HAL
open science

Etude de l'endommagement en fatigue thermique des aciers inoxydables F17TNb et R20-12 pour application automobile

Laurent Bucher

To cite this version:

Laurent Bucher. Etude de l'endommagement en fatigue thermique des aciers inoxydables F17TNb et R20-12 pour application automobile. Mécanique [physics.med-ph]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2004. Français. NNT : . tel-00163013

HAL Id: tel-00163013

https://pastel.hal.science/tel-00163013v1

Submitted on 16 Jul 2007

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

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

ECOLE DES MINES
DE PARIS

Collège doctoral

N° attribué par la bibliothèque
|__|__|__|__|__|__|__|__|__|__|

T H E S E

pour obtenir le grade de
Docteur de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris
Spécialité "Sciences et Génie des Matériaux"

soutenue publiquement par

Laurent BUCHER

Le 17 décembre 2004

ETUDE DE L'ENDOMMAGEMENT EN FATIGUE THERMIQUE DES ACIERS INOXYDABLES F17TNb ET R20-12 POUR APPLICATION AUTOMOBILE

Directeur de thèse : Luc REMY, ENSMP-CdM

Jury

Gérard BERANGER	UTC - Compiègne	Président
Jean Louis CHABOCHE	ONERA - Châtillon	Rapporteur
Henri Paul LIEURADE	CETIM - Senlis	Rapporteur
Antoine FISSOLO	CEA - Saclay	Examinateur
Pierre Olivier SANTACREU	Ugine & ALZ - Isbergues	Examinateur

Centre des Matériaux P.M. FOURT de l'Ecole des Mines de Paris,
B.P. 87, 91003 Evry Cedex

_____

Avant propos

Ce travail de doctorat a été réalisé sous convention CIFRE conjointement au *Centre des Matériaux* de l'Ecole des Mines de Paris et au sein d'Ugine & ALZ à Isbergues (62), groupe ARCELOR. Trois ans et deux mois m'ont été nécessaires pour en venir à bout.

Je tiens tout d'abord à remercier Jean Pierre TROTTIER, directeur du *Centre des Matériaux*, ainsi que Jacques CHARLES, directeur de la recherche d'Ugine & ALZ et Jean Hubert SCHMITT, responsable du Centre de Recherche d'Ugine & ALZ à Isbergues, pour m'avoir permis d'effectuer cette thèse.

Ensuite, je suis tout particulièrement reconnaissant envers mon directeur de thèse Luc REMY. Ses grandes compétences, son regard incisif et ses longues années d'expérience me furent très enrichissants. Je tiens également à remercier Pierre Olivier SANTACREU, mon responsable industriel, pour son accueil et pour le temps qu'il m'a consacré.

J'exprime aussi ma gratitude à toutes les personnes qui m'ont aidé à réaliser ce travail. Ainsi, merci à Farida ainsi qu'à Sylvain et mille mercis au groupe MPM du *Centre des Matériaux* - mon collège de bureau Alain, les deux Isabelle comme elles aiment être nommées, Nader, Yvon, Stéphane, Véronique, Nicolas et Vincent -. D'une manière générale, merci à tout le personnel du *Centre des Matériaux* et notamment à mon coach sportif Jojo avec qui j'ai réalisé plus de 4000 kilomètres à vélo. Merci aussi à Monique, à Isabelle, à Christian et à Benoît à Isbergues.

Que tous les membres de mon jury non cités précédemment trouvent également ici l'expression de ma profonde reconnaissance. Je suis en effet particulièrement fier d'avoir présenté mes travaux à Gérard BERANGER, à Jean Louis CHABOCHE, à Henri Paul LIEURADE et à Antoine FISSOLO.

Enfin, je tiens à remercier chaleureusement mon épouse Sylvie pour sa patience et ses encouragements… Ce n'est pas facile de vivre au quotidien avec un thésard, surtout en fin de thèse !!!

Sommaire

Ce document se compose de 150 pages, 237 figures,
37 tableaux et 118 références

AVANT PROPOS **3**

SOMMAIRE **5**

INTRODUCTION **9**

PARTIE 1 : Contexte industriel **11**

1. La société Ugine & ALZ **13**

2. L'application collecteur d'échappement **13**
2.1. Fonctions
2.2. Sollicitations en fonctionnement
2.3. Cahier des charges
2.4. La solution acier inoxydable

3. L'essai de fatigue thermique d'Ugine & ALZ **16**
3.1. Les tests de validation des échappementiers
3.2. L'essai de fatigue thermique

4. Conclusions **20**

Références de la Partie 1 . . . . . **20**

PARTIE 2 : Bibliographie - Les aciers inoxydables austénitiques et ferritiques . . . **21**

1. Généralités sur les aciers inoxydables **23**
1.1. L'inoxydabilité des aciers
1.2. Les principaux éléments
1.3. Désignations
1.4. Fabrication des aciers inoxydables

2. Les aciers inoxydables austénitiques 27
2.1. Composition et structure
2.2. Nuances dérivées
2.3. Déstabilisation de l'austénite

3. Les aciers inoxydables ferritiques 32
3.1. Composition et structure
3.2. Nuances dérivées
3.3. Propriétés

4. Les aciers inoxydables stabilisés 35
4.1. La stabilisation
4.2. Titane, niobium et carbonitrures
4.3. Mécanismes de précipitation
4.4. Effet des stabilisants sur les propriétés

5. Oxydation (corrosion à haute température) 40
5.1. Mécanismes de base
5.2. Oxydation des aciers inoxydables

6. Conclusions 44

Références de la Partie 2 45

PARTIE 3 : Les matériaux F17TNb et R20-12 49

1. Compositions chimiques et microstructures 51
1.1. Le matériau F17TNb
1.2. Le matériau R20-12

2. Propriétés 61
2.1. Propriétés physiques
2.2. Propriétés mécaniques et résistance à l'oxydation

3. Expertises de collecteurs rompus sur banc moteur 75

4. Conclusions 78

Références de la Partie 3 79

PARTIE 4 : Observation d'éprouvettes de fatigue thermique 81

1. Essais de fatigue thermique conduits jusqu'à rupture 83
1.1. Durées de vie
1.2. Faciès de rupture
1.3. Nature de la sollicitation thermomécanique

2. Essais interrompus de fatigue thermique 89
2.1. Protocole expérimental
2.1. Endommagement en fatigue thermique du matériau F17TNb
2.2. Endommagement en fatigue thermique du matériau R20-12
2.3. Influence de la température maximale sur l'endommagement en fatigue thermique

3. Mécanismes d'endommagement en fatigue thermique 104
3.1. Premier endommagement
3.2. Cas de la nuance ferritique F17TNb
3.3. Cas de la nuance austénitique R20-12

4. Conclusions 106

PARTIE 5 : Essais mécaniques et simulation numérique 107

1. Essais mécaniques 109
1.1. Méthodologie
1.2. Comportement en régime isotherme
1.3. Comportement en régime non isotherme

2. Modélisation du comportement 119
2.1. Lois de comportement et identification
2.2. Identification - essais isothermes
2.3. Validation des lois de comportement - essais non isothermes

3. Calculs de structure pour la nuance F17TNb 135
3.1. Modélisation de l'essai de fatigue thermique
3.2. Modélisation d'un collecteur d'échappement

4. Discussion de la définition d'un critère de ruine 140
4.1. Durées de vie et instabilités géométriques
4.2. Critère de ruine

5. Conclusions 143

Références de la Partie 5 145

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES 147

Introduction

Les performances des véhicules automobiles sont sans cesse améliorées, ce qui conduit à solliciter les divers composants de manière continuellement accrue. De plus, les conducteurs de ces véhicules sont exigeants. Ils demandent des véhicules non seulement performants mais également fiables et économiques. La législation est également un paramètre contraignant, notamment le respect des normes antipollution. Les chercheurs et les ingénieurs travaillent à l'amélioration des véhicules pour répondre à ces exigences. Cette recherche continuelle de performances s'effectue par un travail acharné où chaque composant est réfléchi.

Les collecteurs d'échappement des véhicules automobiles sont sollicités en fatigue thermique de manière prépondérante. Or l'amélioration des performances des moteurs de ces véhicules s'effectue en partie par une amélioration de leur rendement. Cela conduit à accroître les températures de fonctionnement de ces pièces et ainsi l'intensité de leur sollicitation thermique.

La fonte fut longtemps le matériau privilégié pour la fabrication des collecteurs d'échappement. Cependant, avec des températures de gaz croissantes, ce matériau est aujourd'hui concurrencé par l'utilisation de tôles en acier inoxydable apportant des avantages de résistance mécanique, de résistance à la corrosion et de stabilité microstructurale. Initialement réservée aux motorisations les plus puissantes, l'utilisation de ces tôles tend à se généraliser à tous les véhicules.

Ugine & ALZ est un producteur d'aciers inoxydables. Ses activités ne se limitent pas à fournir du métal mais s'accompagnent de prestations techniques. Ainsi, Ugine & ALZ doit proposer à ses clients les produits les plus adéquats à une utilisation donnée et cherche également à apporter une valeur ajoutée à ses produits en proposant une aide à l'utilisation de ses produits.

Afin d'apprécier les résistances des diverses nuances de sa gamme d'aciers inoxydables vis-à-vis de l'application *collecteur d'échappement*, Ugine & ALZ a conçu un essai original de fatigue thermique. Le principe de cet essai est d'appliquer à une bande de tôle, initialement conformée par pliage à froid, des cycles alternés de chauffage et de refroidissement. Cette bande étant bridée en ses extrémités, la dilatation et le retrait du matériau ne peuvent se produire librement et génèrent ainsi des contraintes alternées d'origine thermique.

Cet essai apparaît représentatif, en zones critiques, des tests effectués sur collecteurs complets par les échappementiers. Cependant, les mécanismes d'endommagement sont différents suivant les aciers inoxydables ferritiques et austénitiques.

Le sujet de la présente thèse concerne l'endommagement en fatigue thermique de deux aciers inoxydables pour l'application automobile *collecteur d'échappement*. Le premier objectif est de comprendre la différence d'endommagement apparaissant en fatigue thermique entre les nuances ferritiques et austénitiques. Pour cela, deux aciers inoxydables à haute teneur en chrome sont étudiés, un acier ferritique stabilisé nommé F17TNb et un acier austénitique nommé R20-12. Le second objectif est de développer un outil de dimensionnement des structures sollicitées en fatigue thermique.

La démarche d'étude consiste à réaliser des essais de fatigue thermique interrompus afin d'observer l'évolution de l'endommagement des deux nuances considérées. La compréhension des mécanismes d'endommagement physiquement opérants permet d'orienter la formulation d'un critère de ruine. D'autre part, des essais mécaniques uniaxiaux réalisés dans des conditions isotherme et non isotherme servent de références à la modélisation du comportement mécanique de ces nuances. Il est alors possible d'effectuer des calculs de structure qui, couplés à un critère de ruine, permettront alors le dimensionnement des structures sollicitées en fatigue thermique.

Ce manuscrit se compose de cinq parties.

La première partie présente le contexte industriel de cette étude, la société Ugine & ALZ, les contraintes techniques de l'application *collecteur d'échappement* et l'essai de fatigue thermique. La seconde partie est une étude bibliographique des aciers inoxydables. La métallurgie générale des aciers inoxydables austénitiques et ferritiques est abordée ainsi que l'oxydation se produisant aux hautes températures.

Les microstructures et quelques propriétés des matériaux étudiés sont présentées en troisième partie. Des observations de collecteurs d'échappement F17TNb et R20-12 rompus y sont également présentées. En partie quatre, une étude métallurgique d'éprouvettes testées en fatigue thermique est réalisée. Les observations d'éprouvettes de fatigue thermique pour des essais interrompus et conduits jusqu'à rupture permettent de comprendre les mécanismes d'endommagement des nuances F17TNb et R20-12 ayant lieu lors de cet essai.

Enfin, la dernière partie de ce manuscrit porte sur le comportement mécanique de ces aciers et leur modélisation. Pour les deux nuances, des essais mécaniques uniaxiaux sont réalisés à trois températures ainsi que des essais non isothermes. Des lois de comportement sont identifiées et les calculs par éléments finis de l'éprouvette de fatigue thermique ainsi que d'un collecteur client sont réalisés. Un modèle d'endommagement est finalement discuté.

Partie 1
Contexte industriel

Cette partie dresse le contexte industriel de l'étude.

La société Ugine & ALZ, producteur de tôles d'aciers inoxydables et financier de ce sujet de recherche, est tout d'abord présentée.

Après avoir développé les fonctions et contraintes techniques des collecteurs d'échappement des véhicules automobiles, l'utilisation avantageuse de tôles d'aciers inoxydables pour cette application est ensuite justifiée.

Enfin, l'essai original de fatigue thermique développé par Ugine & ALZ est présenté.

1. La société Ugine & ALZ [1]

Ugine & ALZ est le leader européen des produits plats en acier inoxydable. Née de la fusion d'Ugine SA (pionnier de l'acier inoxydable) et de ALZ NV, Ugine & ALZ est une société du groupe Arcelor, le premier groupe mondial de la sidérurgie.

Présent dans l'ensemble des grandes régions industrielles d'Europe avec cinq sites de production (Isbergues, Gueugnon et L'Ardoise en France, Genk et Charleroi en Belgique) et huit centres de services, Ugine & ALZ propose aujourd'hui la palette d'aciers plats inoxydables la plus large et la plus complète du marché. L'offre produit comprend une gamme étendue de nuances inoxydables pour tous les besoins de l'industrie (automobile, électroménager, bâtiment…), des produits laminés à chaud et à froid, un éventail de présentations et de dimensions (bobines, tôles, flans…) ainsi qu'une gamme très large d'aspects de surface.

En quelques chiffres*, Ugine & ALZ c'est 6 000 personnes, 1,4 million de tonnes produites par an - soit 25% de part de marché en Europe - et 2,4 milliards d'euros de chiffre d'affaires. Producteur d'aciers inoxydables, Ugine & ALZ propose également un ensemble de services associés qui va du parachèvement des bobines à la livraison en *just in time* en passant par une assistance technique dès la conception du projet client et jusqu'à sa mise en œuvre.

2. L'application collecteur d'échappement

Dans une ligne d'échappement, le collecteur est la pièce la plus proche du moteur et ainsi la plus chaude. Son rôle est de collecter les gaz chauds sortant des cylindres et de les conduire au catalyseur en limitant au mieux les pertes thermiques.

Cette pièce doit répondre à un cahier des charges spécifique comprenant, entre autres, des critères de résistance thermomécanique, de poids ou de facilité de mise en œuvre ainsi que des critères environnementaux et économiques. Aujourd'hui, les aciers inoxydables viennent concurrencer la fonte traditionnellement utilisée pour la fabrication des collecteurs d'échappement.

2.1. Fonctions

Le moteur à essence est un moteur à combustion interne, à allumage commandé, qui transforme l'énergie générée par le carburant en énergie cinétique. Ce fut à l'occasion de l'Exposition Universelle de Paris que l'ingénieur allemand Nikolaus August OTTO présenta en 1878 le premier moteur à gaz à compression fonctionnant suivant le principe du cycle à 4 temps. A chaque cycle, suite à l'admission (1er temps), la compression et l'allumage (2ème temps), l'explosion et la détente (3ème temps), les gaz sont expulsés du cylindre durant un 4ème temps, l'échappement.

La première fonction d'un collecteur d'échappement est de collecter les gaz d'échappement refoulés lors de la montée du piston pour les conduire jusqu'au catalyseur.

Les principaux composants des gaz d'échappement - l'azote N_2 (environ 70%), le dioxyde de carbone CO_2 et la vapeur d'eau H_2O - ne sont pas toxiques quoique les émissions de CO_2 contribuent à l'*effet de serre*. Les composants secondaires - le monoxyde de carbone CO, les oxydes d'azote NO_x et de soufre SO_x, de nombreux hydrocarbures imbrûlés HC et des particules - sont beaucoup plus nocifs. Bien que les composants secondaires ne représentent qu'une très faible quantité des rejets, leurs seuils de tolérance sont systématiquement revus à la baisse par les législateurs.

* *chiffres de 2003*

Les systèmes d'allumage et d'injection disponibles aujourd'hui permettent d'atteindre des valeurs d'émissions de polluants très faibles et une réduction supplémentaire passe par l'utilisation d'un catalyseur*. Environ 80% des polluants sont émis les deux premières minutes [2]. La température joue un rôle très important au niveau du catalyseur car la conversion des polluants commence véritablement à une température supérieure à 300°C environ.

La seconde fonction du collecteur est alors de limiter les pertes thermiques des gaz d'échappement avant qu'ils arrivent au pot catalytique, principalement lors d'un démarrage à froid du moteur (*light-off*), afin d'assurer une bonne température de catalyse.

2.2. Sollicitations en fonctionnement

Les gaz d'échappement entrant dans le système collecteur ont une température s'élevant à 900°C dans le cas de motorisation essence voire même 1000°C pour les motorisations les plus puissantes. De nature complexe, ces gaz contiennent des éléments agressifs pour le métal (CO, O_2, H_2O_{vapeur}, S, etc). De plus, la condensation des gaz peut conduire à la présence de solutions acides en surface intérieure du collecteur alors que durant l'utilisation du véhicule, la surface externe est exposée à l'état des routes : pluie, boue ou encore sels de déneigement (chlorures). La résistance à diverses sortes de corrosion est ainsi particulièrement importante pour ces pièces.

Les lignes d'échappement sont également soumises à des sollicitations mécaniques et thermiques. En plus du fluage lié au propre poids du collecteur, la sollicitation mécanique est engendrée par les vibrations du moteur et le roulement du véhicule. Il s'agit d'un chargement de fatigue aux amplitudes et fréquences variables. La sollicitation thermique, liée au bridage des pièces chaudes, est constituée de transitoires correspondants aux démarrages, accélérations-décélérations et arrêts du moteur du véhicule ainsi qu'à des maintiens ou à des faibles variations de température en fonction du régime moteur. Cette sollicitation produit un endommagement de fatigue thermique couplé aux effets des hautes températures comme l'oxydation et la viscoplasticité (fluage notamment).

Le perfectionnement des performances des véhicules automobiles s'effectue, en partie, par une amélioration du rendement moteur (injection, culasse multisoupapes, turbo). Ainsi, la température des gaz d'échappement est toujours revue à la hausse entraînant une température de fonctionnement du collecteur continûment croissante. Les sollicitations thermomécaniques du collecteur sont ainsi accrues de même que la sensibilisation à la corrosion.

2.3. Cahier des charges

Les collecteurs d'échappement sont des pièces techniques aux exigences spécifiques que les constructeurs d'automobiles garantissent à des durées d'utilisation élevées. Les matériaux employés pour leur fabrication doivent répondre à des cahiers des charges extrêmement complexes et variés.

Le cahier des charges d'un collecteur d'échappement comprend notamment des contraintes de résistance et de durabilité du matériau (résistance mécanique, stabilité microstructurale, tenue à l'oxydation), des contraintes technologiques (poids, mise en œuvre, encombrement), des contraintes environnementales (réduction de l'émission de polluants, du bruit) et des contraintes économiques (coût !).

Le développement d'un collecteur est donc fonction du type de motorisation et de l'environnement de celui-ci. Bien souvent, il s'agit d'une solution particularisée à chaque véhicule.

* *en Europe, tous les véhicules à essence neufs sont catalysés depuis le 1er janvier 1993*

2.4. La solution acier inoxydable

La fonte est le matériau traditionnel pour la fabrication des collecteurs d'échappement. Chez Renault [3], la fonte grise à graphite sphéroïdale SiMo (au silicium et au molybdène) est préférentiellement utilisée mais, en raison d'importantes évolutions microstructurales apparaissant à haute température (oxydation, graphitisation, décarburation et transformation allotropique), elle ne présente plus une résistance thermomécanique suffisante. De plus, la desquamation des oxydes du collecteur peut endommager le pot catalytique ou le boucher.

Au vu des cahiers des charges actuels, l'acier inoxydable est devenu une solution incontournable pour l'application *collecteur d'échappement* [2, 4, 5]. En effet, les aciers inoxydables présentent de meilleures propriétés que la fonte pour cette application (tab 1.1). Ces matériaux dominent déjà le marché des véhicules à forte motorisation et pénètrent rapidement les autres segments.

Propriété	***Température***	***Fonte GS SiMo*** *[3]*	***Acier inox. R20-12*** *[6]*	***Acier inox. F17TNb*** *[7]*
Composition chimique (% masse)	/	3,2C 3,9Si 0,6Mo	20Cr 12Ni	17Cr + Ti/Nb
Structure (jusqu'à 850°C pour fonte)	/	ferrite	austénite	ferrite
Résistance mécanique (MPa)	20°C	350-400	620	490
Limite d'élasticité (MPa)	20°C	220-250	310	300
Allongement à rupture (%)	20°C	18-22	50	30
Masse volumique ($g.cm^{-3}$)	20°C	7,0	7,9	7,7
Dilatation thermique ($x10^6\ K^{-1}$)	20-800°C	15,4	18,5	12,8
Conductivité thermique ($W.m^{-1}.K^{-1}$)	500°C	28,7	21	26,3
Capacité thermique ($J.kg^{-1}.K^{-1}$)	20°C	455	500	460

tableau 1.1 : Comparaison fonte-aciers inoxydables, propriétés physiques et mécaniques

A résistance mécanique équivalente, la masse d'un collecteur en acier inoxydable est plus faible que celle d'un collecteur en fonte. Cela se traduit tout d'abord par une consommation moindre, donc moins de rejets de polluants, mais également par une inertie thermique plus faible qui évite le refroidissement des gaz et donc un délai de fonctionnement (*light-off*) du catalyseur réduit.

Les aciers inoxydables présentent une grande stabilité microstructurale sur un large intervalle de température. D'autre part, leur résistance à la corrosion est bien supérieure à celle de la fonte. Ces propriétés font des aciers inoxydables des matériaux plus durables que la fonte.

Les aciers inoxydables sont déjà utilisés pour la fabrication de catalyseurs (depuis la fin des années 1970 chez General Motors [8]) ou la réalisation de collecteurs d'échappement *tuning* surtout pour ses qualités esthétiques. De nombreux constructeurs d'automobiles s'intéressent à cette solution et tendent à l'intégrer à tous leurs véhicules. Les pots d'échappement en acier inoxydable représentent maintenant des marchés supérieurs à 100 000 tonnes en Europe [9].

Malgré des coûts de matière première et de mise en œuvre plus élevés que la solution fonte, les aciers inoxydables sont des matériaux de premier choix pour l'application *collecteur d'échappement*.

3. L'essai de fatigue thermique d'Ugine & ALZ

3.1. Les tests de validation des échappementiers

Les collecteurs d'échappements sont fabriqués par des échappementiers en sous-traitance des grands constructeurs d'automobiles.

La solution collecteur est adaptée individuellement à chaque véhicule visé et, la plupart du temps, les tests de validation d'un modèle s'effectuent sur banc moteur (fig 1.1). L'échappementier y teste un prototype, alternant les phases de montée en régime, maintien en pleine charge et fluctuation du régime moteur.

Peu de données sont disponibles concernant ces tests de validation. Cependant, d'après diverses sources bibliographiques [8, 10-14], il semble raisonnable d'avancer actuellement des températures maximales du métal de l'ordre de 900°C.

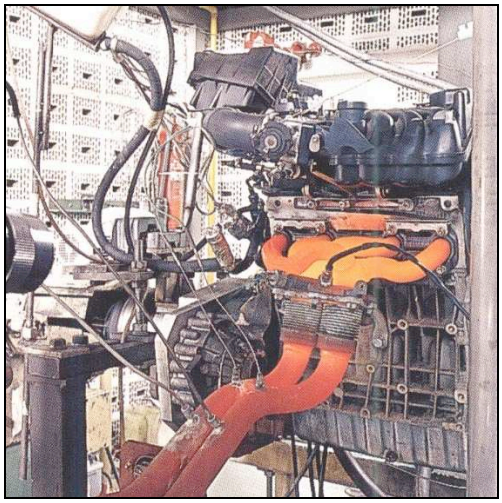


figure 1.1 : Test d'un collecteur sur banc moteur

3.2. L'essai de fatigue thermique

Ugine & ALZ, fabriquant d'aciers inoxydables, doit montrer la résistance de son produit vis-à-vis de l'application *collecteur d'échappement*. En partie chaude de l'amont de la ligne d'échappement, les zones critiques des collecteurs sont sollicitées en fatigue thermique de façon prépondérante.

Afin d'apprécier la résistance des diverses nuances de sa gamme, Ugine & ALZ a développé un essai original de fatigue thermique. Cet essai apparaît représentatif, en zones critiques, des tests effectués par les échappementiers sur collecteur complet.

3.2.1. Principe de l'essai

Le principe de l'essai de fatigue thermique d'Ugine & ALZ est de générer des cycles alternés de chauffage et de refroidissement sur une éprouvette.

L'éprouvette est une bande de tôle, cintrée par pliage à froid, bridée par deux mors fixes. La sollicitation est obtenue en répétant un cycle thermique constitué d'une phase de chauffage par effet Joule suivie d'une phase de refroidissement naturel. Le bridage des déformations thermiques de l'éprouvette se traduit alors par une sollicitation mécanique, maximale au niveau du « V » de l'éprouvette.

L'essai est instrumenté avec un thermocouple placé au milieu de l'éprouvette. Un régulateur permet alors d'imposer les températures minimale et maximale du cycle en ce point. L'effort de réaction exercé sur l'un des mors fixes est également mesuré. La rupture est atteinte lorsque cet effort a chuté de 50% par rapport à l'effort maximum mesuré généralement aux premiers cycles. La durée de vie est alors égale au nombre de cycles N_f correspondants.

3.2.2. Le montage expérimental

Une photographie du montage expérimental de l'essai de fatigue thermique est présentée à la figure 1.2.

figure 1.2 : Photographie du banc d'essai de fatigue thermique Ugine & ALZ

L'éprouvette d'essai est une bande de tôle prélevée dans le sens perpendiculaire au sens de laminage (sens travers) et de dimension 200x20mm pour une épaisseur de 1,5 ou 2mm. La forme de cette éprouvette est déterminée par calcul thermoélastique (éléments finis) à l'aide du logiciel Systus. L'éprouvette pliée en « V » semble la mieux adaptée avec des efforts maximum en sommet du « V » (fig 1.3).

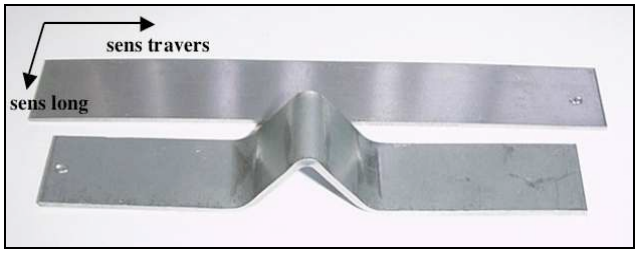


figure 1.3 : Eprouvette de fatigue thermique avant et après mise en forme

La mise en forme de la bande de tôle est effectuée à froid dans un montage matrice-poinçon. Le rayon de pliage (R=3mm à la fibre neutre, angle d'ouverture 70°) simule les zones embouties ou coudées présentes sur les parties amont des collecteurs d'échappement.

Le chauffage de l'éprouvette est effectué par effet Joule alors que son refroidissement se fait librement à l'air. Un variateur de courant alimentant le primaire d'un transformateur régule la puissance de celui-ci qui, en sortie, peut délivrer 3000W. Il est ainsi possible de faire varier la vitesse de chauffage de l'éprouvette en fonction de la puissance délivrée par le transformateur.

Un coffret de commande permet d'indexer la température haute du chauffage et la température basse au refroidissement. Cette régulation est assurée par l'intermédiaire d'un thermocouple de type Chromel-Alumel de diamètre 0,2mm fixé sur le sommet de l'éprouvette (fig 1.4). En façade, le nombre de cycles est visualisé sur un compteur-décompteur programmable.

figure 1.4 : Photographie de l'éprouvette de fatigue thermique chauffée par effet Joule

Les caractéristiques du montage ainsi définies permettent d'assurer un chauffage de l'ambiante à 900°C en 30 secondes pour une éprouvette de section 20x2mm^2 et de 200mm de long. Le refroidissement naturel de l'éprouvette de 900 à 250°C s'effectue en 3 minutes environ.

