	6,3	10,55	3,5E-09	7,02	-8,46
[B]	5 jours	3,5	6,3	15,14	1,7E-08	7,18	-7,78
[C]	11 jours	4	6	7,85	1,6E-09	6,89	-8,80
[C]	11 jours	4	6	10,67	6,6E-09	7,03	-8,18
[C]	11 jours	4	6	14,57	2,1E-08	7,16	-7,67
[C]	11 jours	4	6	15,01	2,4E-08	7,18	-7,63
[D]	20 jours	5,8	4,5	7,91	8,8E-09	6,90	-8,05
[D]	20 jours	5,8	4,5	10,98	2,4E-08	7,04	-7,62
[D]	20 jours	5,8	4,5	15,06	5,7E-08	7,18	-7,24
[E]	60 jours	7,5	3,6	8,36	3,0E-08	6,92	-7,53
[E]	60 jours	7,5	3,6	11,67	4,9E-08	7,07	-7,31
[E]	60 jours	7,5	3,6	15,96	1,2E-07	7,20	-6,94

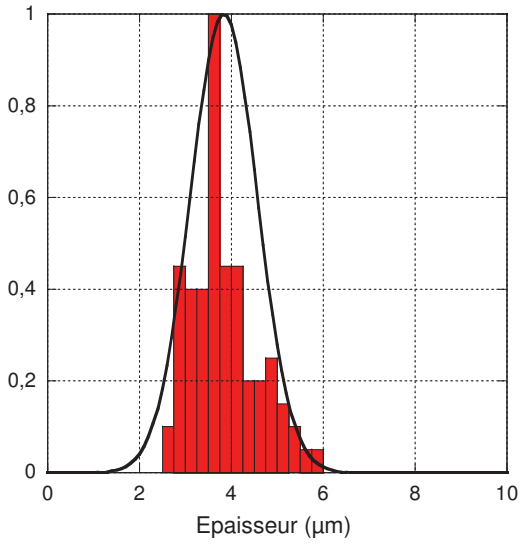
Annexe D : Détail des mesures sur l'épaississement des bandes de phase σ

La méthode utilisée pour la détermination expérimentale de la vitesse de croissance de l'interface γ/σ a été présentée dans le chapitre 2 (§ II.5.2.3). La synthèse des résultats (chapitre 2, § I.4.1.1), correspondent à une étude statistique de l'épaisseur d'un panel de 100 bandes minimum.

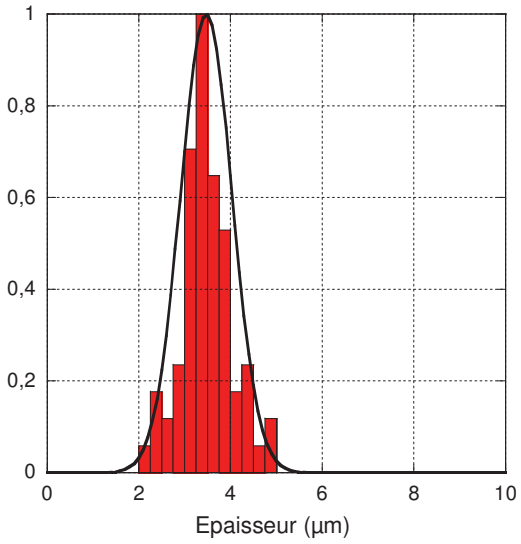
L'ensemble des mesures effectuées est représenté dans les histogrammes suivants. L'écart-type et la moyenne de chacune des séries de mesures ont été utilisés pour tracer les lois normales correspondantes. L'axe des abscisses représente l'épaisseur des bandes de phase σ, l'axe des ordonnées a été normalisé par rapport à la fréquence maximale pour chaque série.