L'effort de bridage nécessaire pour contrarier les dilatation et contraction thermiques de l'éprouvette au cours des cycles de chauffage et de refroidissement successifs est mesuré par un capteur de force à jauges (±200daN). Celui-ci est disposé à une des extrémités du montage. La centrale d'acquisition enregistre simultanément les mesures de température et de force.

Il est ainsi possible de tracer les cycles *effort-température* et de suivre l'évolution des courbes en fonction du nombre de cycles (fig 1.5). Le premier demi-cycle (la première montée en température) correspond à un cycle d'accommodation avec la mise en compression de l'éprouvette. Les cycles suivants de *chauffage/refroidissement* présentent une hystérésis formée par la superposition des courbes.

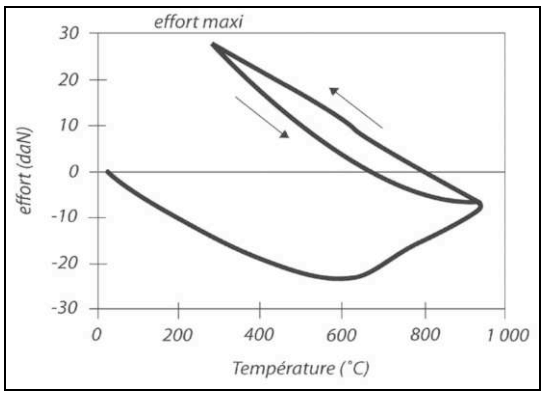


figure 1.5 : Enregistrement effort-température d'un essai de fatigue thermique 250-950°C

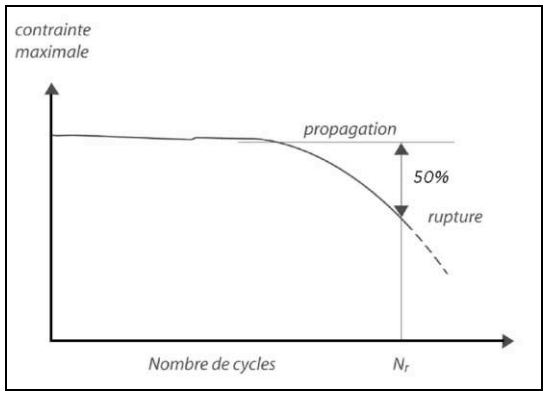


figure 1.6 : Diagramme effort maximal- nombre de cycles thermiques lors d'un essai de fatigue thermique

La modularité de l'essai de fatigue thermique repose sur le choix des températures minimale et maximale ainsi que sur un éventuel maintien isotherme. Elle repose également sur la géométrie du montage (écartement entre mors) et sur celle de l'éprouvette (forme, épaisseur). Ces divers paramètres influent directement la sévérité l'essai de fatigue thermique.

L'essai de fatigue thermique d'Ugine & ALZ présente les avantages de facilité de mise en œuvre et de faible coût. De plus, diverses configurations du montage expérimental peuvent être effectuées afin d'approcher au mieux les sollicitations réelles.

3.2.3. La fin d'essai (rupture)

Au cours des cycles *chauffage-refroidissement* successifs d'un essai de fatigue thermique, la superposition des courbes *effort-température* montre l'affaissement de l'effort maximal mesuré à la température basse du cycle thermique. Le suivi de ce point en fonction du nombre de cycles conduit à tracer la courbe de durée de vie de l'éprouvette (fig 1.6). Cette courbe présente une allure semblable à celle obtenue pour un essai de fatigue oligocyclique conventionnel.

Les courbes *effort maximal-nombre de cycles* se caractérisent par deux phases. Une première phase où l'effort maximal (température basse) évolue peu, ce qui traduit la phase d'amorçage et le début de propagation des fissures de fatigue. Une deuxième phase où l'effort maximal diminue rapidement et qui traduit en général la propagation d'une fissure de fatigue thermique conduisant à la ruine de la structure. Lorsque l'effort devient inférieur à 50% de l'effort maximal en phase d'amorçage, la durée de vie N_f est déterminée.

La faible dispersion des courbes, tout à fait acceptable pour un essai de fatigue, reflète la bonne reproductibilité des conditions d'essai. Les essais de fatigue thermique appliqués à l'ensemble de la gamme d'aciers inoxydables pour collecteur d'échappement d'Ugine & ALZ permet alors de classer des différentes nuances vis-à-vis de cette application.

Cependant, le mécanisme d'endommagement des nuances ferritiques est différent de celui des nuances austénitiques. Pour les nuances ferritiques, les fissures s'amorcent et se propagent en rayon interne du « V » de l'éprouvette (fig 1.7). Pour les austénitiques, c'est en rayon externe de celui-ci que des fissures se sont propagées dans l'épaisseur (fig 1.8). La compréhension de ces différents mécanismes d'endommagement est l'un des sujets de la présente thèse.

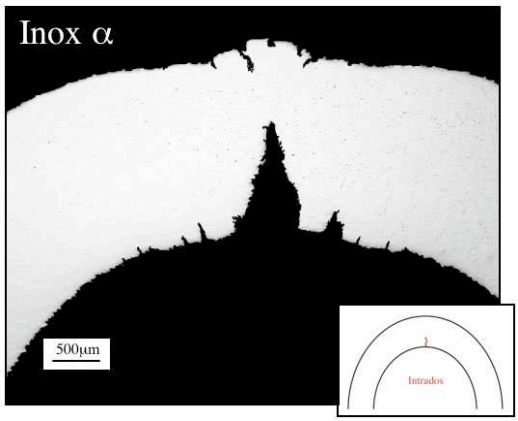


figure 1.7 : Eprouvette en acier inoxydable ferritique rompue en fatigue thermique *[15]*
(endommagement en intrados)

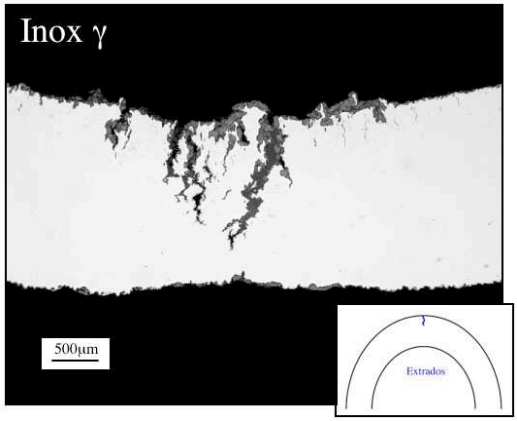


figure 1.8 : Eprouvette en acier inoxydable austénitique rompue en fatigue thermique *[15]*
(endommagement en extrados)

4. Conclusions

Les collecteurs d'échappement des véhicules automobiles doivent satisfaire un cahier des charges complexe et varié. Ces composants sont sollicités en fatigue thermique de manière prépondérante et les principales propriétés requises pour les matériaux sont la tenue mécanique à chaud, en fatigue et en fluage, ainsi que la tenue à l'oxydation.

L'amélioration des performances des moteurs s'accompagne d'une augmentation constante de la température des gaz d'échappement. Cela conduit à solliciter davantage le collecteur d'échappement. L'utilisation de tôles d'aciers inoxydables constitue une voie d'amélioration pour la fabrication de ces pièces afin de garantir les propriétés actuellement requises.

Fabricant d'aciers inoxydables, la société Ugine & ALZ a développé un essai original de fatigue thermique représentatif de la sollicitation thermomécanique des zones critiques des collecteurs testés sur banc moteur. Cet essai permet de classer les différentes nuances d'aciers inoxydables en fonction de leur durée de vie. Cependant, les mécanismes d'endommagement observés sont différents suivant les nuances ferritiques et austénitiques.

Références de la Partie 1

[1] Site Internet *www.ugine.fr* (2004)

[2] J.Y. Merlinand et P. Vaugeois, *Les aciers inoxydables dans l'échappement automobile*, Revue de Métallurgie - CIT, p1529-1536 (1994)

[3] P. Bastid, *Comportement thermomécanique de fontes à graphite sphéroïdal pour collecteur d'échappement*, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (1995)

[4] J. Casteland et P. Bourgain, *Nuances d'aciers inoxydables pour échappement automobile. Tendances pour résoudre différents problèmes*, Revue de Métallurgie - CIT, p667-672 (1986)

[5] P. Maîtrepierre, B. Bramaud-Gratteau et J. Decroix, *Evolution des matériaux pour la ligne d'échappement automobile européenne*, Revue de Métallurgie - CIT, p657-666 (1986)

[6] Ugine & ALZ, *UGINOX R20-12*, Document commercial (1997) disponible sur *www.ugine.fr*

[7] Ugine & ALZ, *UGINOX F17TNb*, Document commercial (1998) disponible sur *www.ugine.fr*

[8] J.N. Johnson, *Influence of Columbium on the 870°C Creep Properties of 18% Chromium Ferritic Stainless Steels*, International Congress and Exposition, Detroit, Michigan (1981)

[9] Arcelor, *Rapport annuel de l'année 2002* (2003) disponible sur *www.arcelor.com*

[10] N. Fujita, *New Ferritic Stainless Steels in Automotive Exhaust System for Clean Environment*, Nippon Steel (2000)

[11] K. Shiratani, Y. Watanabe, S. Iwanaga and K. Nishino, *Thermal Fatigue Life Prediction for Stainless Steel Exhaust Manifold,* International congress and Exposition, Detroit, Michigan (1998)

[12] P. Rombeaux, J. Lagier, J. Ragot and P. Vaugeois, *Ferritic Stainless Steels in Exhaust Systems*, Innovation Stainless Steel, Florence, Italy (1993)

[13] R. Mohrmann, W. Schmitt, H. Riedel, A. Dietsche and A. Fishersworring-Bunk, *Modelling of the Fatigue Life of Automobile Exhaust Components*, Fatigue 2002, Stockholm, Suède (2002)

[14] P. Maziaszand and M. Pollard, *High-Temperature Cast Stainless steel*, Advanced Materials & Processes - Metals technology for design, testing and processing, p57-59 (2003)

[15] L. Bucher, *Fatigue thermique des aciers inoxydables F17TNb et R20-12 pour application automobile*, Rapport annuel (2002)

Partie 2

Bibliographie : Les aciers inoxydables austénitiques et ferritiques

Cette partie est une revue bibliographique des aciers inoxydables austénitiques et ferritiques.

Des aspects généraux concernant l'inoxydabilité des aciers inoxydables sont tout d'abord présentés ainsi que les éléments principaux de leur composition chimique et la fabrication de ces matériaux.

Les chapitres deux et trois se consacrent à la métallurgie des aciers inoxydables respectivement austénitiques et ferritiques. La stabilisation des aciers inoxydables est étudiée au quatrième chapitre.

Enfin, les phénomènes d'oxydation se produisant lors de l'exposition à haute température des aciers inoxydables clôturent cette revue bibliographique.

1. Généralités sur les aciers inoxydables

1.1. L'inoxydabilité des aciers

Les aciers inoxydables sont avant tout des aciers, c'est à dire des alliages métalliques Fe-C. L'inoxydabilité vient de l'addition d'élément(s) très oxydable(s) ayant pour effet de former en surface une couche mince d'oxyde(s), le film passif, qui isole le métal des agents plus ou moins agressifs de l'environnement. Ainsi, l'addition de chrome, l'élément essentiel à la tenue à la corrosion des aciers, conduit à l'élaboration de diverses nuances d'aciers qualifiés alors d'inoxydables.

Pour que le phénomène de passivité d'un acier puisse s'établir et se maintenir durablement, il est nécessaire que l'alliage ait une teneur en chrome minimale de l'ordre de 10-11%, le chrome étant en solution. Au-delà de cette concentration, l'acier forme spontanément en sa surface une couche continue et protectrice de chromite Cr_2O_3. Ce film d'épaisseur de quelques nanomètres est fortement solidaire du substrat et, en cas d'endommagement locale, il possède la propriété de pouvoir se reconstituer dans un grand nombre de milieux, propriété d'autopassivation.

Les caractéristiques physico-chimiques de la couche passive conditionnent sa propriété protectrice et donc la plus ou moins grande résistance à la corrosion des aciers inoxydables. Meilleure est la qualité du film passif (stabilité, compacité, continuité, adhérence au substrat, structure), meilleure est la résistance à la corrosion du matériau.

En finalité, il est possible de dire, un peu paradoxalement, que l'inoxydabilité des aciers inoxydables tient du caractère particulièrement oxydable d'un ou plusieurs de leurs éléments.

1.2. Les principaux éléments

1.2.1. Eléments et diagrammes de phases

Les aciers inoxydables présentent une grande variété de structures et de propriétés. L'une des raisons principales est liée au fait que **le fer**, l'élément majoritaire, possède trois variétés allotropiques entre le zéro absolu et sa température de fusion (tab 2.1).

Intervalle de température	*Symbole*	*Structure cristalline*
jusqu'à 910°C	Fe (α)	Cubique centré
910 - 1400°C	Fe (γ)	Cubique à faces centrées
1400 - 1538°C	Fe (δ)	Cubique centré

tableau 2.1 : Variétés allotropiques du fer pur

Le chrome est la cause de la passivation des aciers et constitue au-delà de 11% l'élément d'alliage essentiel des aciers inoxydables. Le diagramme de phase Fe-Cr (fig 2.1) montre que l'étendue du domaine austénitique diminue si la teneur en chrome augmente. Le chrome est un élément α-gène. Au delà de 11 à 13%Cr, le métal est entièrement ferritique. A plus basse température, le diagramme Fe-Cr montre l'apparition d'une nouvelle phase, la phase σ. Cet intermétallique riche en chrome, quasiment 50%, est extrêmement dur et a pour effet principal de rendre l'alliage très fragile.

Le carbone est l'élément non métallique indispensable à tous les aciers. Le diagramme Fe-C est bien connu (fig 2.2) et présente, à l'état solide, le polymorphisme du fer. Il s'agit d'un élément γ-gène puissant qui favorise très fortement le domaine de la solution solide d'insertion du carbone dans la structure austénitique du fer. Pour des raisons de résistance à la corrosion, la teneur en carbone des aciers inoxydables est dans la plupart des cas maintenue très basse.

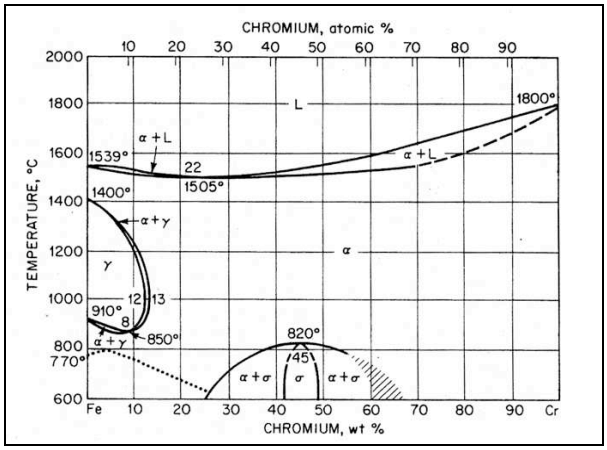


figure 2.1 : Diagramme d'équilibre Fe-Cr [1]

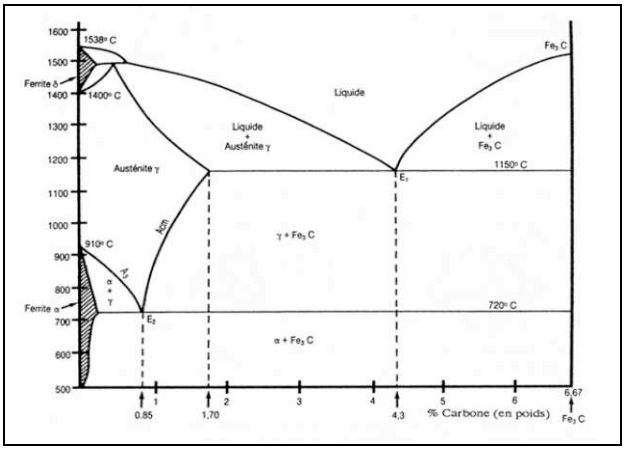


figure 2.2 : Diagramme d'équilibre Fe-C [2]

Le carbone est majoritairement en solution. La solubilité maximale du carbone dans l'austénite est de l'ordre de 2% à la température du palier eutectique alors qu'elle est moindre à 0,1% dans la ferrite α (palier eu tectoïde) et dans la ferrite δ (palier péritectique).

Le nickel, autre élément γ-gène, peut élargir le domaine d'existence de l'austénite jusqu'aux température inférieures à 20°C, d'où sa forte teneur dans les aciers inoxydables austénitiques. Onéreux et de coût fluctuant, cet élément est moins oxydable que le chrome mais améliore toutefois la résistance à la corrosion et renforce en particulier la résistance à la corrosion sous tension.

1.2.2. Structures

Dans la matrice Fe, tous les éléments sont soit en solution solide, soit sous forme de nouvelles phases (phases secondaires ou impuretés). Par isomorphisme, certains éléments en solution sont γ-gènes (C, N, Ni, Cu, Co, Mn) et stabilisent la phase austénitique, d'autres au contraire sont α-gènes (Cr, Mo, Si, V, W, Ti, Nb) et rétrécissent l'étendue de la boucle austénitique.

La constitution des alliages Fe-C-Cr + éléments d'addition dépend des teneurs relatives en éléments α-gènes et γ-gènes ainsi que de la température. Afin de déterminer la constitution des aciers inoxydables à constituants multiples, des solutions approximatives basées sur les notions de chrome et de nickel équivalents en masse ont été proposées. Par exemple, le diagramme de Pryce et Andrew [3] correspond à une structure corroyée (fig 2.3). Les axes de ce diagramme sont :

$$Cr_{eq} = Cr + 10.Ti + 1,5.Si + Mo + Nb$$
$$Ni_{eq} = Ni + 30.C + 30.N + 0,5.Mn$$

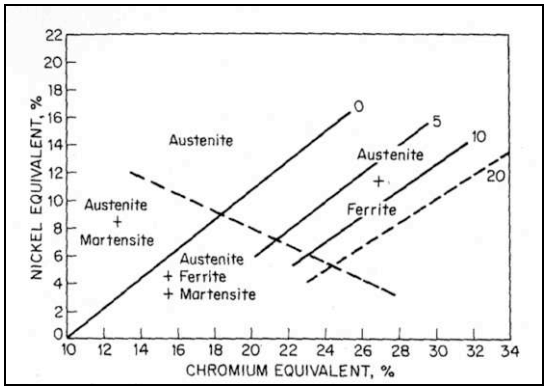


figure 2.3 : Diagramme de Pryce et Andrew [3]

En fonction des teneurs respectives en éléments α-gènes et γ-gènes, la structure des aciers

inoxydables refroidie depuis les hautes températures peut être martensitique, austénitique, ferritique ou un mélange de deux ou trois de ces phases. La composition chimique et la structure d'un acier inoxydable conditionnent les caractéristiques physiques, mécaniques et de résistance à la corrosion de celui-ci.

1.3. Désignations

Les aciers inoxydables sont définis comme des aciers titrant plus de 10-11% de chrome, moins de 1,2% de carbone et contenant éventuellement d'autres éléments d'alliage (NF EN 10 088-1). Il s'agit donc d'aciers spéciaux très alliés. Selon la norme européenne, leur dénomination commence par la lettre X suivie de la teneur en carbone multipliée par 100, des principaux éléments d'alliage et de leur concentration en pour-cent (par exemple X6CrNi18-10).

La désignation américaine AISI (American Iron and Steel Institute) est moins intuitive car il n'existe aucun rapport direct entre la désignation des différentes nuances et leur composition chimique. Il y a deux grandes familles pour désigner les aciers inoxydables austénitiques, les séries *AISI 300* dont les nuances sont dérivées de la composition initiale type 18Cr-8Ni et les séries *AISI 200* qui correspondent principalement aux aciers *à l'azote*. Les nuances ferritiques et martensitiques appartiennent à la série *AISI 400*, série des alliages type Fe-Cr a priori sans Ni.

Dans la pratique, il est plutôt difficile de s'y retrouver parmi toutes les normes existantes et il est plus commode de désigner les aciers inoxydables selon leur numéro AISI, ce qui demande de les connaître !

1.4. Fabrication des aciers inoxydables [4-7]

La fabrication des aciers inoxydables s'effectue en plusieurs opérations successives. Suite à l'élaboration et l'affinage, l'acier est coulé généralement en continu avant de suivre deux cycles de transformation, tout d'abord à chaud puis à froid. Des étapes de finition et/ou de traitement thermique peuvent compléter la chaîne de fabrication.

Depuis le développement du procédé AOD (Argon Oxygen Decarburizing) de l'Union Carbide dans les années 1950-1960, la plus grande partie des tonnages produits en aciers inoxydables sont obtenus par cette procédure. La filière four électrique-convertisseur AOD représente plus de 80% de la production des aciers inoxydables.

1.4.1. Première phase : l'aciérie (*fig 2.4*)

L'élaboration des aciers inoxydables s'effectue principalement par fusion dans un four à arc à revêtement réfractaire basique. La charge introduite dans le four est constituée par des ferrailles d'aciers au carbone, des chutes d'aciers inoxydables de compositions compatibles avec la nuance à réaliser, des ferroalliages (de Cr, de Si, de Mn, de Ni, etc) et des métaux purs.

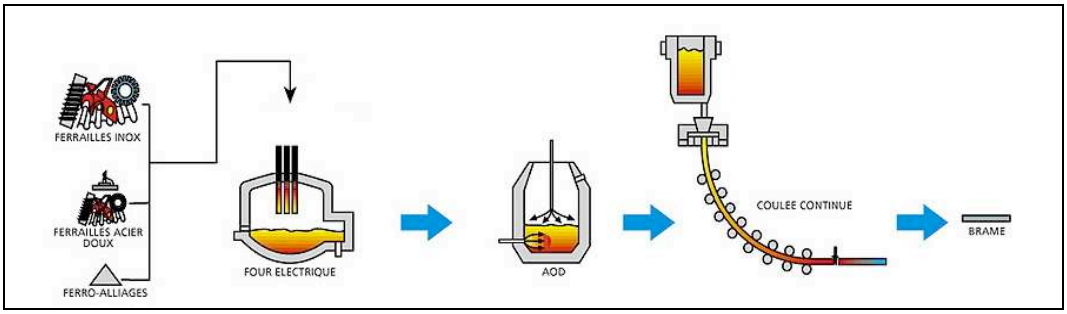


figure 2.4 : Schéma de la fabrication des aciers inoxydables / l'aciérie *[7]*

La fusion est provoquée par un arc électrique d'environ 100MW entre la charge et des électrodes de graphite produisant la chaleur nécessaire. Un soufflage d'oxygène accélère le processus de fusion. La fusion au four électrique dure environ deux heures. Le métal liquide obtenu titrant de 1 à 3% de carbone est ensuite versé dans un convertisseur AOD.

L'affinage est une phase de décarburation. L'opération est réalisée par l'intermédiaire de plusieurs tuyères au travers desquelles un mélange gazeux d'argon ou d'azote et d'oxygène est injecté en quantités relatives variables. Le mélange gazeux détermine l'abaissement de la pression partielle de CO et accélère la réaction entre C et O_2. Après la phase de décarburation suit la phase de réduction pendant laquelle le laitier est formé puis ensuite élimé (*décrassage*). L'affinage dure moins de 90 minutes. Le procédé AOD permet d'obtenir une haute teneur en Cr, de très faibles teneurs en C et une grande précision analytique sur l'ensemble des éléments.

Le métal liquide est maintenant soumis en poche à diverses opérations métallurgiques permises par l'excès de calories disponible. **La métallurgie en poche** va permettre la décantation des inclusions, l'homogénéisation thermique et la mise en température du métal avant d'être coulé. Elle permet également d'ajuster l'analyse chimique par additions complémentaires, à l'abri de l'air, d'éléments très oxydables notamment.

Le métal liquide affiné est alors coulé en continu. Le procédé de **coulée continue** s'est imposé depuis les années 1970. Le principe de la coulée continue est basé sur l'obtention rapide et en continu d'une peau capable de contenir le métal liquide jusqu'à sa solidification complète. Afin de couler en continu sans incident et d'obtenir une qualité suffisante, il est important de respecter les consignes de température, de vitesse ($\approx$1m.min^{-1}), de refroidissement, de protection du métal et d'équiper la machine de brasseurs électromagnétiques favorisant une structure équiaxe dans la zone centrale.

Les semi-produits de coulée continue sont des brames (épaisseur de 150 à 250mm et largeur de 600 à 1600mm) ou des blooms (à section carré de 100 à 250mm de côté).

1.4.2. Deuxième phase : la transformation (laminage)

Après la coulée continue, **la transformation à chaud** (fig 2.5) consiste à réduire la section des semi-produits par corroyage. Les brames obtenues à l'aciérie sont transformées en bobines d'épaisseur comprise entre 2 et 14mm. Ces bobines sont appelées *bandes noires* ou *coils noirs*. De toutes les opérations de transformation à chaud, le laminage est la plus importante car il concerne l'essentiel du tonnage produit.

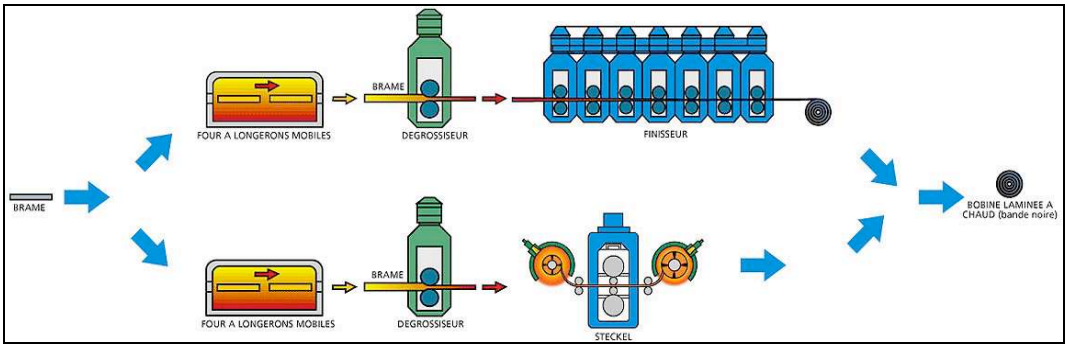


figure 2.5 : Schéma de la fabrication des aciers inoxydables / le laminage à chaud *[7]*

Avant la première transformation à chaud, les produits sont tout d'abord débarrassés des plus gros défauts, généralement par meulage. La brame est ensuite réchauffée entre 1100 et 1250°C suivant sa nuance dans un four à longerons mobiles. Elle passe ensuite dans des cages dégrossisseuses où elle est réduite de plus de 50%.

Le laminage à chaud des aciers inoxydables peut se terminer sur des trains continus à bandes ou sur des laminoirs Steckel. Le train à bandes est constitué de 6 ou 7 cages *finisseuses* successives à la sortie desquelles la brame est réduite à une épaisseur de 2 à 8mm.

Après laminage, la température de la bande de métal à l'épaisseur finale est de l'ordre de 1000°C. Cette bande est refroidie par des rampes d'arrosage et finalement bobinée à 700°C environ à une vitesse de l'ordre de $500 m.min^{-1}$. Durant la transformation à chaud, la température doit être strictement contrôlée afin d'éviter tout grossissement du grain ou risque de brûlure.

Les *coils noirs* sont finalement engagés sur une ligne de recuit-grenaillage-décapage. Les aciers inoxydables subissent un recuit qui sert à recristalliser les structures en prévision du **laminage à froid**. Les oxydes (*la calamine*) sont enlevés mécaniquement et chimiquement (*décapage*). Le laminage à froid s'effectue généralement sur des laminoirs multicylindres de type Sendzimir en une dizaine de passes. La réduction d'épaisseur correspondante est de l'ordre de 75%. Une telle réduction d'épaisseur entraîne un écrouissage important du matériau et il est nécessaire de pratiquer un recuit final qui permet d'obtenir, après recristallisation, les caractéristiques métallurgiques recherchées.

Enfin, plusieurs opérations de finition (skin-pass, mise à dimension, pose de revêtement, polissage…) permettent d'obtenir un produit conforme à la demande du client.

2. Les aciers inoxydables austénitiques

2.1. Composition et structure

Les aciers inoxydables austénitiques conservent à température ordinaire la structure austénitique cubique à faces centrées. Il s'agit de solutions solides à matrice fer (tab 2.2), généralement à grains fins, obtenues par hypertrempe depuis une température d'austénitisation de l'ordre de 1000-1100°C. Ces aciers représentent le groupe d'aciers inoxydables le plus utilisé dans la pratique.

En dehors du chrome qui permet d'assurer l'inoxydabilité, le nickel constitue le plus important des éléments d'alliage principalement en raison de son caractère γ-gène. Les aciers inoxydables austénitiques sont couramment appelés 18-8 ou 18-10 d'après leurs teneurs respectives en chrome et en nickel.

C	*Cr*	*Ni*	*Mn*	*Si*	*Mo*	*N*	*Fe*
< 0,15%	*16 à 30%*	*4 à 22%*	*0 à 2%*	*0 à 3%*	*0 à 4%*	*0 à 0,4%*	*Bal.*

tableau 2.2 : Intervalle de composition chimique des aciers inoxydables austénitiques (en masse)

Un acier inoxydable austénitique peut contenir de la ferrite δ résiduelle héritée des hautes températures. En effet, le domaine austénitique à haute température est proche du domaine biphasé α+γ. Des hétérogénéités locales de composition peuvent entraîner de la ferrite résiduelle après austénitisation-trempe ou lors d'opérations de soudage par exemple.

2.2. Nuances dérivées

Une vaste gamme de propriétés spécifiques peut être obtenue par une faible variation de composition chimique. L'augmentation de la teneur en Cr, par exemple, conduit à améliorer la résistance à la corrosion et l'augmentation de la concentration d'azote renforce le durcissement de la matrice austénitique.

Des variations de la composition type 18-8 à 0,15C (AISI 302) conduit à toute une famille d'aciers inoxydables austénitiques. La figure 2.6 propose un organigramme de la famille *aciers inoxydables austénitiques* où chaque nuance est dérivée de cette composition de base afin d'apporter une(des) propriété(s) spécifique(s).

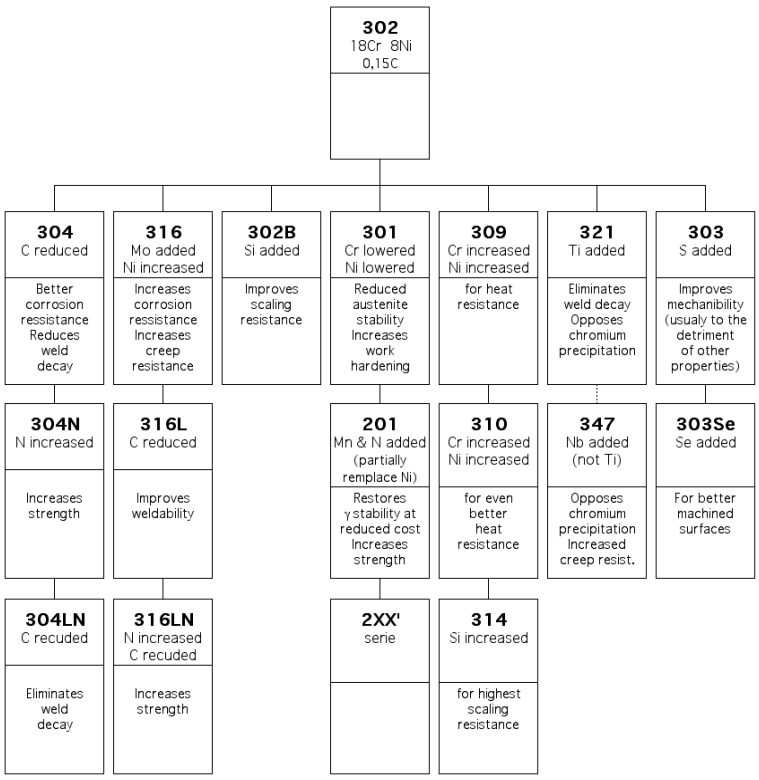


figure 2.6 : Nuances austénitiques dérivées d'une composition de base (liste non exhaustive) *[8, 9]*

Dans les nuances conventionnelles*, les teneurs en soufre sont en général inférieures à 0,03% car les sulfures ont un effet très défavorable sur la résistance à la corrosion, en particulier par piqûres. De même, la concentration en phosphore est maintenue très basse, inférieure à 450ppm en général, car cet élément ségrège aux joints de grains entraînant une fragilisation ou peut former des eutectiques fusibles à basse température avec de nombreux éléments ou impuretés présents dans l'acier (*fissuration à chaud*).

2.3. Déstabilisation de l'austénite

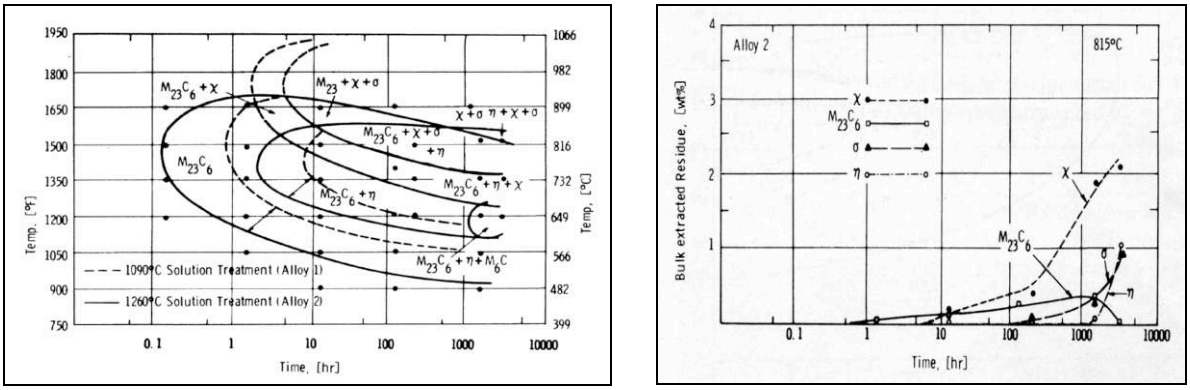
2.3.1. La précipitation dans l'austénite des aciers inoxydables

La structure austénitique des aciers inoxydables est une structure métastable obtenue par hypertrempe depuis des températures supérieures à 1000°C. Une forte proportion des éléments d'alliage est en sursaturation dans la matrice. Il s'en suit lors de recuit ou d'une application en température que ces éléments solutés tendent à précipiter. Les éléments Fe, Cr, Mo, N et C sont les principaux constituants des précipités.

* *hors nuances à usinage amélioré où la présence de sulfures diminue l'effort de cisaillement du copeau et le frottement outil/copeau*

L'étude de la déstabilisation de la matrice austénitique des aciers inoxydables lors de recuits isothermes a fait l'objet de nombreuses publications [10-19]. Les processus de précipitation se produisent sur une large période et de nombreuses phases peuvent apparaître (fig 2.7). La température, le temps et la composition chimique de l'alliage ont des influences très significatives.

Les précipités formés dans l'intervalle de température 500-650°C sont principalement les carbures $Cr_{23}C_6$ alors qu'à plus haute température des intermétalliques apparaissent (phases σ, χ et de Laves η).



figures 2.7 : Diagramme TTP d'un AISI 316L et quantités de précipités [10]

2.3.2. Précipités et ferrite δ

Le carbure $M_{23}C_6$ est le principal carbure de tous les aciers inoxydables non stabilisés. Sa présence est souvent associée à des risques de corrosion intergranulaire. L'écriture $M_{23}C_6$ est la formulation générale du carbure $Cr_{23}C_6$, les éléments Fe et Mo pouvant se substituer au chrome et les éléments B et N au carbone [17].

Il s'agit du premier précipité à se former dans les aciers inoxydables non stabilisés quelque soit la température. La cinétique de précipitation de ce carbure est contrôlée par la vitesse de diffusion du chrome qui est très rapide dans la gamme de température 600-900°C.

La séquence de précipitation des composés $M_{23}C_6$ suit l'ordre joints de grains, parois de macles incohérentes puis cohérentes et enfin dans les grains, parfois autours d'inclusions [10, 20, 21]. Lorsque de la ferrite est présente dans l'austénite, la précipitation du carbure $M_{23}C_6$ débute initialement aux interfaces α/γ. La figure 2.8 montre la facilité de précipitation de ces carbures aux interfaces α/γ et aux joints de grains, alors qu'au moins une décade de temps est nécessaire aux autres sites de germination.

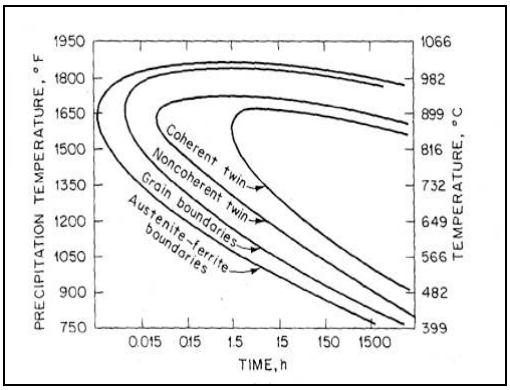


figure 2.8 : Cinétique de précipitation isotherme des carbures $M_{23}C_6$ d'un AISI 304 [21]

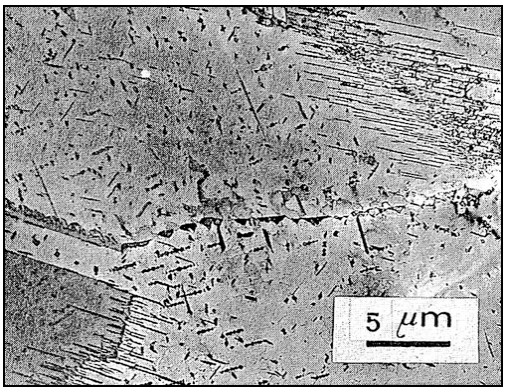


figure 2.9 : Morphologies des carbures $M_{23}C_6$ en fonction des sites de nucléation [5]

La taille et la morphologie des carbures $M_{23}C_6$ peuvent varier énormément au sein d'un même échantillon (fig 2.9). Les carbures sont présents sous forme de petites particules isolées et sous formes de dendrites. Sur les parois de macles cohérentes, les carbures $M_{23}C_6$ ont une forme polyédrique, triangulaire ou hexagonale très mince. Sur les parois de macles incohérentes, les précipités ont une forme de lattes de faible épaisseur qui s'étendent de part et d'autre de la partie incohérente de la macle.

De toutes les phases intermétalliques existantes, seules les phases σ, χ et de Laves η sont observées dans les aciers inoxydables (fig 2.10). Ces phases apparaissent en général dans la gamme de température 600 à 1150°C.

La phase σ est un intermétallique de composition nominale FeCr. Il s'agit une phase dure et fragile que l'on cherche en général à éviter, sa précipitation étant associée à une fragilisation. A l'équilibre, la composition chimique de la phase σ dans un acier austénitique 25-20 est $Cr_{23}Fe_{23}Ni_4$ [22].

La précipitation de la phase σ demande des interfaces à haute énergie. Cette phase se forme tout d'abord aux joints de grains triples, puis aux joints simples et, seulement après des durées élevées, aux parois de macles et enfin sur les inclusions intragranulaires type oxyde [10]. La phase σ apparaît sous formes de gros blocs ou d'ensembles de fines aiguilles [12], sa nucléation étant hétérogène dans la matrice austénitique [10].

La précipitation de la phase σ est toujours précédée de la précipitation de carbures. Le mécanisme de nucléation de cette phase est sujet à controverse, principalement en ce qui concerne le rôle de la ferrite δ et du carbure $M_{23}C_6$. Certains auteurs montrent que la phase σ peut se former à partir des carbures $M_{23}C_6$ [10, 14, 23-25] mais d'autres la trouve indépendante de celle-ci [19, 26, 27].

Les éléments α-gènes sont connus comme ayant un effet *sigmatisant* [18] et le silicium en accélère en plus la cinétique de précipitation [22, 25]. Au contraire, le carbone et l'azote, éléments γ-gènes puissants, inhibent sa formation alors que le manganèse n'a pas d'effet sur celle-ci [17].

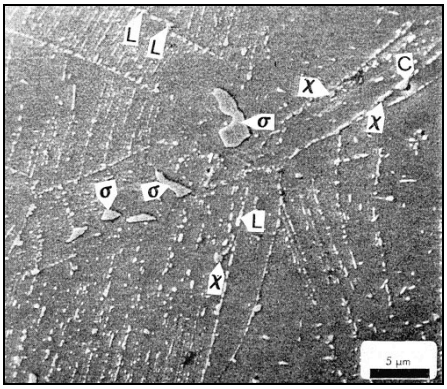


figure 2.10 : Phases σ, χ et de Laves (AISI 316, 710°C-3250h) *[11]*

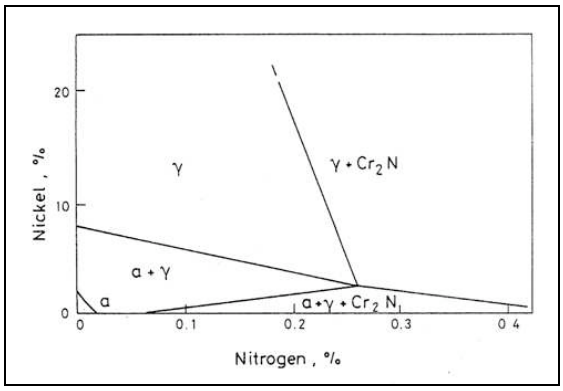


figure 2.11 : Diagramme d'équilibre du système 18Cr-Fe-Ni-N à 900°C *[21]*

La phase χ est un intermétallique mineur principalement observé dans les aciers au Mo du type AISI 316 aux alentours de 750°C et pour des durées élevées. Sa composition nominale est $Fe_{36}Cr_{12}Mo_{10}$ [19] mais cette phase tolère de larges variations de composition, le nickel pouvant notamment se substituer au fer [10]. Les sites de nucléation de la phase χ sont tout d'abord les joints de grains, les parois de macles et, occasionnellement, dans les grains sur les dislocations [10]. Il apparaît que cette phase peut fréquemment croître depuis les carbures $M_{23}C_6$ qui se décomposent après de longs maintiens à haute température [16].

La phase de Laves (η) est également un constituant mineur des aciers inoxydables au Mo (du type AISI 316) où elle se forme sous Fe_2Mo. Sa présence apparaît surtout dans les nuances stabilisées pour former Fe_2Nb et plus rarement Fe_2Ti (cf *Aciers inoxydables ferritiques / Stabilisation*).

La précipitation de **nitrure de chrome Cr_2N** est rare dans les aciers inoxydables de la série AISI 300, la solubilité de l'azote y étant suffisamment élevée (fig 2.11). Lorsque la solubilité de l'azote est dépassée, les nitrures de chrome Cr_2N précipitent simultanément aux carbures $M_{23}C_6$ [28]. Toutefois, ce nitrure peut se former lors d'un recuit à l'air, particulièrement aux surfaces exposées à cet environnement. L'azote diffuse dans le métal pour réagir avec le chrome.

La ferrite δ résiduelle possède des concentrations en chrome et en éléments α-gènes plus importantes que celles de la matrice austénitique et, du fait de sa structure, la vitesse de diffusion de ces éléments y est plus rapide. Lors d'un recuit, cette phase peut se décomposer en austénite, phase thermodynamiquement la plus stable, et en une grande variété de composés selon la réaction :

$$\text{Fer } \delta \rightarrow \gamma + \text{précipités}$$

Ces composés sont principalement les carbures $M_{23}C_6$. En fonction de la température, les intermétalliques σ et χ peuvent également se former mais en moindre quantité car leur cinétique est plus lente [28-30].

D'autre part, l'interface α/γ présente la plus haute énergie et donc la précipitation des différents précipités précédents débute en général à cette interface.

2.3.3. Influence de la déstabilisation sur les propriétés

La déstabilisation de l'austénite peut entraîner un phénomène de sensibilisation à la corrosion ou un durcissement de la matrice voire une fragilisation.

La précipitation de carbure de chrome $M_{23}C_6$ dans les joints de grains entraîne l'apparition de zones appauvries en chrome de part et d'autre des précipités. Si cette déchromisation locale entraîne des teneurs en chrome inférieures aux 10-11% requises pour assurer l'inoxydabilité, l'alliage se corrode le long des joints de grains. Il s'agit du phénomène bien connu de sensibilisation à la corrosion intergranulaire des aciers inoxydables.

Les propriétés mécaniques sont fonction de la quantité de précipités présents dans la matrice austénitique. La dureté Vickers est d'autant plus élevée que la quantité de précipités est forte [10, 18]. Une chute importante de la résilience (essai Charpy), l'essai qui sert souvent à évaluer la présence de phases fragiles, apparaît dès la formation des premiers carbures $M_{23}C_6$. Cette baisse se poursuit lors de la croissante du nombre de précipités [10, 18].

En fluage, la précipitation de carbures de chrome dans les joints de grains peut améliorer les propriétés de l'alliage mais cet effet n'est pas très important pour les aciers inoxydables austénitiques qui possèdent déjà une bonne résistance au fluage [15, 31]. Cependant, la précipitation de la phase σ peut conduire à une fragilisation entraînant une rupture prématurée. Un bel exemple est donné par un tube AISI 316 de refroidissement d'un réacteur nucléaire rompu après $2x10^8$ heures à 600°C environ, la précipitation de phase σ aux joints de grains ayant accélérée la formation de cavités de fluage [13].

En traction, certains auteurs notent que la limite d'élasticité et la résistance mécanique d'échantillons vieillis 10 000 heures entre 600 et 800°C ne sont pas influencées par la précipitation [18] alors que d'autres trouvent une forte augmentation de la limite d'élasticité après plus de 30 000 heures à 650°C [31]. Cependant, ces auteurs s'accordent sur la chute importante de ductilité entraînée par la précipitation.

3. Les aciers inoxydables ferritiques

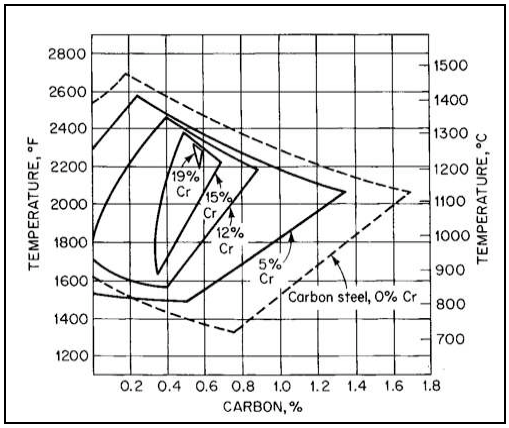
Peu utilisés à leurs débuts pour leur manque de ductilité ou de soudabilité et leur fragilité, les aciers inoxydables ferritiques ont connu depuis 50 ans une phase de développement importante. Les travaux intensifs des années 1970 aboutirent à des aciers inoxydables ferritiques ayant une bonne soudabilité et une mise en œuvre facilitée.

Les progrès effectués dans l'élaboration et la transformation des métaux ont été prépondérants au développement et à l'utilisation industrielle de ces aciers. Aujourd'hui, les aciers inoxydables ferritiques peuvent, dans un certain nombre d'applications, rivaliser avec les aciers austénitiques beaucoup plus chargés en éléments d'alliage et donc beaucoup plus coûteux.

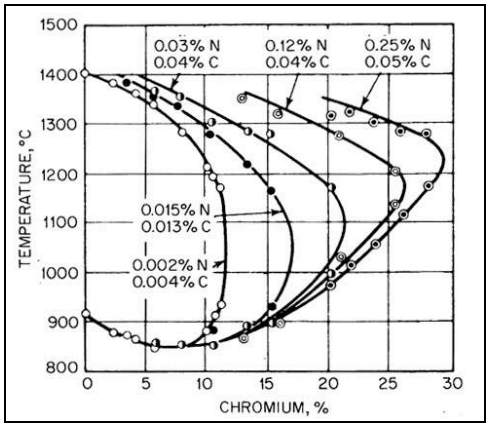
3.1. Composition et structure

Les aciers inoxydables ferritiques possèdent une structure simple qui, à l'ambiante, consiste en une solution solide Fe-C-Cr de structure cubique centrée. La solubilité des interstitiels est très faible dans la ferrite.

Le chrome est un élément α-gène du fer. Le diagramme Fe-Cr (cf fig 2.1) montre l'absence de transformation austénitique à toute température lorsque la concentration en chrome est supérieure à 13%. Au contraire, le carbone et l'azote sont des éléments γ-gènes puissants et ils favorisent l'étendue de la boucle γ même à très faibles teneurs (fig 2.12 et 2.13). Pour cette raison, les teneurs en C et N des aciers inoxydables ferritiques sont moins élevées que dans les aciers inoxydables austénitiques.



figures 2.12 : Domaine austénitique en fonction de la teneur en Cr dans une matrice Fe-C [1]



figures 2.13 : Domaine austénitique en fonction des teneurs en C et N dans une matrice Fe-Cr [1]

D'une manière générale, les aciers inoxydables ferritiques ne sont pas très chargés en éléments d'addition (tab 2.3), ce qui les différencie également des aciers inoxydables austénitiques.

C	*Cr*	*Mn*	*Si*	*Mo*	*Autres*	*Fe*
< 0,12%	11 à 27%	< 1,25%	< 1%	0 à 1,25%	Cu, Nb, Ti	Bal.

tableau 2.3 : Intervalle de composition chimique des aciers inoxydables ferritiques (en masse)

Le carbone et l'azote agissent sensiblement sur la résistance à la corrosion et leurs teneurs sont toujours maintenues extrêmement basses. Comme dans le cas des aciers inoxydables austénitiques, les teneurs en soufre et en phosphore sont réduites afin d'éviter la formation néfaste de sulfures ou phosphorures.

3.2. Nuances dérivées

L'acier inoxydable ferritique de base est l'AISI 403. Cet alliage contient suffisamment de chrome (environ 12%) afin d'assurer l'inoxydabilité et, par ailleurs, ses teneurs en C et N sont basses pour conduire à la structure α. Bien que qualifié d'inoxydable, cet acier présente toutefois une résistance à la corrosion limitée.

En utilisation industrielle, les nuances dont la teneur en chrome passe à 17% (AISI 430) sont largement privilégiées. Les éléments d'addition sont préférentiellement des éléments α-gènes et leurs influences demeurent sensiblement identiques au cas des nuances austénitiques.

Il existe moins d'aciers inoxydables de nuances ferritiques que de nuances austénitiques. Le choix d'un acier s'effectue en premier lieu suivant des critères de résistance à la corrosion, donc essentiellement de teneur en chrome. Ensuite, le besoin d'une propriété spécifique oriente le choix vers une famille de nuances (fig 2.14).

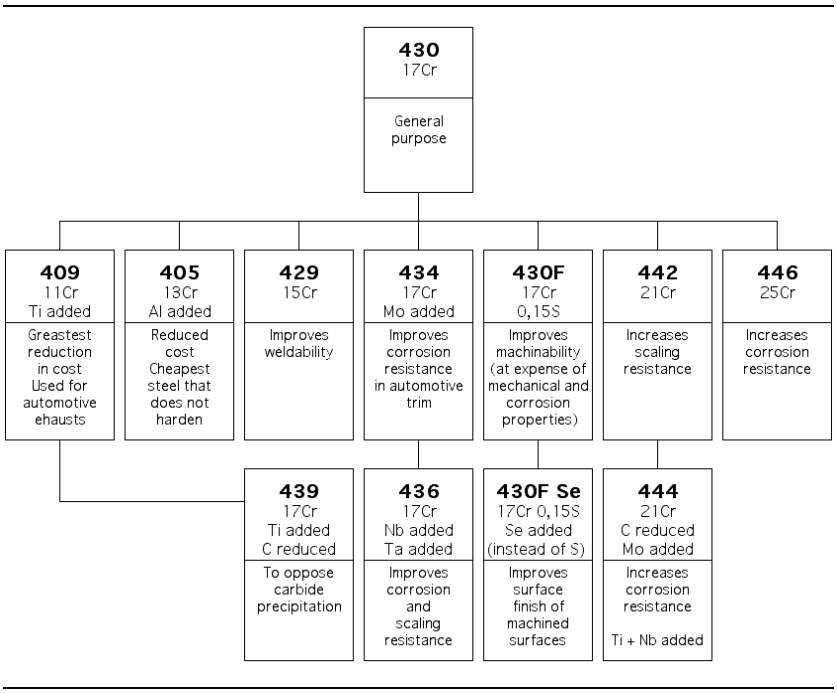


figure 2.14 : Nuances ferritiques dérivées d'une composition de base (liste non exhaustive) *[8, 9]*

Les aciers inoxydables ferritiques modernes proposent un éventail de propriétés ce qui, au même titre que les aciers austénitiques, permet de répondre d'une manière singulière aux besoins d'une application.

3.3. Propriétés

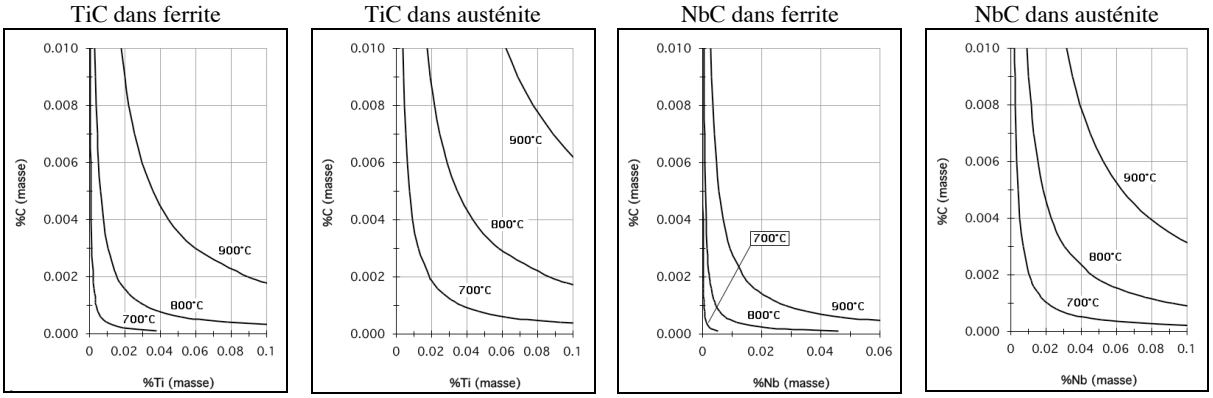
Une grande partie des propriétés est directement liée à la structure du matériau. Ainsi, quelques propriétés sont spécifiques aux aciers inoxydables ferritiques.

Dans la ferrite, la **diffusion** des éléments est, à chaque température, de plusieurs décades plus rapide que dans l'austénite (tab 2.4). Le réseau cristallin de la ferrite (cubique centrée) possédant une compacité moins élevée que celle de l'austénite (cubique à faces centrées), les processus de diffusion s'y accomplissent plus facilement.