➢ Vieillissements isothermes

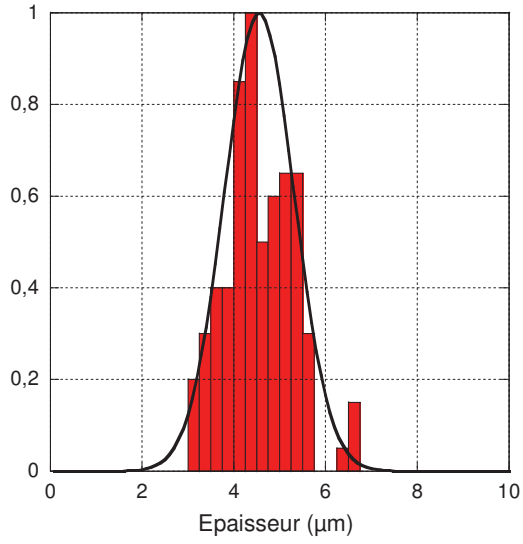
- Brut : P20-*B*



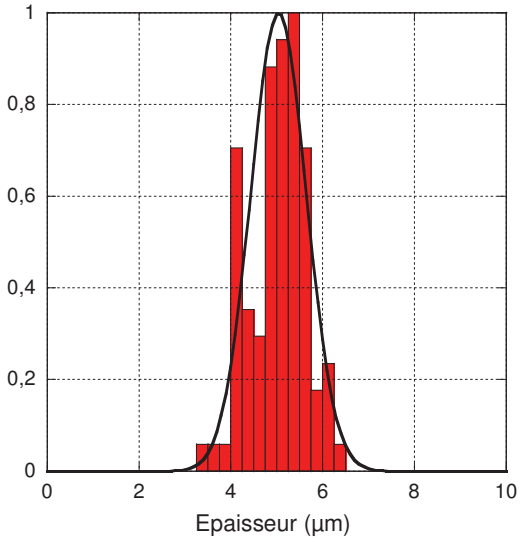
- 9 jours : P20-V_I-9J



- 40 jours : P20-V_I-40J

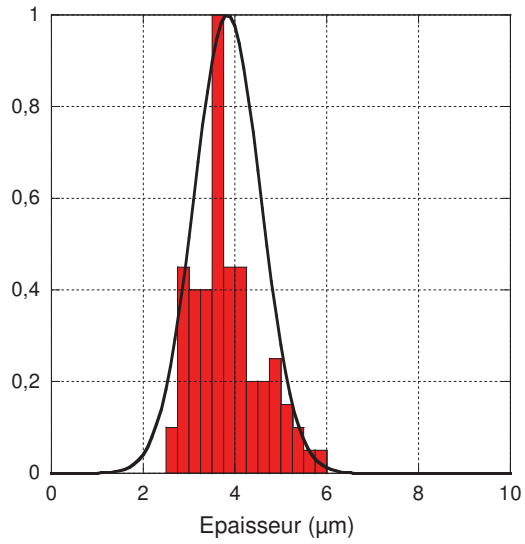


- 60 jours : P20-V_I-60J

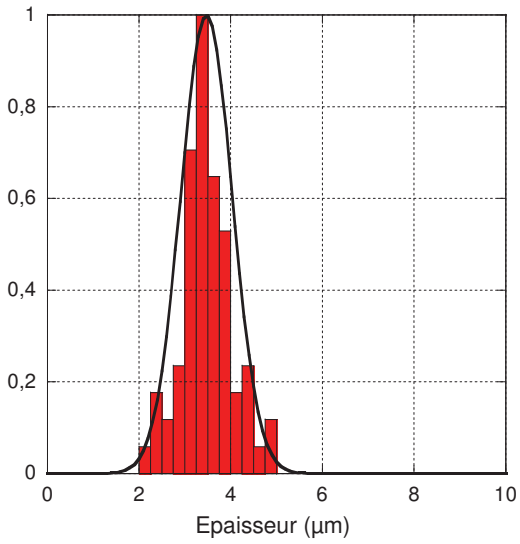


➢ Vieillissements cycliques

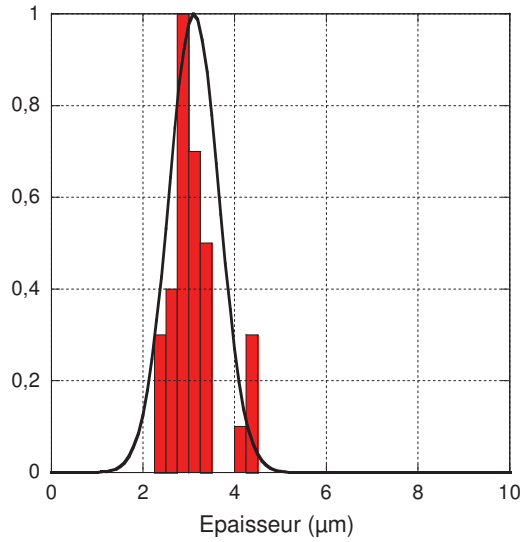
- Brut : P20-*B*

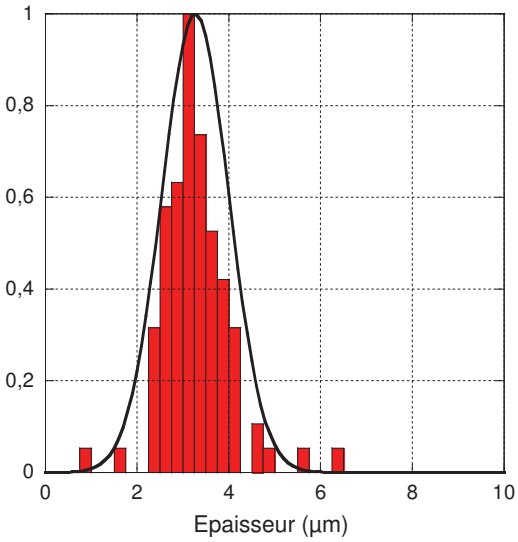


- 7 cycles : P20-V_C-7cyc

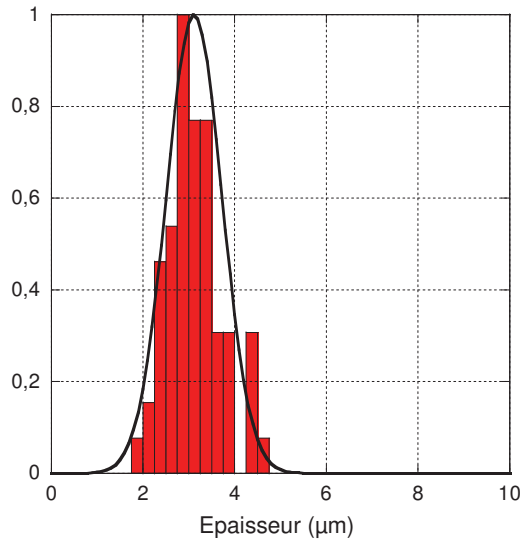


- 20 cycles : P20-V_C-20cyc
- 36 cycles : P20-V_C-36cyc





- 43 cycles : P20-V_C-43cyc



RÉSUMÉ

Cyclage thermomécanique d'un acier inoxydable austénitique à haute température : influence sur le vieillissement et le comportement mécanique. Caractérisations expérimentales et modélisations

Les aciers inoxydables austénitiques sont utilisés dans de nombreuses applications. L'alliage 310S possède des teneurs en chrome et en nickel particulièrement élevées qui lui confèrent une excellente résistance pour les utilisations à hautes températures. Néanmoins, pour des applications combinant cyclage thermique et chargement mécanique, la prédiction de la durée de vie des pièces est délicate. En effet, si de nombreuses données sont disponibles dans la littérature concernant le vieillissement et le fluage isotherme des aciers austénitiques, celles dédiées aux sollicitations couplées sont très rares et s'avèrent insuffisantes pour rendre compte des phénomènes macroscopiques observés industriellement. Une étude a donc été menée pour comprendre les mécanismes mis en jeu. Le vieillissement d'un acier 310S a été exploré pour plusieurs cycles thermiques à 870°C. Les microstructures obtenues ont été caractérisées par différents moyens expérimentaux. L'effet critique du cyclage thermique sur la germination et la croissance des précipités a été quantifié mettant en évidence une accélération de la germination de la phase sigma. D'autre part, des essais mécaniques à 20, 650, 780 et 870°C ont été réalisés sur une large plage de contraintes. Les résultats confirment la forte influence de la modification de la microstructure sur les propriétés élastiques et sur celles en fluage. L'augmentation conjointe du module d'Young, de la limite à rupture et des vitesses de fluage a été observée. La prédiction de la durée de vie de