	Fer α (ou δ)			*Fer γ*		
	20°C	*400°C*	*800°C*	*20°C*	*400°C*	*800°C*
Fe	10^{-46}	10^{-19}	10^{-12}	10^{-53}	10^{-22}	10^{-14}
C	10^{-17}	10^{-8}	10^{-5}	10^{-27}	10^{-13}	10^{-8}
N	10^{-17}	10^{-8}	10^{-6}	10^{-31}	10^{-13}	10^{-8}
Cr	10^{-42}	10^{-18}	10^{-11}	10^{-37}	10^{-18}	10^{-13}
Si	10^{-50}	10^{-21}	10^{-13}	10^{-48}	10^{-20}	10^{-13}
Ti	10^{-47}	10^{-19}	10^{-12}	10^{-49}	10^{-21}	10^{-13}

tableau 2.4 : Ordre de grandeur des coefficients de diffusion en volume (autodiffusion pour Fe) des éléments d'alliage dans le fer α ou γ ($cm^2.s^{-1}$) *[28]*

Inversement, la **solubilité** est, d'une manière générale, moins élevée dans la ferrite que dans l'austénite (fig 2.15).



figures 2.15 : Produits de soluté des carbures TiC et NbC *[32]*

Cependant, les aciers ferritiques ne présentent pas la spectaculaire consolidation des aciers austénitiques et sont moins ductiles. Leurs propriétés mécaniques s'effondrent vite avec la température. Les propriétés en fluage sont particulièrement faibles. Enfin, précisons que les aciers entièrement ferritiques ne sont **pas thermiquement durcissables**.

Les processus thermiquement activés comme la croissance des grains ou la précipitation sont aussi significativement plus rapides. Pour des teneurs en carbone supérieures à 0,01% environ, même une trempe très rapide ne suffit pas pour empêcher la précipitation des carbures [5].

La température de **transition ductile-fragile** des aciers ferritiques est assez marquée et proche de la température ambiante. Cette propriété est commune à tous les aciers ferritiques, inoxydables ou non, et en limite l'utilisation à des produits minces d'épaisseur de l'ordre de quelques millimètres.

D'une manière générale, les **propriétés mécaniques** à température ambiante des aciers inoxydables ferritiques sont du même ordre de grandeur que celles présentées par les nuances austénitiques (tab 2.5).

Traction (20°C)	*Inox α*	*Inox γ*
$R_{p0,2\%}$ (MPa)	275-550	205-575
R_m	415-650	490-860
A%	10-25	30-60

tableau 2.5 : Propriétés en traction d'aciers inoxydables usuels *[9]*

Les aciers inoxydables ferritiques sont **ferromagnétiques** jusqu'à la température de Curie (T_{Curie}=725°C pour un acier à 17%Cr [6]). Cela permet de facilement les distinguer des aciers austénitiques par l'utilisation d'un simple aimant.

D'autre part, les aciers inoxydables ferritiques présentent un **coefficient de dilatation thermique** se situant à une valeur d'un tiers inférieure à celui des aciers austénitiques (tab 2.6) et une conductivité thermique habituellement plus élevée.

$x10^6K^{-1}$	*AISI 430*	*AISI 304*
20-200°C	10,5	17
20-400°C	11,2	18

tableau 2.6 : Coefficients de dilatation thermique des aciers inoxydables AISI 430 et AISI 304 *[1]*

En **corrosion**, la résistance à l'apparition de piqûres peut être considérée comme équivalente à celle d'un acier austénitique de même teneur en chrome [33]. L'originalité des aciers inoxydables ferritiques par rapport aux aciers austénitiques est de résister parfaitement aux phénomènes de corrosion sous contrainte.

Durant un maintien prolongé à une température comprise entre 450 et 800°C environ ou lors d'un refroidissement lent, les aciers inoxydables non stabilisés sont particulièrement sensibles à la **précipitation de carbures de chrome** du fait de la diffusivité importante des espèces dans la structure α.

D'autre part, lors d'un chauffage à une température supérieure à 900°C, les structures cubiques centrées sont particulièrement exposées au **grossissement des grains** dans des proportions considérables. Le grossissement des grains entraîne notamment une diminution de K_{Ic} et $R_{p0,2\%}$. Il faut donc soigneusement contrôler ce paramètre lors du laminage où taux d'écrouissage et température de recristallisation doivent être convenablement choisis.

4. Les aciers inoxydables stabilisés

4.1. La stabilisation

Afin de limiter la précipitation de composés riches en chrome, le rôle des éléments stabilisants est de fixer le carbone et l'azote sous forme de composés thermodynamiqement plus stables que les carbures $M_{23}C_6$. Suffisamment stabilisé, l'acier est insensible à la précipitation de $Cr_{23}C_6$ (et Cr_2N) supprimant ainsi tout risque de corrosion intergranulaire.

La stabilisation du carbone et de l'azote ne nécessite l'addition que de peu d'éléments stabilisants. La quantité exacte de stabilisants nécessaire est fonction des teneurs en C et N dans l'alliage et de la nature de l'élément stabilisant. Cela conduit à créer une famille d'aciers dits *stabilisés*.

Les éléments d'addition formant des carbures et des nitrures plus stables que les carbures et nitrures de chrome peuvent être observés sur les diagrammes d'Ellingham ou d'après la température de fusion de leurs carbures-nitrures (fig 2.16).

Le mode d'action des stabilisants passe par les phénomènes de précipitation mais aussi par des interactions avec les phénomènes métallurgiques tels que la recristallisation ou le blocage du mouvement des dislocations. La formation de composés très fins et très nombreux modifie considérablement les microstructures et les propriétés des alliages stabilisés.

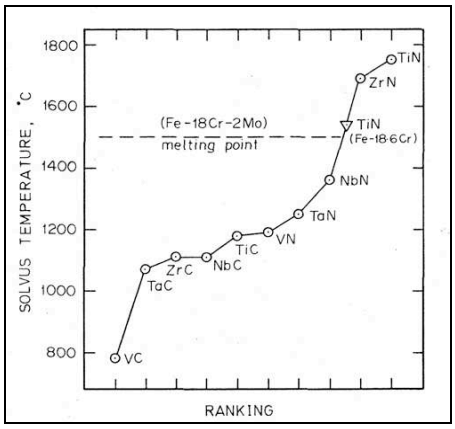


figure 2.16 : Température de fusion de carbures et nitrures *[34]*

4.2. Titane, niobium et carbonitrures

4.2.1. Le titane

Le titane, α-gène, est l'élément le plus souvent utilisé comme stabilisant. Sa première utilisation historique dans un système d'échappement remonte à 1961 où un acier inoxydable ferritique à 12% de chrome stabilisé par le titane a été développé par la société Allegheny Ludlum pour la Ford Thunderbird [35-38].

Cet élément est susceptible de former de nombreux composés comme des oxydes, des sulfures, des nitrures, des carbures ou encore des phosphorures. Utilisé comme stabilisant, il ne devient actif que lorsque tout l'oxygène, l'azote et le soufre dissous ont été consommés. Le titane peut former avec le soufre TiS ou $Ti_4C_2S_2$ préférentiellement à MnS, d'où une résistance à l'apparition de piqûres renforcée pour les aciers inoxydables stabilisés au Ti [39]. Enfin, le titane peut également réagir avec le phosphore pour former FeTiP.

La quantité de titane nécessaire à une stabilisation complète du carbone et de l'azote est ainsi supérieure à la simple stoechiométrie des carburonitrures : Ti > 4.C + 3,4.N (m%) [39]. Des formules de stabilisation sont proposées à partir d'essais de résistance à la corrosion sur cordons soudés (m%) :

$$Ti > 0{,}15 + 4(C+N) \quad [40]$$
$$Ti > 0{,}08 + 8.(C+N) \quad [41]$$

A l'élaboration, dans le bain liquide, le titane forme le nitrure TiN qui n'est pas soluble d'où son rôle assimilé à celui d'une inclusion. La température de fusion de ce nitrure étant très élevée, il ne pourra plus être remis en solution. Une fois tout l'azote fixé (suite aux précipitations du soufre et de l'oxygène), l'excès de titane précipite sous forme de carbure TiC.

Le carbure et le nitrure de titane ont une solubilité mutuelle et peuvent former un carbonitrure Ti(C,N) [28]. Le rapport TiN/TiC dans ce carbonitrure est fonction du rapport N/C de l'acier.

4.2.2. Le niobium

Le niobium, élément également α-gène, forme les précipités les plus fins qui peuvent être obtenus avec l'utilisation de stabilisants d'où un durcissement global intéressant. Cet élément est très efficace pour contrôler la taille des grains. Le niobium est beaucoup moins oxydable que le titane et n'a pas d'affinité avec le soufre ou le phosphore. Ainsi, le niobium employé comme stabilisant ne présente pas de teneur inefficace.

En présence de carbone ou d'azote, le niobium peut former NbC ou NbN. Cependant, les structures cristallographiques des composés NbC et NbN sont très proches et forment une solution solide en toute proportion. Ainsi, dans les aciers inoxydables au niobium, des carbonitrures de niobium Nb(C,N) sont généralement observés plutôt que des carbures et des nitrures distincts [42].

La formule la plus courante du carbonitrure Nb(C,N) est $NbC_{0,8}N_{0,14}$ [43]. Cependant, ce carbonitrure peut être riche en carbone ou riche en azote et peut également contenir du fer, du chrome et du molybdène [42].

La quantité théorique requise pour une stabilisation totale par le niobium, en se basant sur un calcul stoechiométrique, est Nb = 7,7.C + 6,6.N (m%) [39] mais, comme précédemment, la formule empirique Nb > 0,20 + 5.(C+N) est proposée [40]. Les carbures de niobium NbC se forment à plus basse température que les carbures de titane TiC. Ainsi, les carbures NbC sont de plus petite taille que ceux au titane et leur effet durcissant est alors plus prononcé.

Un excès de stabilisants conduit à former la phase de Laves Fe_2Nb et le carbure Fe_3Nb_3C. Mis à part les trois composés Nb(C,N), Fe_3Nb_3C et Fe_2Nb, d'autres formes complexes sont également susceptibles de précipiter dans l'intervalle 550-850°C mais seulement après des temps d'exposition extrêmement longs [28].

4.3. Mécanismes de précipitation

Différents composés peuvent apparaître au cours de l'élaboration des aciers stabilisés, de leur traitements thermomécaniques et lors de leur utilisation. La stabilité des composés est liée à plusieurs paramètres à la fois tels que la nature et la quantité des éléments présents dans l'acier ou la température (fig 2.17).

Une première phase de précipitation a lieu lors de l'élaboration du métal. Cependant, afin de pouvoir profiter pleinement des éléments stabilisants, la majorité des phases précipitées doit être remise en solution avant l'utilisation de l'acier. Les conditions de formation des nouveaux précipités ont une grande influence sur les phénomènes engendrés.

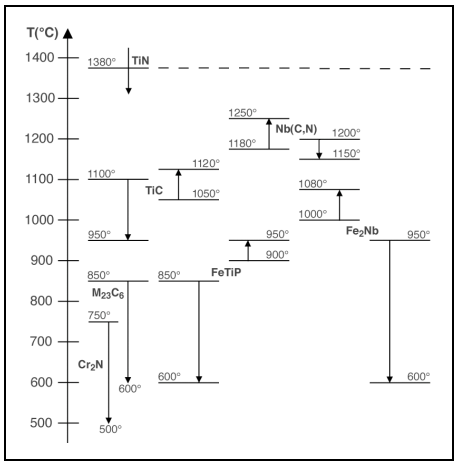


figure 2.17 : Aperçu des températures de précipitation et de dissolution dans un acier inoxydable ferritique [44]

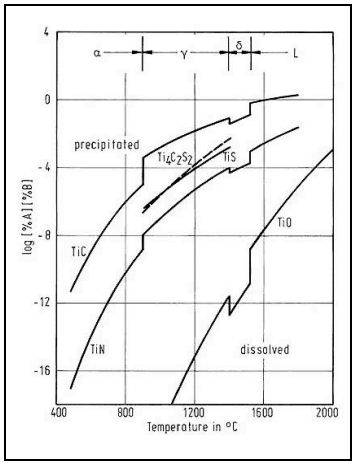


figure 2.18 : Solubilité des composés dans la ferrite, l'austénite et le bain liquide [35]

4.3.1. Précipitation à l'élaboration et lors du laminage [36, 45-47]

• Cas d'un acier stabilisé au titane

Le titane présente une haute réactivité avec tous les éléments métalloïdes dans la séquence O, N, S, C et P (fig 2.18). Durant l'élaboration industrielle des aciers inoxydables, entre l'AOD et la coulée continue, les éléments stabilisants sont additionnés *en poche* au métal liquide. Ces opérations sont conduites à l'abri de l'air (pas d'oxydation) et le métal liquide obtenu est alors coulé en continu.

Dans le bain fondu (T>1500°C) et en tout début de solidification, le titane se combine à l'azote pour former le nitrure **TiN** très stable qui ne se décomposera pas durant les phases ultérieures de traitements thermomécaniques. Hormis les éventuels oxydes de titane TiO_2, le nitrure TiN est le premier composé à se former dans ces aciers. Ce nitrure est de forme rectangulaire de 40nm à quelques micromètres de longueur (fig 2.19). A la solidification, TiN présente un effet favorisant la germination [39, 40] mais les précipités formés à haute température sont généralement assez grossiers et leur capacité à affiner la microstructure en est diminuée [35].

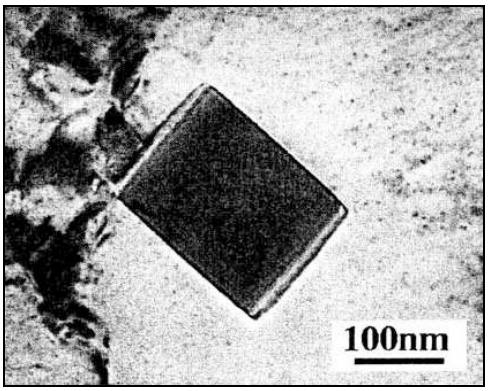


figure 2.19 : Précipité TiN *[48]*

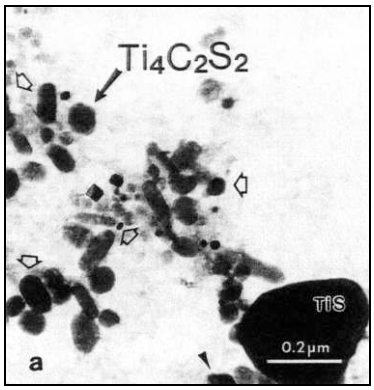


figure 2.20 : Précipités TiS et $Ti_4C_2S_2$ *[46]*

Si l'acier contient un excès de titane après la précipitation de TiN, lors du réchauffage des brames (1200°C environ) avant le laminage à chaud, il y a formation du sulphure $\mathbf{Ti_{1-x}S}$ quelle que soit la teneur en soufre. Ce sulfure est de faible stabilité et conduit durant le laminage (de 1200 à 900°C) et au bobinage (de 700 à 600°C) à former $\mathbf{Ti_4C_2S_2}$ (phase H) en consommant le carbone de l'austénite (fig 2.20). La phase H peut être considérée comme une inclusion [46]. Ces transformations ont lieu préférentiellement à la formation de MnS et TiC.

Le carbure de titane **TiC** se forme ensuite, au refroidissement, en fonction de la quantité de titane encore disponible. Après le laminage à froid, la phase H se décompose partiellement lors du recuit final pour former le carbure TiC d'une part et, d'autre part, réagir avec le phosphore pour former **FeTiP**. Le sulfure de manganèse MnS peut également apparaître mais une importante quantité de Mn est pour cela nécessaire (environ 1%).

La transformation *in situ* de TiS en $Ti_4C_2S_2$ est le tout premier processus de stabilisation du carbone mais elle limite la formation des carbures TiC.

• Cas d'un acier stabilisé au titane et au niobium

Dans le cas d'un acier bi-stabilisé par Ti+Nb, si le rapport atomique Ti/N est de l'ordre de l'unité, tout l'azote est combiné au titane. Les sulfures, carbosulfures ou carbures de titane ne peuvent pas se former. Le soufre réagit alors avec le manganèse pour former MnS et le carbure de niobium NbC apparaît ensuite au refroidissement. La séquence de précipitation est ainsi TiN, MnS et NbC.

Si le rapport Ti/N est supérieur à l'unité, de petite quantité de sulfures, carbosulfures ou carbures de titane peuvent apparaître. La phase H se présente sous $(Ti,Nb)_4C_2S_2$ dans un acier bistabilisé Ti+Nb.

4.3.2. Mise en solution

De nombreux précipités se sont formés suite aux étapes d'élaboration et de transformation du métal. D'une manière générale, une mise en solution notable de ces précipités nécessite des hautes températures, de l'ordre de 1100-1200°C pour les aciers stabilisés Ti et/ou Nb. Le grossissement des grains est fonction de la température de réchauffage mais celui-ci est freiné par la présence des précipités *primaires* qui épinglent les joints (freinage de Zener). Cet effet disparaît dès leur mise en solution [43].

La température et le temps de maintien conditionnent la qualité de la mise en solution. Les carbures sont plus facilement remis en solution que les nitrures et (carbo)sulfures qui demandent des températures ou des temps élevés avant de se dissoudre (tab. 2.7). Enfin, les nitrures de titane TiN et les oxydes ne peuvent être remis en solution et sont à considérer comme des inclusions.

traitement thermique	*observations MET*
1050°C-30min	$Ti_4C_2S_2$, TiS, TiC, MnS
1150°C-30min	$Ti_4C_2S_2$, TiS
1250°C-30min	$Ti_4C_2S_2$

tableau 2.7 : Précipités présents dans un acier IF monostabilisé Ti après mise en solution *[49]*
(acier austénitique IF 4C-2,5N-8S-49Ti, teneurs en ppm)

4.4. Effet des stabilisants sur les propriétés mécaniques

Le durcissement global d'une matrice métallique est la somme des effets de chaque mécanisme mis en jeu. Ainsi, la limite d'élasticité ou la résistance mécanique peut s'exprimer par [50, 51] :

$$\sigma = \sigma_0 + \sigma_{ss} + \sigma_{prec} + \sigma_{text} + k.d^{-1/2} + \sigma_{disl}$$

La première contribution σ_0 correspond à la force de friction du réseau (force de Peierls).

La seconde contribution σ_{ss} est le durcissement par solution solide. Celui-ci est obtenu en insérant dans le réseau Fe des éléments qui contribuent au durcissement de la matrice. Les éléments interstitiels carbone et azote durcissent le plus la matrice (fig 2.21).

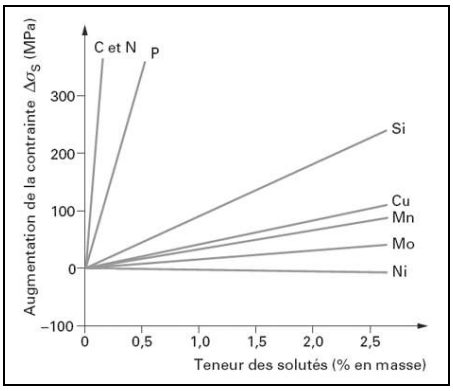


figure 2.21 : Effet des éléments d'alliage sur le durcissement par solution solide à l'ambiante *[52]*
- acier ferritique de construction -

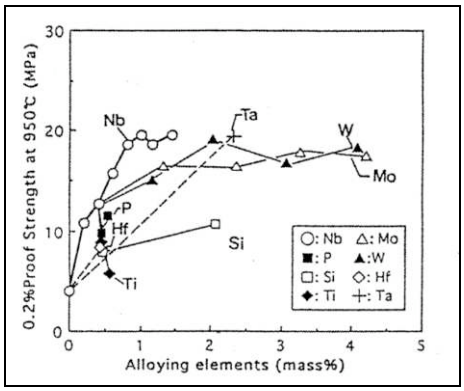


figure 2.22 : Effet des éléments d'alliage sur le durcissement par solution solide à 950°C *[53]*
- acier ferritique 19Cr, 0,02C+N -

L'addition de chrome ne permet pas le durcissement de ferrite, contrairement au cas d'une matrice austénitique [52]. Par contre, tous les éléments stabilisants permettent de durcir la matrice ferritique, le niobium (plus volumineux) étant l'élément le plus efficace (fig 2.22) [53, 54].

La troisième contribution σ_{prec} est relative au durcissement par précipitation, c'est-à-dire le durcissement lié à la précipitation des carbonitrures ou autres phases dans l'acier stabilisé. Dans ce cas, l'effet de ce durcissement dépend de la nature, de la forme et de la taille des précipités. La figure 2.23 illustre l'effet de taille sur la capacité de durcissement par précipitation de NbC dans le cas d'un acier stabilisé au Nb. Les particules les plus efficaces sont les plus fines. Dès lors que leur diamètre est supérieur à 20nm, leur pouvoir durcissant est très fortement limité.

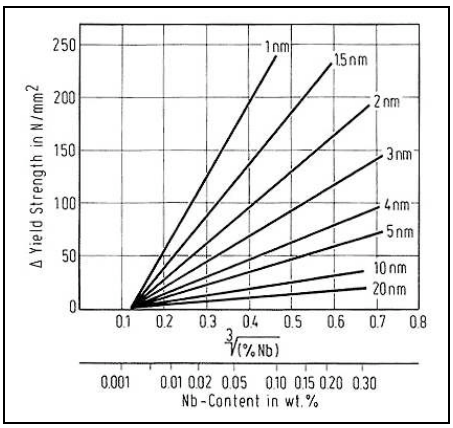


figure 2.23 : Effet de la fraction volumique et de la taille des précipités NbC sur le durcissement *[47]*

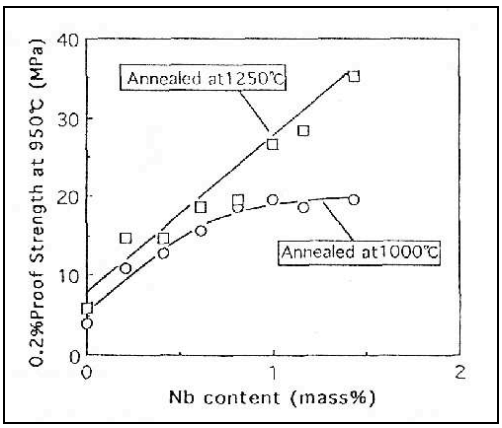


figure 2.24 : Limite d'élasticité à 950°C en fonction de la température de mise en solution *[53]*
- acier inoxydable ferritique (19Cr, C+N=0,02) -

Les trois dernières contributions sont attribuables à la structure (ferritique, austénitique ou mixte), la taille de grains via la relation de Hall et Petch et la résistance liée à la présence de dislocations (durcissement par écrouissage).

Les mécanismes de durcissement effectifs dans les aciers inoxydables stabilisés sont complexes. L'efficacité de chacun des mécanismes élémentaires précédents est fonction de nombreux paramètres tels que la quantité de stabilisant(s), leur répartition en solution ou sous forme de précipités, la nature et la cohérence de ces précipités ou encore la taille de grains du matériau [53-58].

Les meilleures propriétés mécaniques des aciers stabilisés sont obtenues avec une mise en solution des éléments stabilisants et une dissolution complète des précipités (fig 2.24). D'autre part, une amélioration des propriétés en fluage peut être obtenue par précipitation intergranulaire de phases de Laves Fe_2Nb à haute température [5, 42, 59], ce qui demande une surstabilisation en niobium.

5. Oxydation (corrosion à haute température)

5.1. Mécanismes de base

5.1.1. Réaction d'oxydation

Les atmosphères oxydantes les plus courantes sont l'oxygène, la vapeur d'eau et le dioxyde de carbone CO_2. Elles entraînent la formation d'oxydes. La réaction globale de la formation d'un oxyde sur un métal M peut s'écrire

$$2x.M + y(O_2) \rightarrow 2.M_xO_y$$

Cette réaction ne se produit que si la variation d'enthalpie libre ΔG du système considéré est négative et si sa cinétique est suffisamment élevée.

Le diagramme d'Ellingham représente la variation de l'enthalpie libre standard de formation avec la température pour une pression d'oxygène donnée (fig 2.25). Ce diagramme permet de définir l'affinité des métaux pour l'oxygène à l'équilibre thermodynamique. La stabilité de l'oxyde formé est d'autant plus grande que la valeur de ΔG_0 est négative.

Si le volume de l'oxyde formé est supérieur à celui du métal corrodé qui lui a donné naissance, la couche d'oxyde constitue une barrière qui empêche le contact direct entre le gaz réactif de l'environnement et le substrat métallique. Le phénomène de corrosion se poursuit alors par transport de matière au travers de la couche soit par diffusion d'oxygène vers le métal, soit par la diffusion de métal vers la surface ou, dans certains cas, des deux. Le mécanisme de transport dans la couche d'oxyde contrôle généralement la vitesse de corrosion.

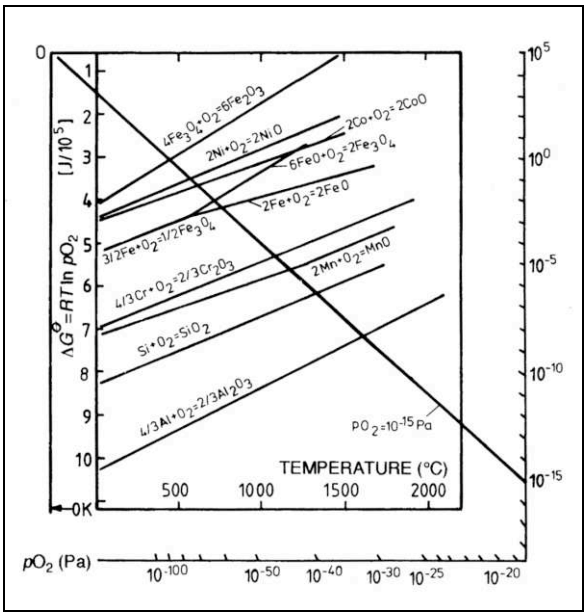


figure 2.25 : Variation d'enthalpie libre standard de formation de quelques oxydes métalliques *[60]*

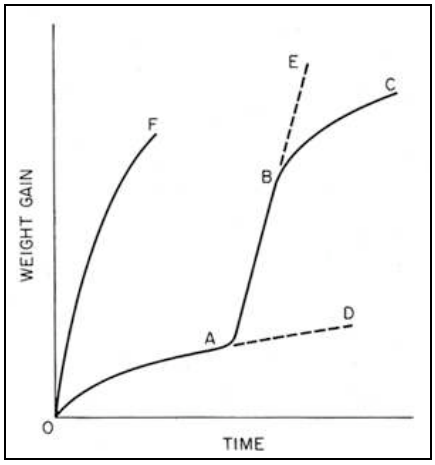


figure 2.26 : Prise de masse d'un acier inoxydable en oxydation isotherme *[61]*

5.2. Oxydation des aciers inoxydables

5.2.1. Aspect cinétique [1, 61, 62]

L'oxydation des aciers inoxydables présente une première période durant laquelle il y a protection du métal. La cinétique d'oxydation est parabolique, correspondant à une vitesse d'oxydation décroissante avec le temps (courbe *OAD* sur fig 2.26).

Dans certaines conditions plus sévères, la période initiale *OA* est suivie d'une brusque augmentation de la vitesse d'oxydation (courbe *AB*). Cette transition correspond à la perte de protection de la couche d'oxyde par fissuration, écaillage, décollement ou volatilisation de l'oxyde. Selon la composition de l'alliage et des conditions d'oxydation, la protection du métal est définitivement perdue (courbe *BE*) ou elle peut à nouveau s'établir (courbe *BC*) parfois à nouveau suivie d'une brusque augmentation de la cinétique d'oxydation de type *AB*.

Sous des conditions d'oxydation extrêmes, l'oxyde n'est jamais protecteur et la vitesse d'oxydation est continuellement croissante (courbe *OF*).

5.2.2. Composition des couches d'oxyde

Pris séparément, tous les éléments des aciers inoxydables sont susceptibles de s'oxyder dans l'air aux températures élevées en formant des oxydes bien définis. Cependant, l'oxydation des aciers inoxydables comporte une première période au cours de laquelle se produit une oxydation sélective du chrome avec appauvrissement en chrome du métal sous-jacent et formation d'un film d'oxyde riche en chrome et protecteur de la surface [62].

Ce film correspond au sesquioxyde de chrome Cr_2O_3 pouvant contenir de petites quantités de fer ou de nickel selon la composition de l'alliage de base. Par suite de la diffusion inverse de l'oxygène, le chrome s'oxyde sur place dans la matrice métallique [62]. Des filaments de silice SiO_2, considérée comme amorphe, peuvent être présents à l'interface métal/oxyde et aux joints de grains (fig 2.27) ainsi que de la fayalite Fe_2SiO_4 [64]. La précipitation interne est favorisée par l'appauvrissement en chrome lié à la formation de la chromite en surface [62, 65].

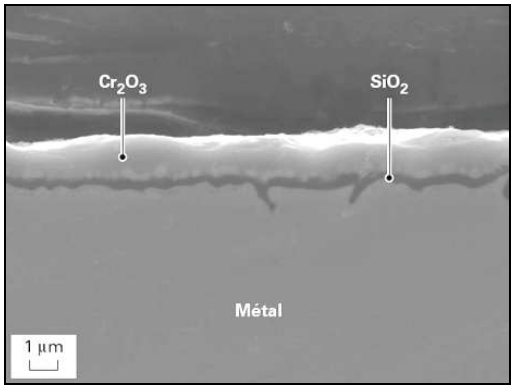


figure 2.27 : Formation des oxydes Cr_2O_3 et SiO_2 à 900°C sur un acier inoxydable ferritique 17Cr-0,5Si *[63]*

Dans un second temps, suite à l'oxydation du chrome, le fer s'oxyde à son tour en Fe_2O_3 après avoir diffusé au travers de la couche d'oxyde de chrome. La cinétique d'oxydation est lente car la diffusion des cations à travers l'oxyde Cr_2O_3 est très lente. Cette période correspond à la formation d'une nouvelle couche d'oxyde de structure duplex [1, 61, 62, 65]. La couche interne est constituée d'un oxyde spinelle $Fe^{3+}_{2-x}Cr^{3+}_{x}Fe^{2+}O_4$ ($0 < x < 2$) qui admet pour limites la magnétite Fe_3O_4 et le chromite de fer $FeCr_2O_4$. Cet oxyde peut contenir en solution les éléments nickel, manganèse ou silicium ainsi que de la chromite. La couche externe est l'oxyde ferrique Fe_2O_3 pouvant également contenir du chrome ou d'autres éléments d'addition en solution.

Dans la couche de chromite Cr_2O_3, la diffusion de manganèse est la plus rapide, suivie de celle du fer (tab. 2.8) [66]. Lors de l'oxydation des aciers inoxydables contenant du Mn, la phase spinelle surplombant $(Cr,Fe)_2O_3$ peut alors s'écrire $MnCr_{2-x}M_xO_4$ avec M le fer ou le manganèse.

D ($cm^2.s^{-1}$)	***Fe-20Cr***	***Fe-20Cr-12Ni***
Fe	3.10^{-15}	7.10^{-16}
Cr	4.10^{-16}	8.10^{-16}
Ni	8.10^{-16}	4.10^{-16}
Mn	2.10^{-15}	10^{-14}

tableau 2.8 : Valeurs des coefficients de diffusion en volume dans la chromite 900°C-4h *[66]*

L'oxydation des aciers inoxydables se traduit par l'apparition de plusieurs composés oxydés successifs plus ou moins poreux à la surface du matériau ou en oxydation interne. Certains auteurs dénombrent 6 couches d'oxydes différentes pour un AISI 316 [67]. Les compositions chimiques de ces couches sont la plupart du temps assez éloignées de la simple stœchiométrie des oxydes connus et de nombreux éléments peuvent s'y substituer. Le métal sous-jacent est appauvri en éléments oxydés, principalement en Cr, Mn et Si.

En surface externe, différentes morphologies des oxydes peuvent être observées. Les oxydes formés avant l'*oxydation catastrophique* sont fonction de la vitesse d'oxydation. Pour un acier AISI 304 après 1100°C-30mins, la surface est caractérisée par la présence de petites pustules caractéristiques d'une croissance par les joints de grains de l'oxyde (fig 2.28) alors que la majorité des oxydes formés à plus basse température sont un peu plus grossiers, comprenant des grains pyramidaux de spinelle et des plaquettes hexagonales de chromite (fig 2.29) [64].

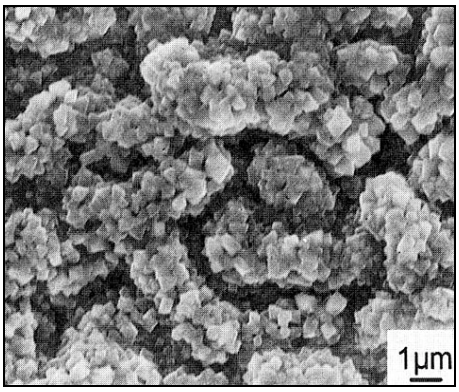


figure 2.28 : Surface d'un acier AISI 304 après 1100°C-30minutes *[64]*

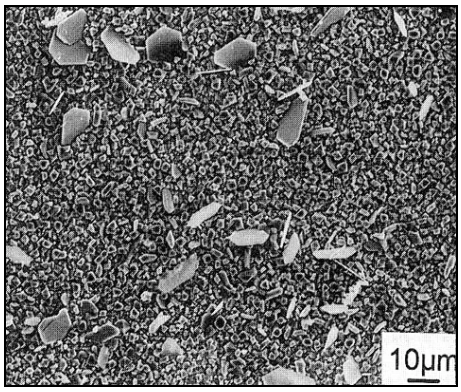


figure 2.29 : Surface d'un acier AISI 304 après 800°C-1000h *[64]*

Après une certaine période d'autant plus courte que le milieu est agressif ou que la composition chimique de l'alliage est défavorable, le film d'oxyde perd son pouvoir protecteur et une brusque augmentation de la vitesse de corrosion apparaît (*oxydation catastrophique*).

L'*oxydation catastrophique* apparaît de manière aléatoire sur la surface et se traduit par la formation de nodules à la surface externe (fig 2.30) [61, 64, 65, 68]. Ces nodules sont essentiellement des oxydes Fe_2O_3 qui vont ensuite croître latéralement. D'autre part, l'*oxydation catastrophique* peut faire apparaître des golfes d'oxydes plus ou moins poreux à l'interface métal-oxyde (fig 2.31) [62, 64, 65, 68]. Ces golfes ont une composition chimique très variable autour du spinelle $FeCr_2O_4$.

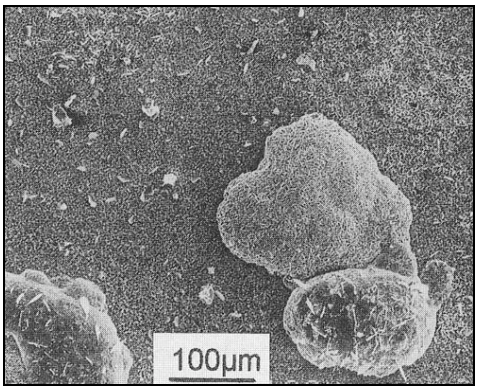


figure 2.30 : Surface d'un acier AISI 304 après 1100°C-30minutes *[64]*

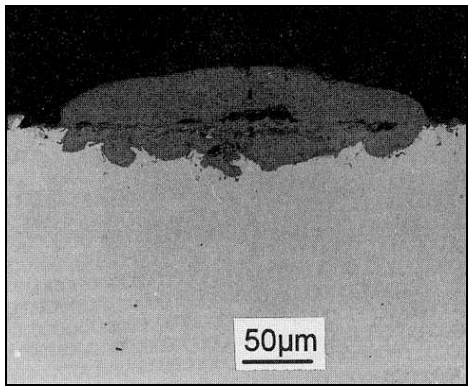


figure 2.31 : Coupe d'un acier AISI 304 après 800°C-1000h *[64]*

Dans le cas des aciers inoxydables stabilisés, le niobium ne joue aucun rôle dans les phénomènes d'oxydation et n'est pas présent dans les différentes couches d'oxydes [42, 69, 70]. Pour une stabilisation au titane par contre, une précipitation de TiO_2 apparaît à l'interface interne et l'oxyde de titane peut également être présent en surface externe, dans les nodules de fer [64, 69-71]. D'autre part, le titane est un *élément actif* qui, ajouté en faible quantité dans l'alliage, améliore l'adhérence des couches d'oxydes formées (en particulier celle de Cr_2O_3) et, de ce fait, contribue à la résistance à l'oxydation de l'alliage [72, 73].

Les cinétiques des réactions d'oxydation sont similaires dans l'air ou sous oxygène pur mais sont fortement augmentées en présence de vapeur d'eau [1, 64, 68, 74].

6. Conclusions

Les aciers inoxydables sont des alliages Fe-C contenant au minimum 10-11% de chrome. Toutefois, afin d'assurer une *bonne* résistance à la corrosion à haute température, la teneur en chrome est plus élevée, typiquement portée à 18% environ. A l'opposé, la teneur en carbone de ces matériaux est toujours faible, limitant ainsi la précipitation de carbures de chrome néfastes aux propriétés mécaniques et les risques de corrosion integranulaire.

Les aciers inoxydables austénitiques, de structure cubique à faces centrées, sont fortement chargés en éléments d'addition, ce qui en fait des matériaux onéreux. Ces fortes teneurs en éléments d'addition permettent une grande stabilité structurale par rapport à la transformation martensitique mais, en contre partie, de nombreux composés peuvent précipiter lors de l'utilisation à chaud de ces matériaux. Dans les aciers inoxydables courants, de tous les précipités susceptibles d'apparaître, le carbure de chrome est le premier à apparaître, quelle que soit la composition de l'alliage.

Les aciers inoxydables ferritiques ont une structure cubique centrée et sont beaucoup moins chargés en éléments d'addition que les nuances austénitiques. La diffusion des espèces métalliques dans la structure α est beaucoup plus élevée que dans la structure γ. A résistance à l'oxydation similaire, la teneur en chrome des aciers inoxydables ferritiques est ainsi inférieure à celle des aciers austénitiques. Cependant, les risques de précipitation de carbures de chrome et de grossissement de grains sont plus importants pour ces nuances.

L'utilisation de stabilisants permet de lutter efficacement contre les risques de corrosion intergranulaire. De très faibles teneurs en éléments stabilisants suffisent à fixer tout le carbone sous forme de carbures ou carbonitrures. Les précipités obtenus sont généralement fins et permettent un durcissement intéressant.

Enfin, bien que qualifiés d'inoxydables, les aciers inoxydables sont sujets à la corrosion à haute température. Le régime d'oxydation est généralement de type parabolique et correspond à une protection du métal. Cependant, la couche d'oxydes superficiels peut perdre son caractère protecteur et il s'en suit l'*oxydation catastrophique* du matériau.

Références de la Partie 2

[1] I.M. Bernstein and D. Peckner, *Handbook of Stainless Steels*, McGraw Hill (1977)

[2] A. Vignes, J. Philibert, Y. Bréchet et P. Combrade, *Métallurgie, du minerai au matériau*, Masson (1998)

[3] L. Pryce and K.W. Andrews, J. Iron Steel Inst., vol. 195, 145, (1960)

[4] P.J. Cunat, *Aciers inoxydables - Fabrication,* Techniques de l'ingénieur, M 4 543, p1-18, (2000)

[5] B. Baroux, P. Lacombe et G. Beranger, *Les aciers inoxydables*, ed. de physiques (1990)

[6] *Les aciers inoxydables - Propriétés, mise en oeuvre, emploi, normes*, Lavoisier - Technique et documentation (1990)

[7] Site Internet *www.ugine.fr* (2004)

[8] ASM International, *Metals Handbook - Properties and Selection: Irons, Steels and High-Performance Alloys*, vol. 1 (1990)

[9] N.A. Waterman and M.F. Ashby, *Elsevier Materials Selector*, vol. 1, Elsevier science pub. (1991)

[10] B. Weiss and R. Stickler, *Phase Instabilities During High Temperature Exposure of 316 Austenitic Stainless Steel,* Metallurgical Transactions, 3, p851-866 (1972)

[11] J.A. Scott, J.E. Spruiell, C.S. Ary and R.L. Hardin, *Microstructural Stability of Themal-Mechanically Pretreated Type 316 Austenitic Stainless Steel,* Metallurgical Transactions, 4, p1533-1544 (1973)

[12] D.G. Morris and D.R. Harries, *Creep and rupture in Type 316 stainless steel at temperatures between 525 and 900°C - Part III: Precipitation behaviour,* Metal Science, p542-549 (1978)

[13] D.J. Chastel and P.E.J. Flewitt, *The Formation of the σ Phase during Long Term High Temperature Creep of Type 316 Austenitic Stainless Steel,* Materials Science and Engineering, 38, p153-162 (1978)

[14] P.E.J. Flewitt, J.K.L. Lai and D.J. Chastel, *Precipitate Phases in Type 316 Austenitic Stainless Steel Resulting from Long-Term High Temperature Service,* Materials Science and Engineering, 49, p19-29 (1981)

[15] J.K.L. Lai and C.A.P. Horton, *Some Effects of Thermal Aging and Grain Size on the Creep Behaviour of a Cast of AISI 316 Stainless Steel,* Materials Science and Engineering, 54, p285-289 (1982)

[16] J.K.L. Lai, *A Study of Precipitation in AISI 316 Stainless Steel,* Materials Science and Engineering, 58, p195-209 (1983)

[17] J.K.L. Lai, *A Review of Precipitation Behaviour in AISI Type 316 Stainless Steel,* Materials Science and Engineering, 61, p101-109 (1983)

[18] H. Kimura, Y. Ihara and Y. Minami, *Microstructural changes in austenitic stainless steels during long-term aging,* Materials Science and Technology, 2, p795-806 (1986)

[19] T. Sourmail, *Precipitation in creep resistant austenitic stainless steels,* Materials Science and Technology, 17, p1-14 (2001)

[20] R. Stickler et A. Vinckier, *La morphologie des carbures $(Cr,Fe)_{23}C_6$ et son influence sur la corrosion intergranulaire d'un acier inoxydable 18/8,* Revue de Métallurgie, Mémoires scientifiques, 7-8, p489-502 (1963)

[21] P. Marshall, *Austenitic Stainless Steels - Microstructure and Mechanical Properties*, Elsevier applied science pub. (1984)

[22] J. Barcik and B. Brzycka, *Chemical composition of σ phase precipitated in chromium-nickel austenitic steels,* Metal Science, 17, p256-260 (1983)

[23] J. Barcik, *Mechanism of σ-phase precipitation in Cr-Ni austenitic steels,* Materials Science and Technology, 4, p5-15 (1988)

[24] H. Goldschmidt, *Interstitial Alloys*, Butterworths (1967)

[25] T.C. Chang, G.L. Liu and D.Y. Lin, *Effect of Si on the growth behavior of σ phase in SUS 309L stainless steel,* Scripta Materialia, 49, p855-860 (2003)

[26] J. Ivan, E. Makovicky and P. Duhaj, J. Iron Steel Inst., 206, p1245 (1968)

[27] P.A. Blenkinsop and J. Nutting, J. Iron Steel Inst., 205, p953 (1967)

[28] E. Folkhard, *Welding Metallurgy of Stainless Steels*, Springer (1984)

[29] S.R. Keown and R.G. Thomas, *Role of delta ferrite in thermal aging of type 316 weld metal,* Metal Science, 15, p386-392 (1981)

[30] S.K. Ray, S.L. Mannan and G. Sasikala, *Kinetics of transformation of delta ferrite during creep in a type 316(N) stainless steel weld metal,* Materials Science and Engineering, A359, p86-90 (2003)

[31] L.P. Stoter, *Thermal ageing effects in AISI type 316 stainless steel,* Journal of Materials Science, 16, p1039-1051 (1981)

[32] K.A. Taylor, *Solubility Products for Titanium-, Vanadium-, and Niobium-Carbide in ferrite,* Scripta Metallurgica et Materalia, 32(1), p7-12 (1995)

[33] A. Désestret, G. Daufin, L. Kerhervé, F. Michel et G. Vallier, *Utilisation des aciers ferritiques à 17%Cr dans l'industrie laitière,* Mémoires et Etudes Scientifiques - Revue de Métallurgie, p647-662 (1981)

[34] J.D. Gates and R.A. Jago, *Effect of nitrogen contamination on intergranular corrosion of stabilized ferritic stainless steels,* Materials Science and Technology, 3, p450-454 (1987)

[35] Companhia Brasilleira De Metalurgia E Mineraçao, *Characteristic Features of Titanium, Vanadium and Niobium as Microalloy Additions to Steel,* Niobium Information, 17, p1-6 (1998)

[36] A.J. Deardo, *Fundamental Metallurgy of Niobium in Steel*, Niobium Science & Technology, Metals & Materials (2001)

[37] P. Maîtrepierre, B. Bramaud-Gratteau et J. Decroix, *Evolution des matériaux pour la ligne d'échappement automobile européenne,* Revue de Métallurgie - Cahiers d'Informations Techniques, p657-666 (1986)

[38] C.I. Garcia, M. Hua, G. Tither and D.J. Deardo, *Dual-stabilized Ferritic Stainless Steel for Demanding Applications such as Automotive Exhaust Systems*, 38th mechanical working and steel processing (1997)

[39] W. Gordon and A. Van Bennekom, *Review of stabilisation of ferritic stainless steel,* Materials Science and Technology, 12, p126-131 (1986)

[40] B. Baroux, Y. Barbazanges, P. Kraemer et P. Maitrepierre, *Structure et propriétés des aciers inoxydables ferritiques stabilisés,* Aciers spéciaux, 52

[41] I.A. Franson and J.D. Fritz, *Stabilization Requirements for T409 (UNS S 40900) Ferritic Stainless Steel,* SAE, p155-161 (1997)

[42] B. Baroux, M. Mantel, J. Ragot et P. Chemelle, *Relation entre la microstructure et la résistance au fluage et à l'oxydation d'aciers à 17% de chrome stabilisés par du zirconium et du niobium,* Mémoires et Etudes Scientifiques - Revue de Métallurgie, p637-648 (1990)

[43] M. Grumbach, *Aciers microalliés,* Techniques de l'ingénieur, M 4 525, p1-29 (2000)

[44] J.L. Moiron, *L'Ecole de l'Acier,* Formation Usinor (2001)

[45] S. Lartigue, D. Alaoua, A. Larere and L. Priester, *Precipitation and surface segregation in low carbon steels,* Materials Science and Engineering, A189, p155-163 (1994)

[46] C.I. Garcia, A.J. Deardo and M. Hua, *Precipitation Behaviour in Ultra-Low-Carbon Steels Containing Titanium and Niobium,* Metallurgical and Materials Transaction A, 28A, p1769-1780 (1997)

[47] Comanhia Brasileira De Metalurgia E Mineraçao, *High Strength EDDQ Sheet,* Niobium Information, p1-4 (1996)

[48] W.J. Poole, M. Charleux, M. Militzer and A. Deschamps, *Precipitation Behavior and Its Effect on Strengthening of an HSLA-Nb/Ti Steel,* Metallurgical and Materials Transaction A, 32A, p1635-1647 (2001)

[49] C. Louis et G. Seux, *Caractérisation, quantification des sulfures, carbosulfures et phosphures de titane dans les aciers à dispersoïdes*, IRSID (1996)

[50] D.T. Gawne and G.M.H. Lewis, *Strengthening mechanisms in high-strength microallayed steels,* Materials Science and Technology, 1, p183-191 (1985)

[51] P. Lehert, C. Dumortier, P. Donfut, J.M. Dullier and J. Marot, *Modélisation statistique des caractéristiques mécaniques des aciers micro-alliés au niobium élaborés aux Forges de Clabecq,* Revue de Métallurgie - Centre d'Informations Techniques, p1015-1023 (1992)

[52] F.B. Pickering, *Physical metallurgy and the design of steels*, Materials science series, Applied science pub. (1978)

[53] K. Ohmura, N. Fujita, M. Kikuchi and T. Suzuki, *Effect of Nb on High-Temperature Properties for Ferritic Stainless Steel,* Scripta Materialia, 35(6), p705-710 (1996)

[54] K. Takao, O. Furukimi and A. Miyazaki, *Effect of Nb on the Proof Strength of Ferritic Stainless Steels at Elevated Temperatures,* ISIJ International, 42(8), p916-920 (2002)

[55] N. Fujita, *New Ferritic Stainless Steels in Automotive Exhaust System for Clean Environment*, Nippon Steel (2000)

[56] N. Hiramatsu, *Niobium in Ferritic and Martensitic Stainless Steels*, Niobium 2001, USA (2001)

[57] K. Ohmura, A. Yamamoto and N. Fujita, *Changes of microstructure and high temperature propertes during high temperature service of Niobium added ferritic stainless steels,* Materials Science and Engineering, A351, p272-281 (2003)

[58] Y. Kimura, K. Yamamoto, F.G. Wei and Y. Mishima, *Design of Laves phase strengthened ferritic heat resisting steels in the Fe-Cr-Nb(-Ni) system,* Materials Science and Engineering, A329-331, p249-254 (2002)

[59] J.N. Johnson, *Influence of Columbium on the 870°C Creep Properties of 18% Chromium Ferritic Stainless Steels*, International Congress and Exposition, Detroit, Michigan (1981)

[60] M. Schütze, *Protective Oxide Scales and their Breakdown*, Corrosion and Protection, ed. Institute of Corrosion and Wiley (1997)

[61] G.C. Wood, *The oxidation of iron-chromium alloys and stainless steels at high temperatures,* Corrosion science, 2, p173-196 (1961)

[62] J. Hertz, J. Bénard, Y. Jeannnin et J. Moreau, *Sur le mécanisme d'oxydation aux températures élevées de l'acier austénitique 18%Cr-8%Ni,* Revue de Métallurgie - Mémoires Scientifiques, 5, p389-394 (1960)

[63] L. Antoni et A. Galerie, *Corrosion sèche des métaux - Mécanismes,* Techniques de l'ingénieur, M 4 221, p1-12 (2003)

[64] R.F.A. Jargelius-Pettersson, *Characterisation of Oxides Formed on Stainless Steels at 800-1000°C*, Microscopy of oxidation 3, University of Cambridge (1996)

[65] R. Devin, R. Castro et J. Decroix, *L'oxydation à haute température d'aciers inoxydables au Cr et au Cr-Ni à l'air et en atmosphères pauvres en oxygène,* Revue de Métallurgie - Mémoires Scientifiques, 10 p665-675 (1963)

[66] H.P. Schmidt, R.E. Lobnig, K. Hennesen and H.J. Grabke, *Diffusion of Cations in Chromia Layers Grown on Iron-Base Alloy,* Oxidation of Metals, 37(1/2), p81-93 (1992)

[67] W. Zielinski and K.J. Kurzydlowski, *TEM Studies of the Oxide Scales formed on type 316 Stainless Steel during Annealing at 600°C in a Vacuum and Air,* Scripta Materialia, 43, p33-37 (2000)

[68] Z. Longjiang, L. Tiefan and S. Jianian, *High-Temperature Oxidation of Fe-Cr Alloys in Wet Oxygen,* Oxidation of Metals, 48(3/4), p347-356 (1997)

[69] J.M. Lameille, C. Berthier, M. Lenglet, D. Abida, J. Lopitaux et E. Beucher, *Relation entre la présence d'Eléments d'Alliage et les Mécanismes de Croissance de la Couche d'Oxydes Formée sur Aciers Ferritiques AISI 430. Influence de Mn, Al et Ti,* Materials Science Forum, 251-254, p89-96 (1997)

[70] M. Hubert, P. Becquerelle, B. Savage, J.C. Bavay and P. Bourgain, *Effects of Aluminium and Silicon on the Oxidation Resistance of 13%Cr-Ti Ferritic Stainless Steel,* Materials Science and Engineering, 87, p137-143 (1987)

[71] C. Lille and R.F.A. Jargelius-Pettersson, *Factors affecting the oxidation mode of stainless steels,* Materials at High Temperatures, 17(2), p287-292 (2000)

[72] J. Stringer, *The Reactive Element Effect in High-temperature Corrosion,* Materials Science and Engineering, A120, p129-137 (1989)

[73] J. Mougin, *Tenue mécanique des couches d'oxyde thermique générées sur le chrome et sur quelques aciers inoxydables ferritiques: étude des contraintes et de l'adhérence*, Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Grenoble (2001)

[74] D.R. Baer, *Protective and Non-Protective Oxide Formation on 304 Stainless Steel,* Applications of Surface Science, 7, p69-82 (1981)

Partie 3

Les matériaux F17TNb et R20-12

Les matériaux F17TNb et R20-12 étudiés sont des aciers inoxydables. L'objet de cette partie est la caractérisation de ces matériaux.

Ces aciers sont tout d'abord caractérisés suivant deux états métallurgiques qui diffèrent l'un de l'autre par le nombre d'opérations de transformation qu'ils ont subi. L'état *train à bandes* est un premier état métallurgique et correspond à une brame de 40mm d'épaisseur en sortie des secondes cages dégrossisseuses lors du laminage à chaud. L'état *produit fini* est le second état métallurgique et correspond à une tôle de 2mm d'épaisseur brute de toutes les opérations de laminage et recuite.

Ensuite, les propriétés physiques, mécaniques et de résistance à l'oxydation de ces matériaux sont présentées. Ces propriétés, antérieurement à cette étude, sont commentées et des observations métallographiques de quelques éprouvettes sont effectuées.

Enfin, des collecteurs d'échappement de nuances ferritiques (AISI 409 et F17TNb) et austénitique (R20-12) rompus sur banc moteur sont analysés. La nature de la sollicitation mécanique conduisant à la ruine de ces structures est notamment déterminée.

1. Compositions chimiques et microstructures

Ugine & ALZ a mis à disposition des barreaux de diamètre 30mm de nuances F17TNb et R20-12 dans un état *train à bandes* dont les directions de laminage sont repérées. Ces barreaux correspondent à un premier état métallurgique à étudier. Les éprouvettes pour essais mécaniques y sont usinées (cf *Partie 5*).

Le second état métallurgique étudié, le *produit fini*, est brut de toutes les opérations de laminage et de recuit. Il s'agit de l'état métallurgique des éprouvettes de fatigue thermique. L'épaisseur de la tôle est de 2mm.

1.1. Le matériau F17TNb

1.1.1. Composition chimique

Le matériau F17TNb est un acier inoxydable ferritique à basse teneur en carbone et à haute teneur en chrome, stabilisé par des additions de titane et de niobium. Cette nuance est désignée par X2CrTiNb18 (n° 1.4509) ou AISI 441. Sous forme de tôle, le prix de vente de ce matériau est de l'ordre de 1800€^{HT} la tonne [1].

La composition chimique de ce matériau est déterminée par fluorescence X (tab 3.1).

C	*N*	*Cr*	*Ni*	*Nb*	*Ti*	*Si*	*Mn*	*Mo*	*Al*	*P*	*S*	*Fe*
0,017	0,020	17,67	0,14	0,50	0,15	0,59	0,42	0,03	0,006	0,019	0,001	bal.

tableau 3.1 : Composition chimique massique de l'acier F17TNb, Fluorescence X

Le matériau F17TNb est avant tout un acier, c'est-à-dire un alliage Fe-C, dont la teneur massique en chrome est supérieure aux 10-11% minimaux nécessaires à l'inoxydablité. Comme pour la majorité des aciers ferritiques, les teneurs en éléments d'addition sont faibles. Avec une teneur en Cr élevée et des teneurs en éléments γ-gènes limités - les éléments C, N, Ni et Mn -, la structure cubique centrée est stable jusqu'à la température de fusion du matériau (1505°C).

Il s'agit d'un acier inoxydable formulé pour des applications à haute température. La teneur en chrome est particulièrement élevée, plus de 17%, ce qui assure au matériau une bonne résistance à la corrosion et la teneur en interstitiels C est très faible afin de limiter la précipitation intergranulaire de $Cr_{23}C_6$ qui peut se produire à haute température. Cette propriété est renforcée par la double stabilisation obtenue par addition des éléments titane et niobium. La somme pondérale des éléments stabilisants est inférieure à 1% ce qui fait du matériau F17TNb un acier inoxydable ferritique microallié.