composants subissant des cyclages thermomécaniques doit donc tenir compte de l'évolution de la microstructure. Ces travaux aboutissent donc à une double modélisation qui permet, d'une part, de décrire la cinétique de transformation de phase et, d'autre part, de prédire les vitesses de fluage de l'acier 310S, en isotherme comme en cyclage thermomécanique, dans des conditions représentatives des conditions de service des pièces industrielles.

ABSTRACT

High temperature thermomechanical cycling of an austenitic stainless steel: influence on aging and mechanical behavior. Experimental characterizations and modelling

Austenitic stainless steels are widely used in industrial applications. 310S stainless steel has high chromium and nickel contents, providing a competitive mechanical behavior for high temperature utilizations. Nevertheless, lifetime prediction is difficult to assess under coupled mechanical and thermal solicitations. Many data are available on aging and isothermal creep of austenitic stainless steels, but few consider the coupled effect of multiple solicitations. These data are insufficient to explain industrial macroscopic observations. The aim of this study was thus to explore the involved mechanisms in such a case. 310S stainless steel aging was investigated under various thermal cycling solicitations at 870°C. The obtained microstructures were characterized by numerous experimental means. The effect of thermal cycling on nucleation and growth of sigma phase precipitates was quantified. The results of the present work revealed enhanced sigma phase nucleation in these non-isothermal conditions. In addition, mechanical tests were carried out at 20, 650, 780 and 870°C under a large range of stresses. The results highlight a noticeable influence of microstructural evolution on elastic and creep properties of this alloy. Simultaneous increases of Young modulus, rupture stress and creep rates were evidenced. It was thus evidenced that lifetime prediction of components under thermomechanical cycling must take into account the microstructure change during lifetime. Finally, two models were proposed in order to assess microstructural changes and creep behavior that apply to isothermal and thermomechanical cycling conditions mimicking in service conditions of industrial components.