1.1.2. Microstructures

Des échantillons de matériau F17TNb sont prélevés dans les barreaux en état *train à bandes* et dans une éprouvette de fatigue thermique (non testée !) en état *produit fini*. Les normales aux surfaces de coupe correspondent aux sens de laminage *long*, *travers-long* et *travers-court*.

Ces échantillons subissent la préparation classique du métallurgiste-métallographe. Ils sont découpés, enrobés dans une résine et polis mécaniquement sur papiers abrasifs, aux pâtes diamantées puis finalement par une solution de silice colloïdale (OPS).

La microstructure du matériau est révélée par simple trempage dans une solution d'*eau régale* 85% H_2O, 10% HNO_3 et 5% HCl. Les deux états métallurgiques étudiés sont caractérisés par un assemblage de grains polyédriques équiaxes (fig 3.1 et 3.2). Les micrographies révèlent une précipitation majoritairement dans les grains.

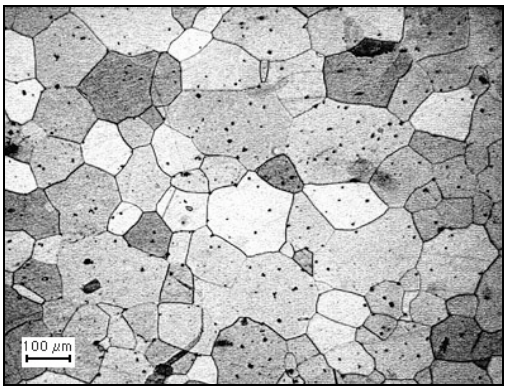


figure 3.1 : Microstructure F17TNb, Optique - train à bandes -

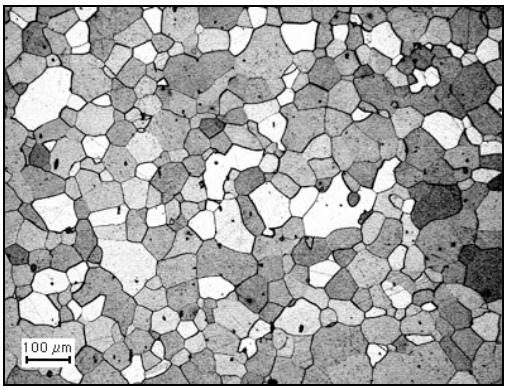


figure 3.2 : Microstructure F17TNb, Optique - produit fini -

Quatre photographies numériques (1280x1024pixels) suivant chacune des trois directions de laminage sont capturées pour les deux états métallurgiques *train à bandes* et *produit fini*. La taille moyenne des grains est déterminée par la méthodes des segments interceptés NF A 04-102 (4 segments par photographies correspondant à plus de 50 grains par segment).

Après repolissage, la dureté Vickers est mesurée. Cinq empreintes pyramidales sous charge de 10kg avec 20 secondes d'application de la charge par surface sont effectuées.

Les résultats sont présentés au tableau 3.2.

	Train à bandes	***Produit fini***
Grains (µm)	126,7 (11,3)	66,4 (10,4)
HV10	148,4 (8,0)	149,5 (4,2)

moyenne (écart-type)

tableau 3.2 : Taille de grains et dureté Vickers du matériau F17TNb - train à bandes et produit fini -

Bien qu'un facteur deux différencie la taille moyenne des grains des deux états métallurgiques, les valeurs de dureté associées sont similaires.

Entre les trois surfaces repérées par leur normale par rapport aux sens de laminage, la variation de la taille des grains est de 7µm pour l'état *train à bandes* et de 16µm dans l'état *produit fini*. Les valeurs de dureté sont parfaitement homogènes, moins de 4HV différenciant la dureté de chacune des surfaces des deux états métallurgiques.

1.1.3. Mécanismes de précipitation

D'après l'étude bibliographique de la *Partie 2* du présent document et la composition chimique de l'alliage F17TNb, il est possible de déterminer le mécanisme de précipitation intervenant lors de la fabrication puis l'usage de ce matériau.

Le titane présente une affinité pour l'oxygène supérieure à celle de l'azote. Cependant, l'addition du titane s'effectue lors de la *métallurgie en poche*, à l'abri de l'air. Il peut être supposé que Ti ne réagit pas avec l'oxygène de l'air (le bain liquide étant parfaitement désoxydé). Ainsi, aucun oxyde TiO_2 ne se forme durant l'élaboration.

La majorité du titane réagit avec l'azote dans le bain liquide (T>1500°C) et en début de solidification pour former le nitrure de titane TiN. Ce nitrure de morphologie anguleuse et de taille typiquement de l'ordre du micromètre ne se décomposera plus lors des différents traitements thermomécaniques ultérieurs. Pour des composés parfaitement stoechiométriques, la quantité de titane nécessaire pour stabiliser entièrement l'azote sous forme de nitrures TiN est 3,4 fois la masse en azote. En supposant que le titane réagit uniquement avec l'azote, l'excès de titane ΔTi après stabilisation totale de l'azote est :

$$\Delta Ti = 0,15 - 3,4 \times 0,02 \approx 0,08\%$$

Le titane réagit avec le soufre vers 1200°C pour former le sulfure $Ti_{1-x}S$ et ultérieurement la phase H $Ti_4C_2S_2$. Ces précipités sont très petits, de diamètre inférieur à 0,2μm. La teneur en soufre étant très faible, ces composés sont minoritaires. Tout le soufre étant fixé par le titane, aucun sulfure MnS n'est formé au refroidissement. La résistance à la corrosion par piqûres du matériau en est améliorée.

Le niobium présente une affinité uniquement avec le carbone et l'azote. Les carbonitrures de niobium précipitant à plus basse température que le nitrure TiN, aux alentours de 1100-1200°C, plus aucun atome d'azote n'est alors disponible pour précipiter avec Nb. Ainsi, seul le carbone précipite avec le niobium pour former, en phase solide, des carbures NbC finement dispersés dans la matrice. Dans le carbure NbC, supposé parfaitement stoechiométrique, la masse en niobium correspond à 7,7 fois la masse en carbone. En supposant que le niobium ne réagit qu'avec le carbone, l'excès de niobium ΔNb après stabilisation totale du carbone est :

$$\Delta Nb = 0,50 - 7,7 \times 0,017 \approx 0,37\%$$

L'excès des stabilisants Ti et Nb est alors d'environ 0,45%. La formation à plus basse température (vers 850°C) des phosphorures FeTiP et FeNbP est alors possible grâce aux excédants de stabilisants.

Il peut être estimé qu'environ 0,2% des éléments stabilisants demeurent en solution dans le matériau. Ainsi, environ 0,2% en masse de niobium est encore susceptible de précipiter dans la matrice. Si la totalité du carbone et de l'azote est fixée sous formes de carbonitrures, le niobium excédentaire précipite en phase de Laves Fe_2Nb à moyenne température, dans l'intervalle 600-950°C.

Excepté pour le nitrure TiN, tous ces précipités sont susceptibles d'être dissous, du moins partiellement, mais des températures supérieures à 950°C sont pour cela nécessaires.

1.1.4. Précipités

Les trois surfaces polies de chacun des deux états métallurgiques étudiés sont observées au microscope électronique à balayage (Léo 1450 VP) en mode électrons rétrodiffusés. Ces observations permettent tout d'abord d'apprécier la morphologie des précipités (fig 3.3. et 3.4).

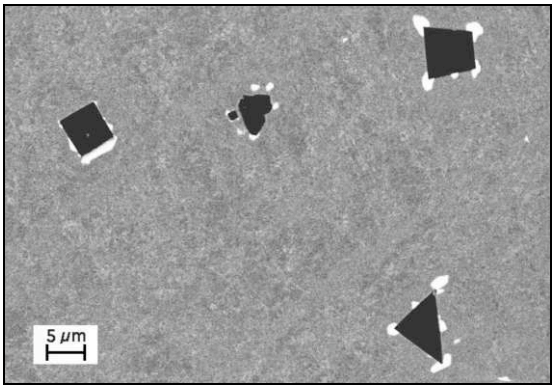


figure 3.3 : Précipités dans l'acier F17TNb, MEB - train à bandes -

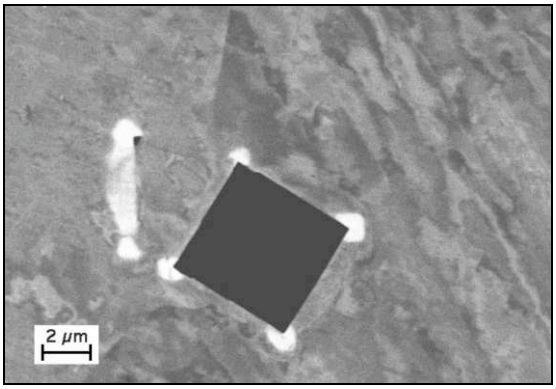


figure 3.4 : Précipités dans l'acier F17TNb, MEB - produit fini -

De gros précipités noirs, donc plus légers que la matrice, anguleux et généralement assez grossiers sont observés dans les grains. Aux angles vifs de ceux-ci ainsi que le long de leurs arêtes, des précipités blancs, donc plus lourds que la matrice, plutôt sphériques et généralement plus petits que les TiN sont également observés. D'autre part, des précipités blancs plus fins sont également présents dans les grains et dans une moindre mesure aux joints de grains de l'alliage.

Des cartographies X qualitatives à la microsonde CAMECA SX 50 (nantie de quatre spectromètres) sont effectuées afin d'apprécier la nature de ces phases (fig 3.5).

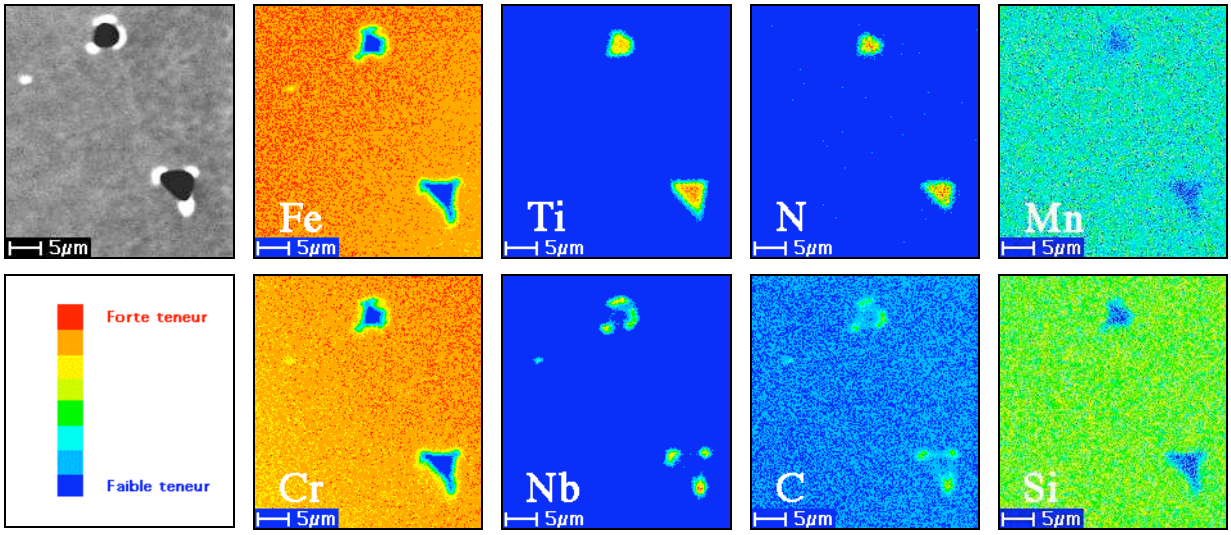


figure 3.5 : Cartographies qualitatives de microsonde de quelques éléments des précipités dans la matrice F17TNb, train à bandes

Dans les deux états métallurgiques *train à bandes* et *produit fini*, le matériau F17TNb présente des précipités grossiers et anguleux de titane, essentiellement de type TiN voire Ti(C,N). Des précipités plus fins de niobium de type NbC ou phase de Laves Fe_2Nb sont également observés aux angles vifs des nitrures TiN et dans la matrice.

Aucune inclusion d'oxyde TiO_2 n'est observée. De même, la présence des précipités de type sulfure TiS, carbosulfure $Ti_4C_2S_2$ ou phosphorures FeTiP et FeNbP n'est pas observée. La plupart de ces précipités sont certainement trop fins pour être observables à la microsonde (poire d'interaction de l'ordre du micron).

La composition chimique des précipités les plus importants en taille (diamètres supérieurs à 2μm) est également analysée à la microsonde par pointés WDS (spectrométrie à dispersion de longueur d'onde). Les résultats de quelques particules sont fournis aux tableaux 3.3 et 3.4.

	Ti	***N***	***C***	***Fe***	***Cr***	***Nb***
	at.% (m%)	***at.% (m%)***	***at.% (m%)***	***at.% (m%)***	***at.% (m%)***	***at.% (m%)***
TiN 1	47,0 (73,1)	38,4 (35,5)	3,0 (1,2)	1,0 (1,8)	0,6 (1,0)	0,7 (2,2)
TiN 2	40,7 (61,2)	44,7 (19,7)	0,3 (0,1)	6,0 (10,6)	2,0 (3,3)	2,4 (6,9)

tableau 3.3 : Composition chimique de deux précipités type TiN, RX WDS - F17TNb, train à bandes -

Les précipités de titane sont majoritairement des nitrures TiN mais un peu de carbone y est détecté et il s'agit en fait de carbonitrures Ti(C,N). Ces précipités contiennent des petites quantités de fer, de niobium et de chrome.

	Nb	*C*	*Fe*	*Cr*	*N*	*Ti*
	at.% (m%)	*at.% (m%)*	*at.% (m%)*	*at.% (m%)*	*at.% (m%)*	*at.% (m%)*
NbC 1	41,4 (59,8))	35,5 (6,6)	8,9 (7,7)	3,3 (2,6)	0,0 (0,0)	9,4 (7,0)
NbC 2	40,4 (72,7)	38,5 (8,9)	6,3 (6,8)	2,0 (2,0)	0,0 (0,0)	11,5 (10,7)
Fe_2Nb 1	20,4 (34,5)	11,5 (2,5)	46,3 (47,1)	15,3 (14,4)	0,0 (0,0)	4,0 (3,5)
Fe_2Nb 2	18,6 (35,8)	14,2 (3,5)	45,1 (52,2)	15,3 (16,4)	0,0 (0,0)	4,6 (4,6)

tableau 3.4 : Composition chimique de quatre précipités types NbC et Fe_2Nb, RX WDS
- F17TNb, train à bandes -

La composition chimique des précipités formés aux angles vifs des nitrures TiN montre qu'il s'agit de carbures de niobium NbC. La composition chimique ne fait pas apparaître de présence d'azote, le titane l'ayant préalablement fixé dans sa totalité, mais du fer et du titane sont présents en faibles quantités.

Les derniers précipités investis sont les plus grosses particules présentes dans les joints de grains. Il s'agit de phase de Laves Fe_2Nb ne contenant pas d'azote mais 12-14% de chrome, 4% de titane et plus de 10% de carbone (en atome %).

Les précipités TiN peuvent se former localement autours d'une inclusion, généralement des oxydes de type alumine Al_2O_3 (fig 3.6).

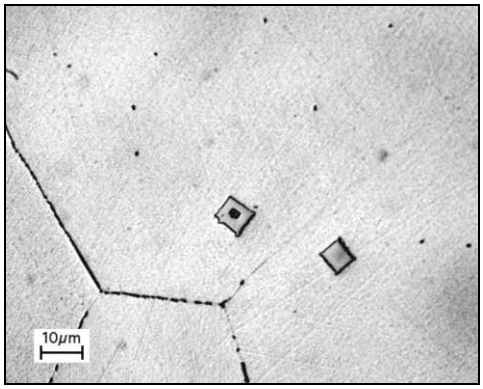


figure 3.6 : Précipités TiN, Optique
- F17TNb, produit fini -

La fraction volumique, la taille moyenne et la distribution des familles de précipités titane et niobium sont étudiées. Pour chacun des états métallurgiques, dix images MEB de haute résolution (2026x1420 pixels) correspondant à des zones d'environ 250x150μm sont capturées. L'étude s'effectue ensuite par analyse d'images à l'aide du logiciel *Image J* (javascript).

Le grandissement et la résolution entraînent une sensibilité de $(0{,}12\mu m)^2$ par pixel. Il est supposé qu'une particule précipitée correspond à un ensemble d'au moins 4 pixels contigus au plan d'observation. La surface minimale détectable suivant ces conditions correspond à $0{,}057\mu m^2$.

Les fractions surfaciques des particules Ti et des particules Nb sont tout d'abord déterminées. La distribution des objets n'ayant pas de symétries particulières, la fraction surfacique correspond à la fraction volumique (Delesse, XIX^{è}).

Ensuite, la discrétisation de chaque particule en aire (nombre de pixels) permet de calculer la surface moyenne aux plans de coupe. Les particules TiN sont généralement de forme cubique, leur taille est alors calculée comme l'arête d'un carré :

$$d_{TiN} = \sqrt{S}$$

Les particules de niobium sont plutôt de forme sphérique, leur taille est alors associée au diamètre d'une surface circulaire :

$$d_{NbC,\,Fe_2Nb} = 2\sqrt{\frac{S}{\pi}}$$

Les résultats sont présentés au tableau 3.5.

	Particules Nb		***Particules Ti***	
Etat métallurgique	***TàB***	***PF***	***TàB***	***PF***
Fraction volumique (%)	0,27 (0,07)	0,13 (0,03)	0,18 (0,09)	0,22 (0,06)
Surface moyenne (μm^2)	1,3 (0,8)	0,8 (0,4)	6,3 (4,7)	5,0 (3,2)
Diamètre moyen (μm)	1,3	1,0	2,5	2,2
Surface maximale (μm^2)	22,2	20,5	53,0	36,6
Diamètre maximal (μm)	5,3	5,1	7,3	6,1

moyenne (écart-type)

tableau 3.5 : Résultats de l'analyse d'images MEB des précipités Nb et Ti - F17TNb, train à bandes et produit fini -

Les formules précédentes sont des premières approximations qui sous-estiment les tailles de précipités. En effet, les calculs des arêtes et des diamètres précédents supposent que tous les objets sont interceptés suivant des plans particuliers, parallèles aux faces des cubes ou passant par le centre des sphères. Les déterminations des arêtes et des diamètres vrais nécessiteraient des analyses plus complexes de morphologie mathématique.

La fraction volumique des nitrures de titane est constante entre les états *train à bandes* et *produit fini* consécutivement à la grande stabilité de ces précipités. La fraction volumique des précipités de niobium a diminué de moitié entre ces deux états. Lors des processus de transformation, les traitements thermomécaniques ainsi que les différents recuits intermédiaires permettent une mise en solution partielle des précipités Nb présents dans l'état *train à bandes*.

L'analyse de la taille de chaque particule comptée (taille supérieure à 4 pixels contigus) permet d'apprécier la distribution des populations de précipités. Ces populations sont réparties par tranches croissantes de diamètre calculé au pas de 1μm. Les populations sont présentées aux figures 3.7 et 3.8 suivant les deux états métallurgiques étudiés.

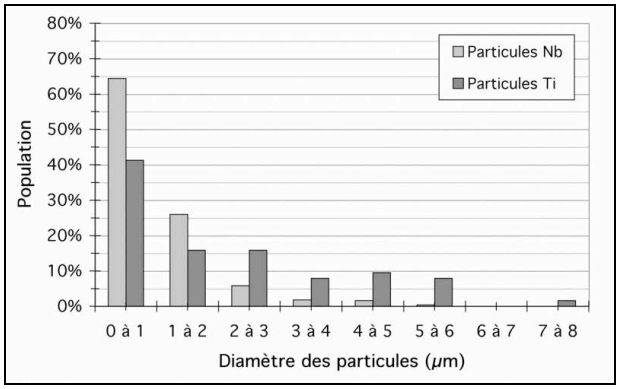


figure 3.7 : Répartition des populations de précipités Ti et Nb de l'acier F17TNb, train à bandes

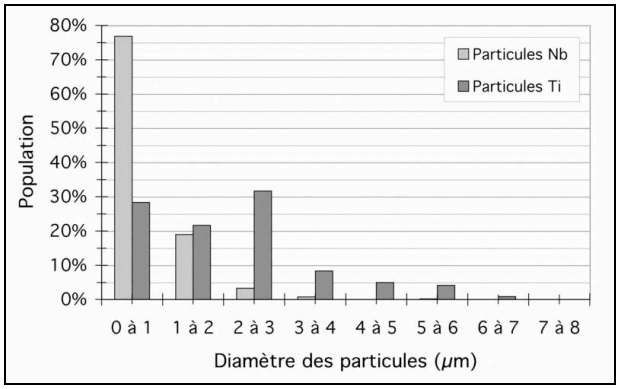


figure 3.8 : Répartition des populations de précipités Ti et Nb de l'acier F17TNb, produit fini

La répartition des particules de titane, essentiellement des nitrures, est similaire dans les états *train à bandes* et *produit fini*. Les particules les plus grosses ont un diamètre de 6-8μm mais constituent la population la moins nombreuse. Les particules de diamètre inférieur à 3μm représentent presque trois quarts de la population totale. Environ un quart de la population est constitué par des particules de diamètre compris entre 3 et 6μm.

La répartition de la population des particules de niobium est davantage centrée aux faibles tailles. La grande majorité des précipités a une taille inférieure à 1μm alors que moins de 10% de la population totale présente une taille supérieure 2μm.

La différence de précipitation entre les états *train à bandes* et *produit fini* est principalement un décalage des tailles moyennes vers les plus bas diamètres pour les précipités de niobium. Les nitrures TiN n'ont pas évolué entre les deux états métallurgiques. Notons cependant que les particules NbC apportant un durcissement conséquent sont de tailles très largement inférieures au pouvoir de résolution des images analysées et ne sont donc malheureusement pas observables (une étude au microscope électronique en transmission étant pour cela nécessaire). De telles particules ne sont pas prises en compte dans les distributions des populations présentées.

1.1.5. Durcissement

Le durcissement du matériau F17TNb est assuré par un mécanisme d'atomes en solution et par un mécanisme de précipitation. Le durcissement en solution des interstitiels C et N est très efficace mais, par stabilisation, la quantité de ces interstitiels en solution est très limitée, ce qui entraîne un faible durcissement. De même, si le durcissement en solution des éléments Ti et surtout Nb est important, il n'est apporté que par les stabilisants libres, c'est-à-dire non précipités en carbonitrures.

Les précipités TiN se forment déjà dans le bain liquide et conduisent à une taille de précipités généralement assez grossière. Le durcissement apporté par les nitrures de titane TiN est alors modéré. Par contre, les carbures de niobium précipitent tardivement et uniquement en phase solide, après la précipitation des nitrures TiN. Les carbures de niobium NbC sont alors très fins et nombreux, entraînant un durcissement appréciable. De plus, la précipitation de phase de Laves Fe_2Nb dans les grains mais plus généralement aux joints de grains permet un durcissement supplémentaire, améliorant notamment les propriétés en fluage.

1.2. Le matériau R20-12

1.2.1. Composition chimique

Le matériau R20-12 est un acier inoxydable austénitique à basse teneur en carbone et en azote. Fortement chargé en chrome, sa résistance à la corrosion est très élevée par rapport à un acier inoxydable austénitique plus classique de type 18-9 (AISI 304). Cette nuance est désignée par X15CrNiSi20-12 (n° 1.4828). Les aciers austénitiques sont plus coûteux que les aciers ferritiques principalement à cause de la présence de nickel, élément onéreux au tarif fluctuant. Sous forme de tôle, le prix de vente de ce matériau est de l'ordre de 2700€^{HT} la tonne [1].

La composition chimique de ce matériau est déterminée par fluorescence X (tab 3.6).

C	*N*	*Cr*	*Ni*	*Mn*	*Si*	*Mo*	*V*	*Ti*	*P*	*B*	*S*	*Fe*
0,037	0,031	19,45	12,50	1,80	1,83	0,19	0,08	0,009	0,020	0,001	0,001	Bal.

tableau 3.6 : Composition chimique massique de l'acier R20-12, Fluorescence X

Le matériau R20-12 est également un acier, un alliage Fe-C, dont la teneur en chrome s'élève à 20%, une teneur bien supérieure aux 10-11% nécessaires à l'inoxydabilité. La teneur en nickel est également très forte, plus de 12%, afin d'assurer la structure austénitique à basse température. Contrairement à l'acier inoxydable ferritique F17TNb, le matériau R20-12 est très chargé en éléments d'addition, chrome et nickel notamment mais également Si, Mn et Mo.

La structure de ce matériau est très stable, les températures de transformation martensitique M_S et M_{d30} étant respectivement égales à -206°C et -83°C d'après les formules de Pickering [2]. D'autre part, les teneurs en interstitiels sont réduites à de bas niveaux afin de limiter la précipitation de carbures de chrome à moyenne température.

Le durcissement de la matrice est assurée uniquement par les atomes solutés. Si tous les éléments sont en solution, la majorité du durcissement en solution est apportée par le chrome et le silicium. En effet, la présence massive de chrome apporte une élévation de la limite d'élasticité d'environ 72MPa d'après la formule de Pickering [2], de 37MPa pour le silicium et respectivement 15 et 13MPa pour l'azote et le carbone alors que le nickel n'a pas d'effet durcissant.

1.2.2. Microstructures

Des échantillons de matière R20-12 sont également prélevés dans les barreaux mis à disposition par Ugine & ALZ et dans une éprouvette de fatigue thermique afin de caractériser les états *train à bandes* et *produit fini*. Le protocole expérimental est identique à celui suivi pour le matériau F17TNb.

Cependant, afin de s'assurer de la dissolution des carbures et de diminuer la quantité de ferrite δ dont la présence est connue comme fragilisante [3-5], un recuit à 1125°C de 2 heures suivi d'une trempe à l'eau est effectué sur le matériau R20-12 en l'état *train à bandes*. Les barreaux fournis par Ugine & ALZ sont ainsi traités thermiquement avant usinage des éprouvettes pour essais mécaniques (présentés en *Partie 5*). Ce traitement thermique constitue un troisième état métallurgique du matériau R20-12 à caractériser.

Quel que soit l'état métallurgique considéré, la microstructure est équiaxe et présente des macles, ce qui tout à fait habituel pour ce type d'acier (fig. 3.9 à 3.11). Comme pour la majorité des aciers austénitiques, la matrice du matériau R20-12 se caractérise par la présence de ferrite δ héritée des hautes températures, lorsque l'alliage est proche du domaine biphasé α+γ.

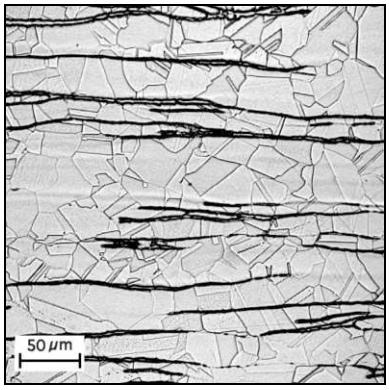


figure 3.9 : Microstructure R20-12 - train à bandes -

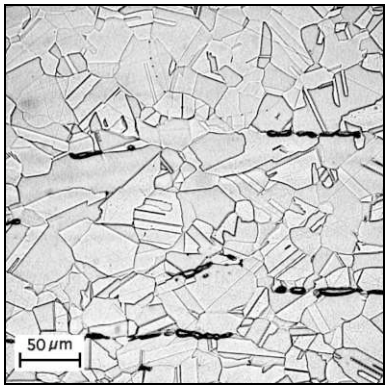


figure 3.10 : Microstructure R20-12 - train à bandes traité 1125°C-2h -

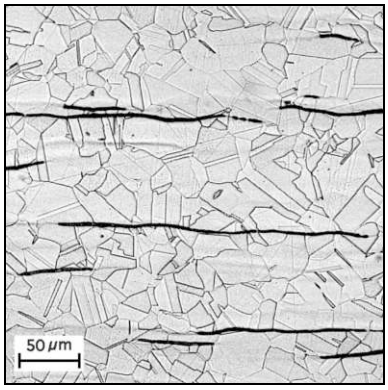


figure 3.11 :Microstructure R20-12 - produit fini -

La taille des grains et la dureté Vickers de l'acier inoxydable R20-12 sont mesurées suivant le même protocole que pour le matériau F17TNb et pour les trois états métallurgiques précédents. Les résultats sont présentés au tableau 3.7.

	Train à bandes	*Train à bandes 1125°C-2h WQ*	*Produit fini*
Grains (μm)	22,8 (2,0)	26,2 (1,8)	21,7 (2,2)
HV10	149,3 (2,4)	147,0 (4,6)	151,0 (3,4)

moyenne (écart-type)

tableau 3.7 : Taille des grains et dureté Vickers du matériau R20-12 - train à bandes traité thermiquement ou non et produit fini -

Entre les trois surfaces repérées par leur normale par rapport aux sens de laminage, la variation de la taille des grains est de 2μm et celle de la dureté est de 4HV quel que soit l'état métallurgique.

La taille des grains et la dureté Vickers du matériau R20-12 suivant les états *train à bandes* et *produit fini* sont similaires. Suite au traitement thermique de l'état *train en bandes*, la taille des grains est légèrement plus élevée (+3μm) et la dureté légèrement plus faible (-2HV).

1.2.3. Ferrite δ

La présence de ferrite δ est confirmée par diffraction de rayons X suivant la méthode de Debye-Scherrer. Les pics caractéristiques d'un acier inoxydable austénitique AISI 304 sont bien repérés ainsi que les pics correspondant au fer α pur.

La fraction volumique de ferrite δ est déterminée par analyse d'images à partir de micrographies optiques (cinq photographies au grandissement 10 et cinq autres au grandissement 50) suivant les normales aux trois sens caractéristiques de laminage pour chacun des trois états métallurgiques (fig 3.12 et tab 3.8).

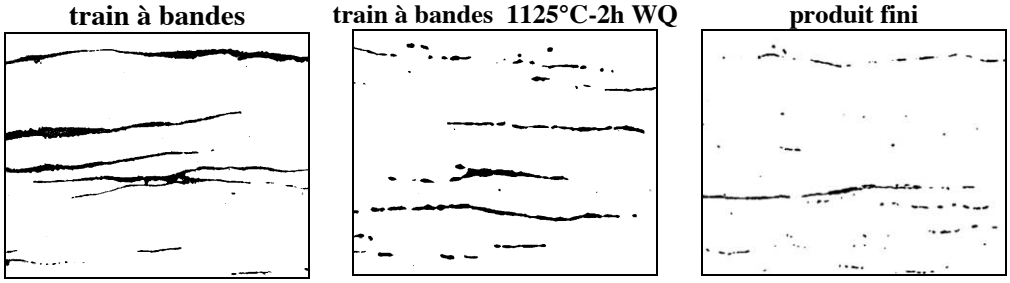


figure 3.12 : Mise en avant de la ferrite δ par analyse d'images, R20-12 (logiciel Image J)

	Train à bandes	*Train à bandes 1125°C-2h WQ*	*Produit fini*
Ferrite δ (%)	6,15 (0,87)	3,42 (0,61)	2,16 (0,31)

moyenne (écart-type)

tableau 3.8 : Fraction volumique de ferrite δ dans le matériau R20-12, Analyse d'images - train à bandes traité thermiquement ou non et produit fini -

Comme lors des opérations de transformation thermomécanique venant compléter le processus de fabrication de l'état *train à bandes* pour le conduire à l'état *produit fini*, le traitement thermique 1125°C-2h de l'état *train à bandes* se caractérise par une diminution de la quantité de ferrite δ.

Après traitement thermique, les micrographies montrent également un affinement de la largueur des bandes de ferrite δ additionné d'une *globularisation* locale.

D'autre part, la distribution de la ferrite δ est homogène en volume dans les états *train à bandes* traité thermiquement et non. Cependant dans le *produit fini*, la ferrite δ est localisée dans une bande de 0,9mm de largeur se situant à mi-épaisseur de la tôle (fig 3.13).

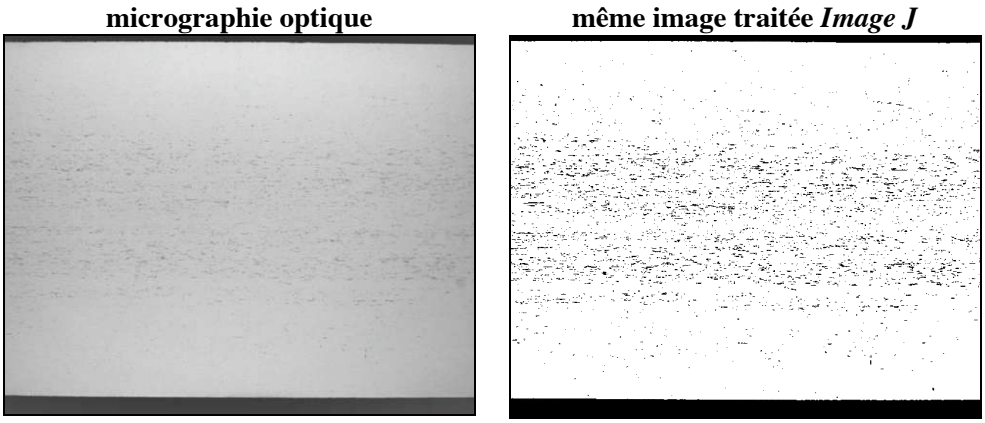


figure 3.13 : Localisation de la ferrite δ, R20-12, produit fini (épaisseur tôle 2mm)
- micrographie optique à gauche, même image traitée avec le logiciel Image J à droite -

La ferrite δ est naturellement plus riche que la matrice austénitique en éléments α-gènes et plus pauvre en éléments γ-gènes. En effet, l'analyse chimique qualitative de la ferrite δ à la microsonde montre une ferrite enrichie en chrome et en silicium par rapport à la matrice et des teneurs en nickel et en fer inférieures (fig 3.14). La teneur en manganèse est très légèrement inférieure dans la ferrite δ par rapport à celle de la matrice. Les autres éléments analysés (Mo, Cu, N, et V) sont en teneurs comparables dans la ferrite δ et dans la matrice.

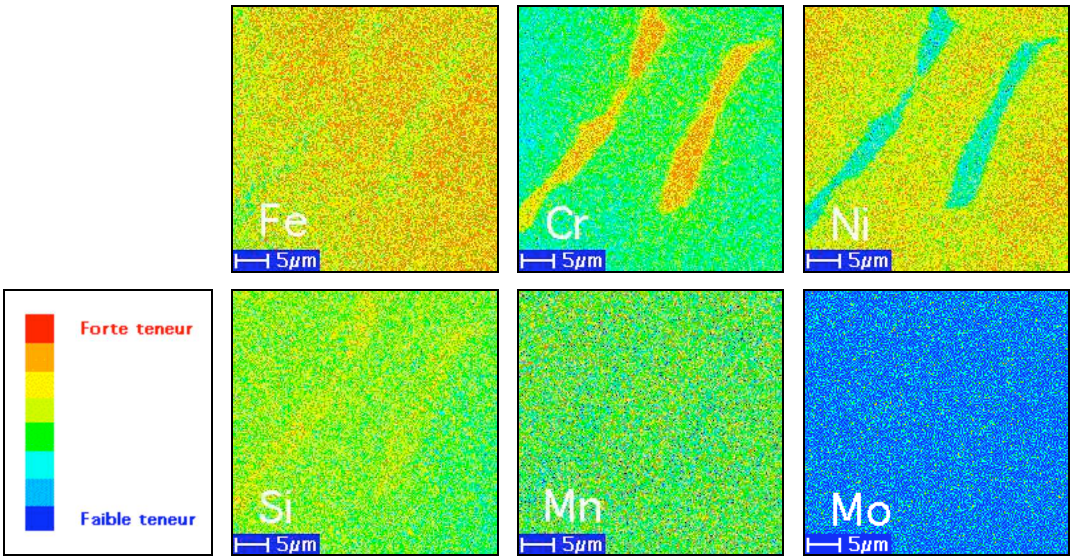


figure 3.14 : Cartographies qualitatives de microsonde de la ferrite δ, R20-12
- train à bandes traité thermiquement 1125°C-2h -

D'après les analyses effectuées sur le matériau R20-12, l'état métallurgique *train à bandes* traité thermiquement est très proche de l'état *produit fini*.

2. Propriétés

Les propriétés présentées dans ce chapitre n'ont pas été déterminées dans le cadre de la présente thèse mais sont issues d'études antérieures. Les propriétés physiques conductivité thermique, résistivité électrique et coefficient de dilatation linéique sont reprises. De même, les caractéristiques mécaniques en traction quasi-statique et en fluage sont présentées ainsi que les résultats d'essais d'oxydation continue et cyclique.

Ces différentes propriétés des matériaux F17TNb et R20-12 sont commentées. Des calculs complémentaires sont effectués et certaines éprouvettes sont récupérées puis analysées.

2.1. Propriétés physiques

Quelques propriétés physiques sont extraites des *notes techniques* d'Ugine & ALZ [6-8].

La conductivité thermique du matériau R20-12 est inférieure à celle de l'acier inoxydable ferritique F17TNb (tab 3.9). Cela ferait du matériau R20-12 un meilleur choix pour l'application collecteur suivant le critère de diminution du temps de *ligth-off* du catalyseur. En effet, une conductivité thermique faible limite les pertes thermiques des gaz d'échappement et assure ainsi une température de fonctionnement du pot catalytique rapidement atteinte.

	Condition	*F17TNb*	*R20-12*
Conductivité thermique ($W.m^{-1}.K^{-1}$)	**à 20°C**	26	15
	à 500°C	26,3	21
Résistivité électrique ($\Omega.mm.m^{-1}$)	**à 20°C**	0,62	0,85
	à 300°C	1,08	1,05
	à 600°C	1,40	1,20

tableau 3.9 : Conductivité thermique et résistivité électrique *[6, 7]*
- F17TNb et R20-12, produits finis -

D'autre part, les résistivités électriques des matériaux étudiés sont comparables et évoluent peu avec la température (tab 3.9). Cette similitude permet une certaine homogénéité de la répartition de température au sein de l'éprouvette de fatigue thermique (chauffée par effet Joule) que celle-ci soit de nuance ferritique ou austénitique.

	20-200°C	*20-400°C*	*20-600°C*	*20-800°C*
F17TNb	10,3	11,2	11,8	12,8
R20-12	16,5	17,5	18,0	18,5

tableau 3.10 : Coefficient de dilatation linéaire ($x10^6K^{-1}$) *[7, 8]*
- F17TNb et R20-12, produits finis -

Le coefficient de dilatation thermique linéaire de l'acier inoxydable austénitique est plus élevé que celui du matériau ferritique (tab 3.10). Un rapport 2/3 entre les matériaux F17TNb et R20-12 est constaté à toutes températures, soit un rapport habituellement rencontré entre les aciers α et γ. Il s'agit là d'une différence capitale entre ces types d'aciers dans le dimensionnement d'une structure sollicitée par des transitoires thermiques. Suivant ce critère, le matériau F17TNb est plus avantageux en fatigue thermique que l'acier R20-12.

2.2. Propriétés mécaniques et résistance à l'oxydation

2.2.1. Bibliographie

• Essais de traction

Des essais de traction ont été réalisés à l'IRSID en 1997 sur des éprouvettes de *produit fini* F17TNb et R20-12 [9]. La section des éprouvettes d'essai est 4mm sur 2mm et leur longueur utile 25mm. Ces éprouvettes sont sollicitées suivant le sens travers de laminage avec une vitesse de déplacement de traverse de 1,25mm.min^{-1}, soit une vitesse de déformation nominale de 8,33.10^{-4}s^{-1}. Deux essais sont effectués à l'air à sept températures : 20, 300, 550, 650, 750, 850 et 950°C.

Les évolutions de la limite d'élasticité conventionnelle et de la résistance mécanique en fonction de la température sont présentées à la figure 3.15 pour le matériau F17TNb et à la figure 3.16 pour le matériau R20-12. A titre de comparaison, sont également reportées sur ces graphiques les valeurs de résistance mécanique d'aciers inoxydables plus courants, à savoir l'AISI 430 (17Cr) pour la nuance ferritique et l'AISI 316 (18Cr-12Ni-2Mo) pour la nuance austénitique [10].

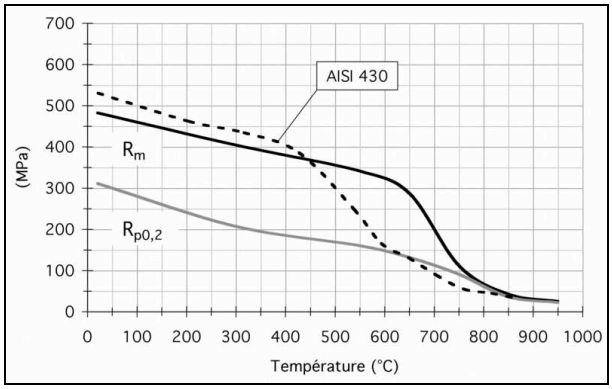


***figure 3.15 : Résistance mécanique et limite d'élasticité, F17TNb, produit fini** [9, 10]*
- IRSID (1997) -

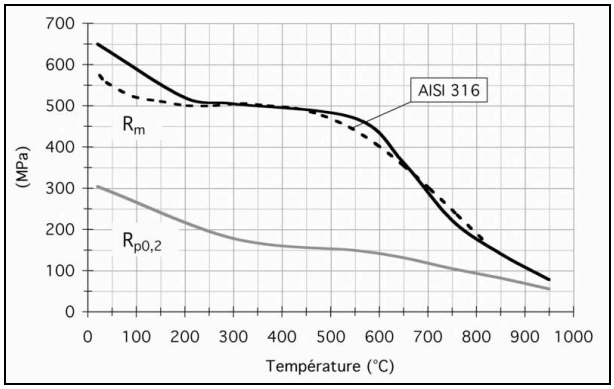


***figure 3.16 : Résistance mécanique et limite d'élasticité, R20-12, produit fini** [9, 10]*
- IRSID (1997) -

Les allongements à la rupture et à la striction des aciers F17TNb et R20-12 en fonction de la température sont présentés aux figures 3.17 et 3.18.

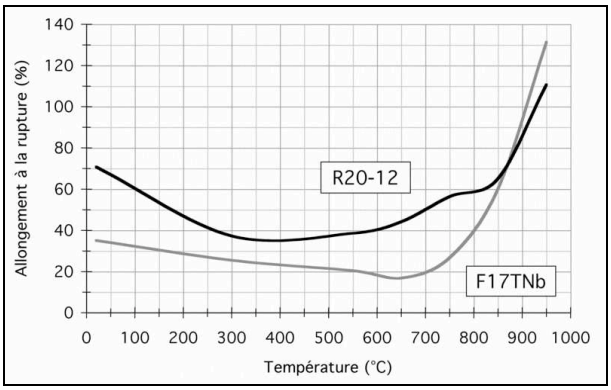


***figure 3.17 : Allongement à la rupture, F17TNb et R20-12, produits finis** [9]*
- IRSID (1997) -

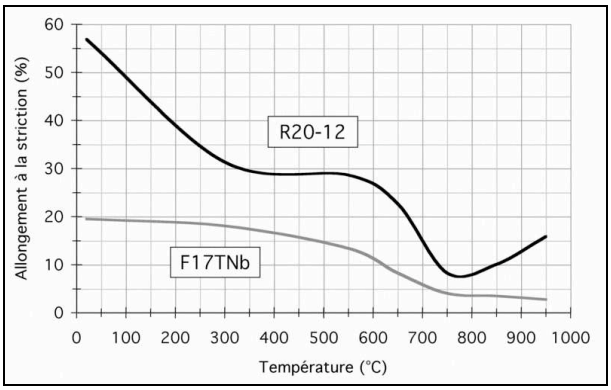


***figure 3.18 : Allongement à la striction, F17TNb et R20-12, produits finis** [9]*
- IRSID (1997) -

• Essais de fluage

Des essais de fluage ont été réalisés par METCUT Research Inc. en 2000 sur les matériaux F17TNb et R20-12 [11, 12]. Les essais sont conduits à l'air aux trois températures 750, 850 et 950°C pour généralement cinq niveaux de chargement. Les éprouvettes sont prélevées dans des tôles de *produit fini* suivant le sens travers de laminage.

Les courbes de fluage *déformation-temps* des matériaux F17TNb et R20-12 sont présentées aux figures 3.19 à 3.24.

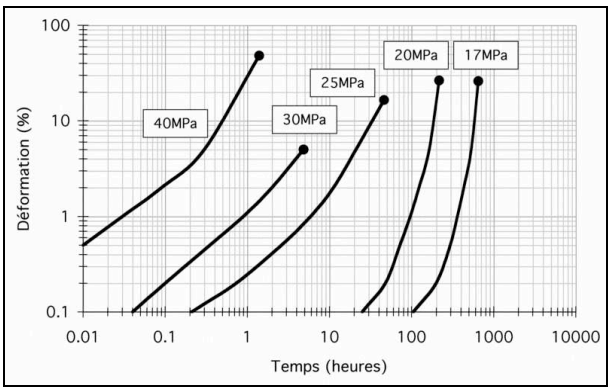


***figure 3.19 : Fluage à 750°C, F17TNb, produit fini** [11]*
- METCUT Inc. (2000) -

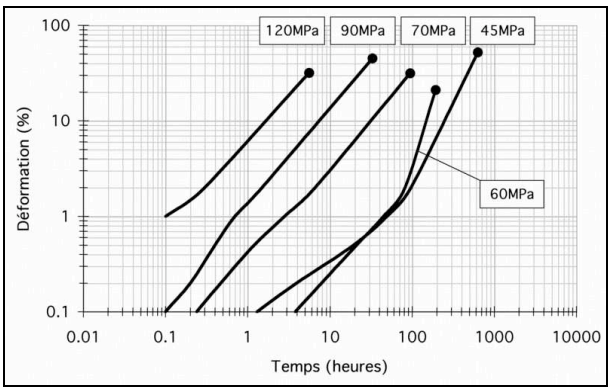


***figure 3.20 : Fluage à 750°C, R20-12, produit fini** [12]*
- METCUT Inc. (2000) -

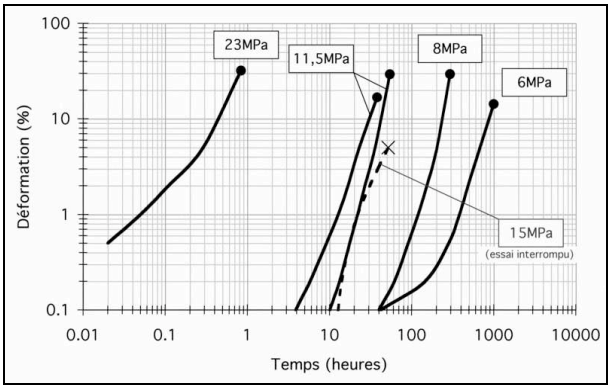


***figure 3.21 : Fluage à 850°C, F17TNb, produit fini** [11]*
- METCUT Inc. (2000) -

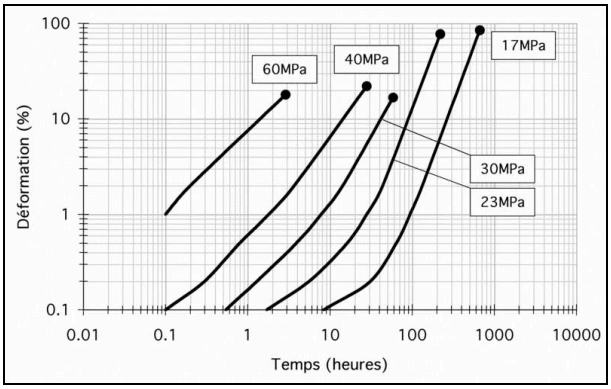


***figure 3.22 : Fluage à 850°C, R20-12, produit fini** [12]*
- METCUT Inc. (2000) -

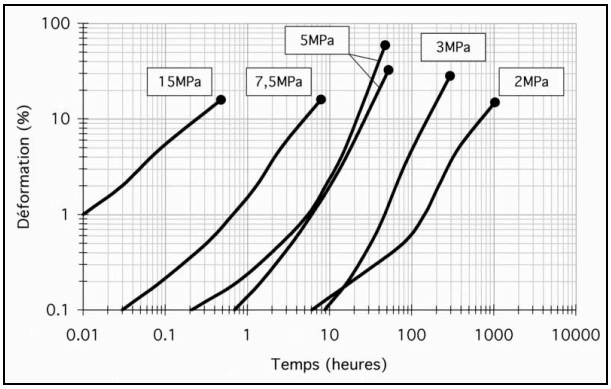


***figure 3.23 : Fluage à 950°C, F17TNb, produit fini** [11]*
- METCUT Inc. (2000) -

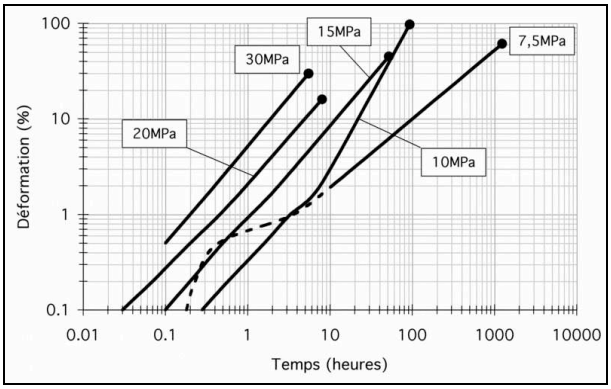


***figure 3.24 : Fluage à 950°C, R20-12, produit fini** [12]*
- METCUT Inc. (2000) -

• Résistance à l'oxydation

Des essais d'oxydation continue et d'oxydation cyclique ont été effectués au Centre de Recherche d'Ugine Savoie courant 2000 [13]. Des échantillons prélevés dans une tôle de produit fini sont polis jusqu'au papier émeri 1200. Avant essai d'oxydation, les surfaces sont nettoyées aux ultrasons dans un bain d'acétone/éthanol.

La résistance à l'oxydation continue à l'air est caractérisée par l'épaisseur de la couche oxydée (oxydation externe + oxydation interne) en fonction de la durée du maintien isotherme (750 à 1000°C). Les résultats sont donnés au tableau 3.11 pour les matériaux F17TNb et R20-12. A titre de comparaison, l'épaisseur de la couche oxydée de l'acier inoxydable AISI 304 est également fournie.

	750°C		*800°C*	*850°C*		*900°C*	*950°C*		*1000°C*
	50h	*400h*	*50h*	*50h*	*400h*	*50h*	*50h*	*400h*	*50h*
F17TNb	0,5	1,5	1,5	2	8	3,5	5	14	11
R20-12	nd	4	1,0	2	6	3	5	14	10
304	0,5	nd	nd	18	110	24	nd		nd

tableau 3.11 : Epaisseur en micron de la couche oxydée en oxydation continue F17TNb et R20-12, produits finis, Ugine & ALZ (2000) *[13]*

D'autre part, des essais d'oxydation cyclique sont réalisés également à l'air pour un cyclique thermique s'étendant de l'ambiante à une température maximale de 750, 850 ou 950°C. La vitesse de chauffe est de 1°C.s^{-1} jusqu'à la température maximale d'essai et est suivie d'un palier isotherme de 20 minutes. Le refroidissement est réalisé à l'air comprimé, 5 minutes permettant de revenir à la température ambiante. La vitesse de refroidissement est de l'ordre de 3 à 4°C.s^{-1}.

Les cycles thermiques sont poursuivis jusqu'à 1200 cycles, ce qui correspond à une durée d'oxydation de 400h à la température d'essai maximale (seule la durée du palier est prise en compte). Les mesures des épaisseurs oxydées (externes + internes) à 150 cycles (50 heures d'oxydation) et à 1200 cycles (400h d'oxydation) sont présentées au tableau 3.12.

	750°C		*850°C*		*950°C*	
	50h	*400h*	*50h*	*400h*	*50h*	*400h*
F17TNb	1	2	2	5,5	7	23
R20-12	1	nd	2	24	9	140
304	2	25	6	260	750	nd

tableau 3.12 : Epaisseur en micron de la couche oxydée en oxydation cyclique 25°C-T_{max} à l'air, F17TNb et R20-12, produits finis, Ugine & ALZ (2000) *[13]*

La susceptibilité à l'écaillage peut être appréciée par la mesure de l'adhérence de la couche oxydée selon la définition :

$$\text{adhérence (\%)} = \frac{\text{masse d'oxyde sur l'échantillon}}{\text{masse totale de l'oxyde}}$$

Les résultats d'adhérence sont donnés au tableau 3.13.

	100h	*200h*	*400h*
F17TNb	99	94	96
R20-12	86	76	49

tableau 3.13 : Facteur d'adhérence (en %) de la couche oxydée en oxydation cyclique 25-850°C à l'air, F17TNb et R20-12, produits finis *[13]*

2.2.2. Propriétés en traction - Commentaires

L'acier ferritique présente une limite d'élasticité similaire à celle du matériau austénitique. Cependant, la résistance mécanique du matériau F17TNb est moindre d'environ 100MPa à toutes températures. L'évolution de la résistance mécanique en fonction de la température du matériau R20-12 est typique de celle des aciers inoxydables austénitiques : une première chute de la résistance entre l'ambiante et 200°C suivie d'un plateau jusqu'à 600°C et, à nouveau, chute progressive de la résistance mécanique aux températures supérieures.

L'évolution de la résistance mécanique du matériau F17TNb est différente, progressivement décroissante jusqu'à 650°C avant de s'effondrer rapidement pour atteindre de très faibles résistances dès 750°C. Comparé à un acier inoxydable ferritique non stabilisé, le matériau F17TNb présente une résistance mécanique nettement plus élevée dans l'intervalle 500-650°C. La présence de carbures NbC et la précipitation de phase de Laves Fe_2Nb, particulièrement active dans cette plage de température, sont certainement corrélées à ces bonnes propriétés mécaniques.

La ductilité du matériau austénitique est supérieure à celle de l'acier ferritique voire très supérieure dans certains intervalles de température. Le fort allongement à la striction de l'acier R20-12 et la grande différence de valeurs entre R_m et $R_{P0,2\%}$ à toutes températures traduisent l'importante consolidation de ce matériau. La consolidation de l'acier F17TNb est plus limitée, surtout au-dessus de 650°C et n'est plus décelable dès 750°C.

Les effondrements des limites d'élasticité et des résistances mécaniques se produisant à partir de 650°C pour le matériau F17TNb et dès 600°C pour l'acier R20-12 s'accompagnent d'une augmentation considérable de l'allongement à rupture. Pour les deux matériaux étudiés, les rapports respectifs de ces températures avec les températures de solidus (en Kelvin) sont égaux à la même valeur de 0,52. Il est généralement considéré qu'à partir d'une température $T > 0,5.T_{solidus}$ la viscoplasticité prend une proportion considérable [14].

2.2.3. Propriétés en fluage - Commentaires et observations

• Durées de vie et vitesse de fluage

En fluage, les propriétés de l'acier ferritique F17TNb sont beaucoup plus faibles que celles présentées par l'acier austénitique R20-12. Les temps de fluage entraînant 1% de déformation et à rupture présentés aux figures 3.25 et 3.26 illustrent parfaitement cette remarque.

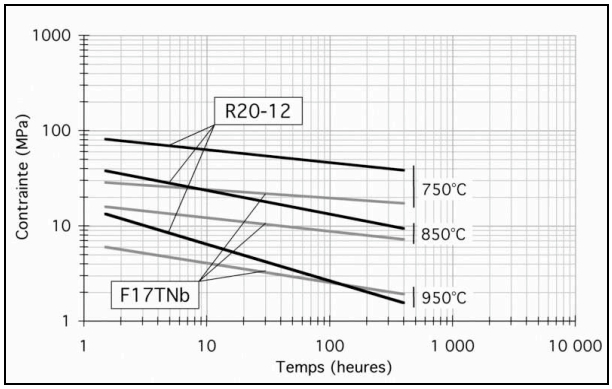


figure 3.25 : Temps de fluage pour 1% de déformation - F17TNb et R20-12, produits finis -

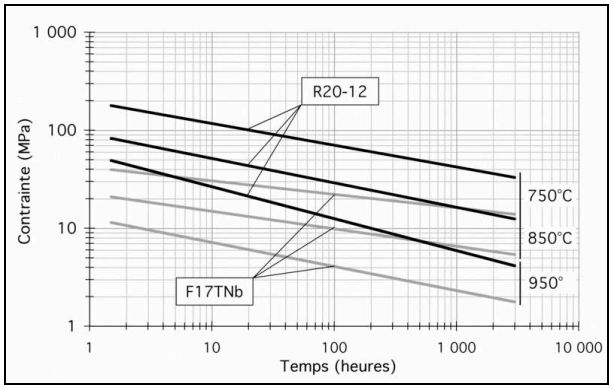


figure 3.26 : Temps de fluage à rupture - F17TNb et R20-12, produits finis -

Les essais menés sur les matériaux F17TNb et R20-12 sont en accord avec la différence de comportement habituellement rencontrée en fluage entre les nuances α et γ [15].

Le matériau F17TNb présente un régime de fluage secondaire généralement inférieur au tiers de la durée totale de fluage. Le fluage tertiaire de ce matériau est donc particulièrement important, quelle que soit la température ou le chargement.

Le comportement de l'acier austénitique R20-12 est beaucoup plus appréciable, la plage de fluage stationnaire occupant la quasi-totalité du temps de fluage à chaque condition d'essai. L'étendue du fluage tertiaire est donc très limitée pour ce matériau.

A partir de chaque courbe, une vitesse de fluage stationnaire $\dot{\varepsilon}_{II}$ peut être estimée. Pour chaque matériau et à chaque température, la charge appliquée est interpolée en fonction de la vitesse de fluage secondaire suivant une loi de Norton :

$$\dot{\varepsilon}_{stat} = \left(\frac{\sigma}{K^*}\right)^{n^*}$$

Les interpolations pour les matériaux étudiés sont présentées aux figures 3.27 et 3.28.

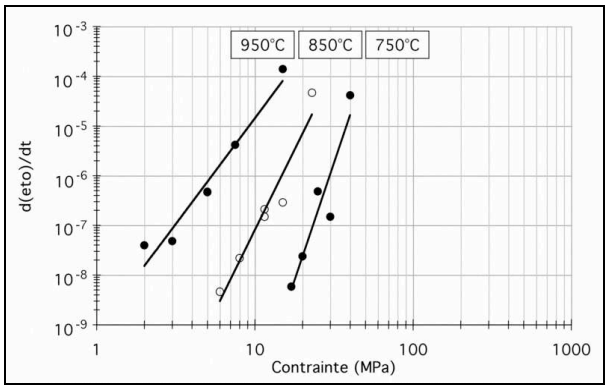


figure 3.27 : Vitesse de fluage stationnaire - F17TNb, produit fini -

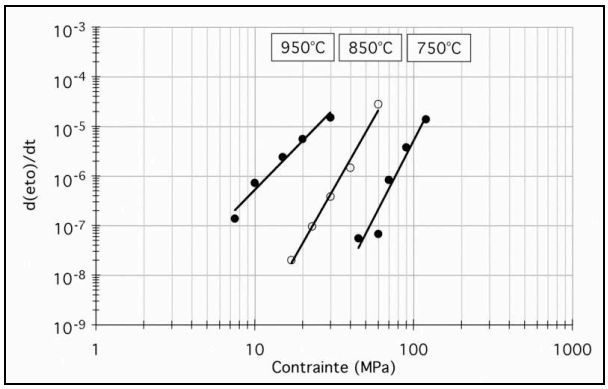


figure 3.28 : Vitesse de fluage stationnaire - R20-12, produit fini -

La valeur des coefficients de Norton sont présentés au tableau 3.14 pour chaque matériau. Les valeurs de *n** chutent d'un facteur deux entre 750 et 950°C. Cependant, ne disposant au mieux que de sept points par essai de fluage, l'interpolation de la loi de Norton proposée n'est qu'indicative.

	F17TNb			*R20-12*		
	750°C	*850°C*	*950°C*	*750°C*	*850°C*	*950°C*
n*	9,5	6,4	4,3	6.2	5,6	3.2
K* (MPa.s)	105	108	119	596	398	738

tableau 3.14 : Coefficients de Norton, F17TNb et R20-12, produits finis

• Fluage sous très faible charge

Des essais de fluage SAG-Test ont également été réalisés par Ugine & ALZ dans la période 1998-2000 [16]. Cet essai consiste à mesurer la flèche d'une poutre (200mm - 20mm - épaisseur) travaillant en flexion et soumise à son propre poids à température constante (fig 3.29). Il s'agit d'un essai de fluage sous une très faible charge.

Trois éprouvettes par matériau sont testées à 850 et 950°C dans un état produit fini (fig 3.30). Les matériaux F17TNb et R20-12 ont un comportement comparable à 850°C. Par contre, à 950°C, la flèche de l'acier R20-12 est deux fois supérieure à celle du matériau F17TNb.

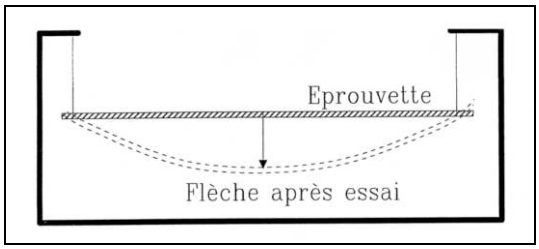


figure 3.29 : Principe de l'essai de fluage SAG-Test

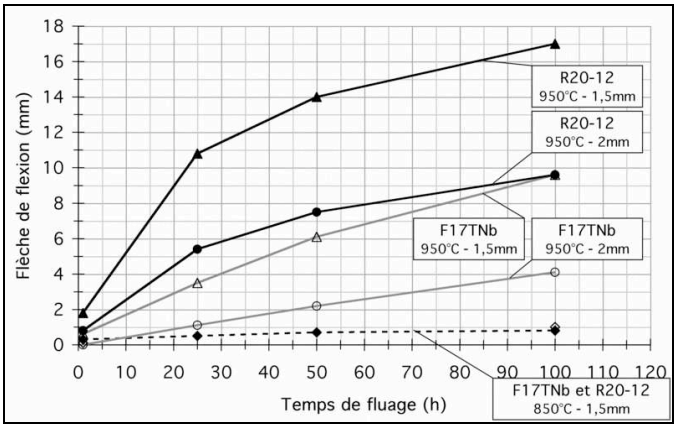


figure 3.30 : Flèche d'essai de fluage SAG-Test [16] - F17TNb et R20-12, produits finis, Ugine & ALZ -

Contrairement aux essais de fluage *classique*, la déformation de l'acier F17TNb est à 950°C plus faible que celle du matériau R20-12 sous très faible charge.

• Observations d'éprouvettes rompues en fluage

Quelques éprouvettes sont observées après rupture en fluage. Il s'agit, pour chaque matériau, des éprouvettes des essais parmi les plus longs aux températures 750, 850 et 950°C. Des analyses sont effectuées aux microscopes optique et électronique à balayage ainsi qu'à la microsonde. Les observations se portent particulièrement sur les microstructures, les précipitations et l'oxydation des éprouvettes.

La figure 3.31 présente les courbes de fluage des éprouvettes observées et le tableau 3.15 les temps pour 1% de déformation de fluage et à rupture ainsi que la déformation à rupture.

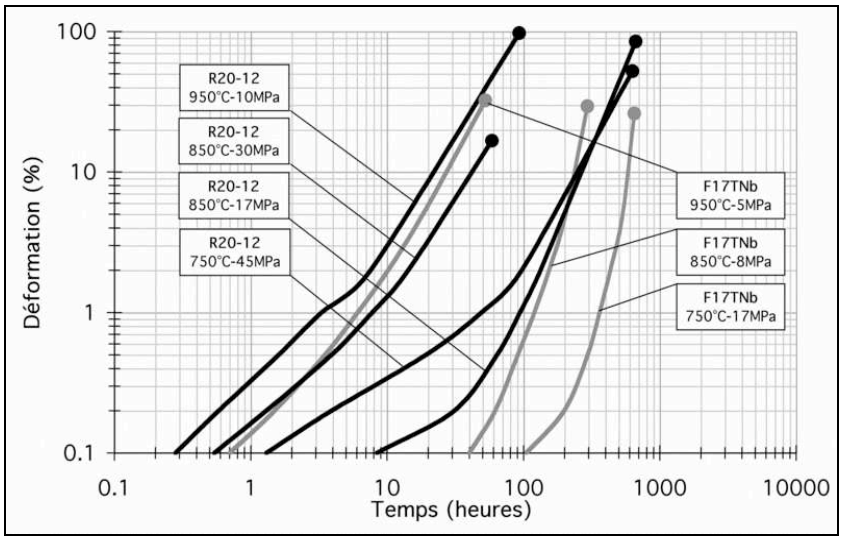


figure 3.31 : Courbes de fluage des éprouvettes F17TNb et R20-12 étudiées

	F17TNb			*R20-12*			
	750°C	*850°C*	*950°C*	*750°C*	*850°C*	*850°C*	*950°C*
σ (MPa)	17	8	5	45	17	30	10
temps à 1% (h)	361	120	5,5	49	94	7,8	3,3
temps à rupture (h)	650	294	48	631	801	92	96
déformation totale (%)	26	29	32	52	85	17	97

tableau 3.15 : Temps de fluage pour 1% de déformation et à rupture - F17TNb et R20-12, produits finis -

Les déformations observées à rupture des éprouvettes du **matériau ferritique F17TNb** sont très légèrement croissantes avec l'augmentation de température et se situent aux alentours de 30%. Cependant, plus la température est élevée, plus la striction à rupture est prononcée (fig 3.32 et 3.33). Le rapport des strictions entre les éprouvettes rompues à 750°C et à 950°C est de trois.

La déformation se localise rapidement lors de l'essai de fluage de la nuance F17TNb. Cela se traduit par une striction d'autant plus importante que la température est élevée. Parallèlement à cette localisation, très peu de cavités de fluage sont observées.

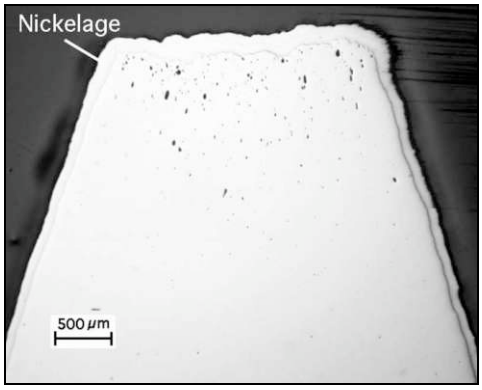


figure 3.32 : Eprouvette F17TNb après fluage - 750°C-17MPa (650h-26%) -

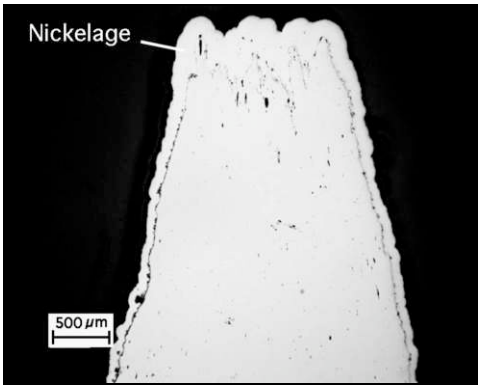


figure 3.33 : Eprouvette F17TNb après fluage - 950°C-5MPa (48h-32%) -

Les microstructures sont caractérisées par une forte déformation des grains dans la direction de l'écoulement plastique en zone de striction (fig 3.34). Cependant, en dehors de la zone de striction, les grains sont peu déformés et n'ont pas grossi, la taille des grains étant similaire à celle du *produit fini* pour tous les essais (fig 3.35).

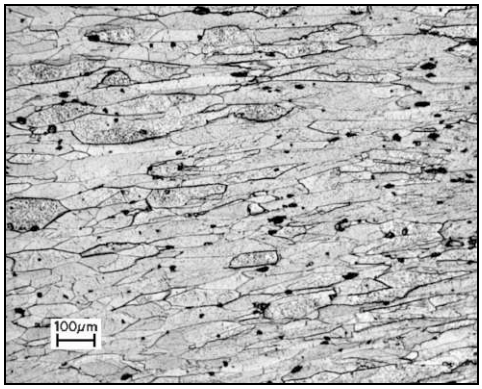


figure 3.34 : Microstructure après fluage à 750°C - F17TNb dans la zone de striction, Optique -

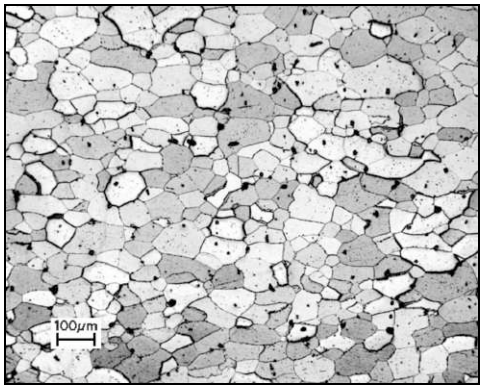


figure 3.35 : Microstructure après fluage à 950°C - F17TNb hors zone striction, Optique -

Bien que les structures ferritiques soient particulièrement sensibles au grossissement des grains, les particules de type NbC et, dans une moindre mesure, Fe_2Nb peuvent entraîner un mécanisme de *freinage de Zener* : ces précipités épinglent les joints de grains du matériau permettant de s'opposer au grossissement des grains [17, 18].

La précipitation est observée au microscope électronique à balayage et se caractérise par la présence des nitrures TiN grossiers et des précipités de niobium principalement dans les joints de grains mais également dans les grains (fig 3.36). Localement, certains précipités TiN cisaillés peuvent être observés (fig 3.37).

Après fluage, la précipitation de phases Nb est beaucoup plus importante que dans l'état *produit fini*. Les particules se formant dans les joints de grains sont des phases de Laves précipitant en cours d'essai, jusqu'à épuisement du niobium encore disponible après la stabilisation du carbone. Cette précipitation améliore la résistance au fluage lorsque celui-ci est de nature intergranulaire.

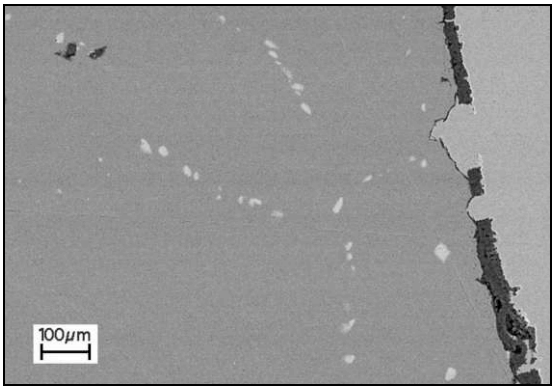


figure 3.36 : Oxydation superficielle et précipitation après fluage du matériau F17TNb, MEB - 850°C-8MPa (294h-29,4%) -

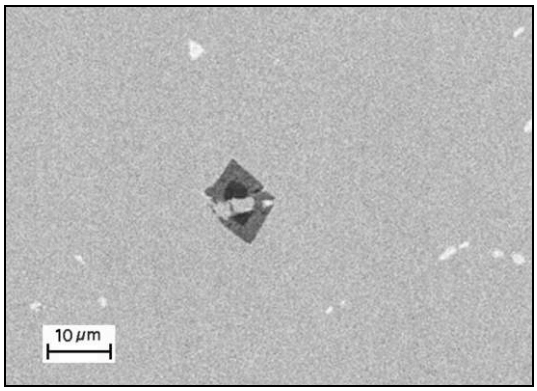


figure 3.37 : Précipité TiN cisaillé lors du fluage du matériau F17TNb, MEB - 850°C-8MPa (294h-29,4%) -

Les éprouvettes F17TNb observées (750°C-650h, 850°C-294h et 950°C-48h) présentent des faciès d'oxydation similaires. D'une manière générale, l'oxydation est limitée. L'épaisseur de la couche d'oxyde est inférieure à 10μm mais celle-ci est d'autant plus épaisse que la température est élevée. Localement, des ruptures de la couche d'oxyde et des pertes de métal peuvent être observées (fig 3.36). Les ruptures des couches d'oxydes sont liées à l'accommodation de la déformation plastique du métal par un mécanisme destructif. Les pertes de métal peuvent vraisemblablement être liées à l'écaillage.

Des cartographies X qualitatives sont effectuées à la microsonde sur ces surfaces (fig 3.38).

La couche d'oxyde est constituée d'une chromite type Cr_2O_3 plus ou moins continue mais adhérente à l'interface métal-oxyde surmontée du spinelle $Mn(Fe,Cr)_2O_4$ de manière discontinue. Ce spinelle présente des porosités. Localement, quelques ruptures de la couche d'oxyde sont visibles et mettent le métal à nu. Le silicium est présent sous forme de silice SiO_2 à l'interface *métal-oxyde* en liseré plus ou moins continu ainsi qu'en oxydation interne. Du titane est également présent dans la couche d'oxyde.

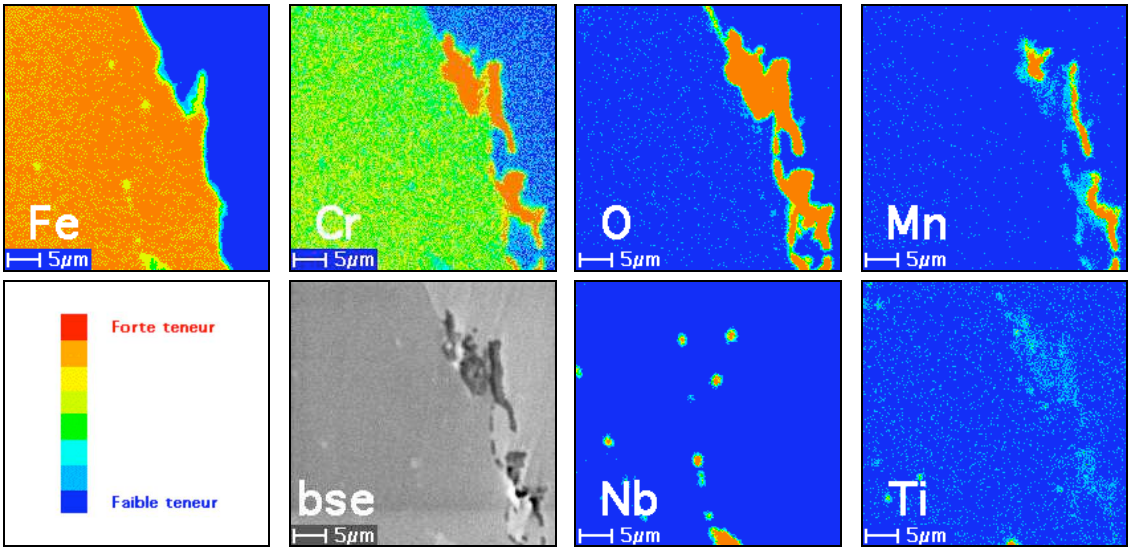


figure 3.38 : Cartographies qualitatives de microsonde de quelques éléments
- F17TNb en coupe, fluage rupture 850°C-8MPa -

Contrairement à l'acier F17TNb, le **matériau austénitique R20-12** sollicité en fluage présente un endommagement caractérisé par la présence de nombreuses cavités de fluage, généralement aux joints triples de la matrice. L'allongement des éprouvettes de nuance R20-12 est homogène, il n'y a pas de striction localisée et leur rupture semble lié à la coalescence des cavités.

Pour le matériau R20-12, plus la température de fluage est élevée (ou le temps de fluage à une même température est grand), plus le nombre de cavités est élevé et l'ouverture de ces cavités importante (fig 3.39 à 3.42). Dans la matrice, la précipitation est forte et apparaît d'autant plus prononcée que la température d'essai est élevée.

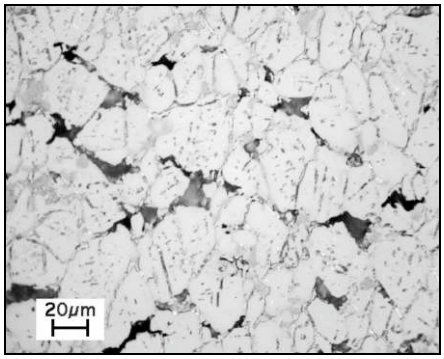


figure 3.39 : Endommagement après fluage, R20-12
*- 750°C-45MPa (631h-52%), **Optique** -*

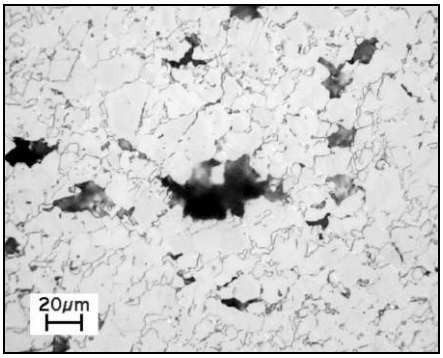


figure 3.40 : Endommagement après fluage, R20-12
*- 850°C-30MPa (92h-17%), **Optique** -*

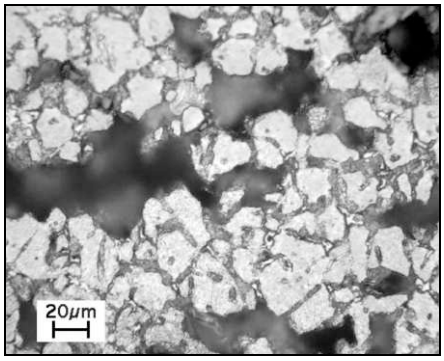


figure 3.41 : Endommagement après fluage, R20-12
*- 850°C-17MPa (801h-85%), **Optique** -*

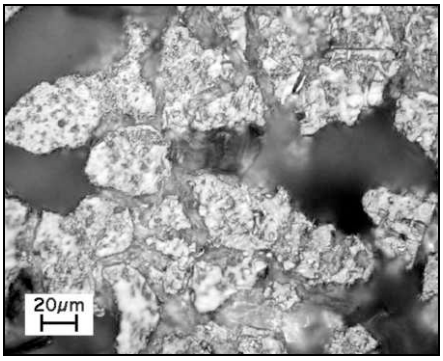


figure 3.42 : Endommagement après fluage, R20-12
*- 950°C-10MPa (96h-97%), **Optique** -*

L'oxydation de ce matériau est faible à la température de 750°C et après 850°C-92h, l'épaisseur de la couche d'oxyde étant inférieure à 5μm (fig 3.42 et 3.43). Les couches d'oxydes sont régulièrement rompues et les cavités de fluage sont oxydées. Par contre, à 950°C et à 850°C pour des temps élevés (801h), l'oxydation est importante et se caractérise par la présence de nodules d'oxydes de fer à la surface, reflet d'une *oxydation catastrophique* soit la perte de la protection du métal (fig 3.44 et 3.45). La couche oxydée est épaisse, de 20 à 50μm, et peu adhérente. Sous les nodules, des golfes d'oxydes pénètrent localement dans le matériau. Dans la matrice, l'oxydation semble progresser par pontage des cavités vraisemblablement de manière intergranulaire.

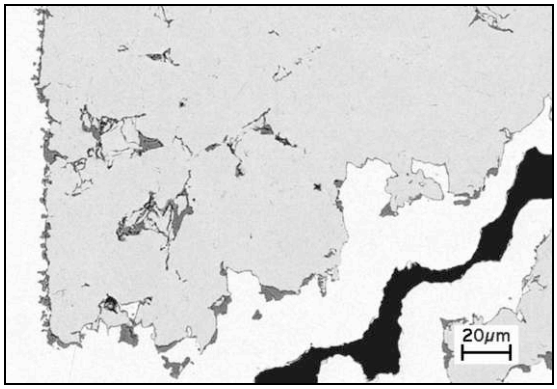


figure 3.43 : Observation en coupe après fluage, R20-12, MEB *(nickelage en blanc)*
- 750°C-45MPa (631h-52%) -

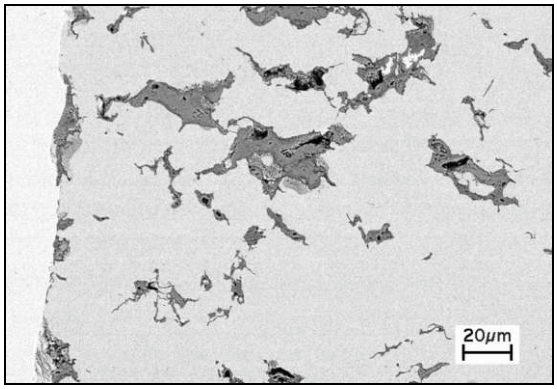


figure 3.44 : Observation en coupe après fluage, R20-12, MEB *(nickelage en blanc)*
- 850°C-30MPa (92h-17%) -

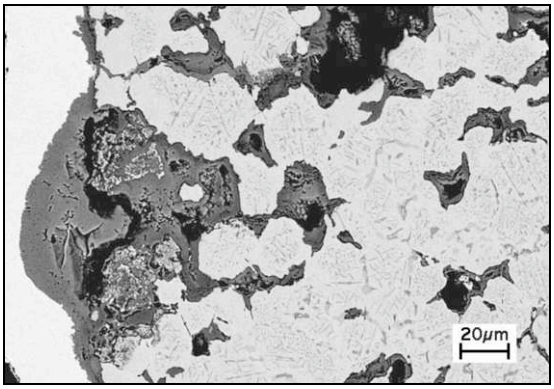


figure 3.45 : Observation en coupe après fluage, R20-12, MEB *(nickelage en blanc)*
- 850°C-17MPa (801h-85%) -

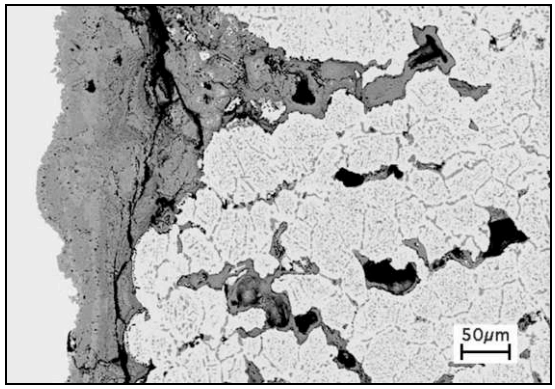


figure 3.46 : Observation en coupe après fluage, R20-12, MEB *(nickelage en blanc)*
- 950°C-10MPa (96h-97%) -

Les cartographies qualitatives à la microsonde de la couche oxydée de l'échantillon rompu après 92h à 850°C (fig 3.47) montre la formation d'un pustule d'oxyde de fer enrichi en manganèse dans ses parties supérieure et inférieure. En dessous de cet oxyde de fer, un film continu de chromite enrichie de manganèse est observé. Le golfe présent sous le nodule de fer est constitué d'oxygène, de fer, de chrome et de manganèse. Il s'agit certainement d'un composé de stoechiométrie proche du spinelle $Mn(Fe,Cr)_2O_4$. L'oxydation des cavités est surtout constituée d'oxyde de chrome, du manganèse venant s'y ajouter. Une abondante précipitation interne de silice SiO_2 ainsi que de phases contenant du chrome sont également observées.

Les précipités sont présents dans les grains et aux joints de grains quelles que soient les conditions de fluage (fig 3.48). Les carbures $M_{23}C_6$ sont présents majoritairement dans les joints de grains. De nombreux autres précipités sont observés, certains contenant du molybdène (certainement des carbures Fe_3Mo_3C) et d'autres contenant en plus du molybdène, du nickel et du silicium (certainement des phases χ $(Fe,Ni)_{36}Cr_{12}Mo_{10}$ et/ou des phases σ).

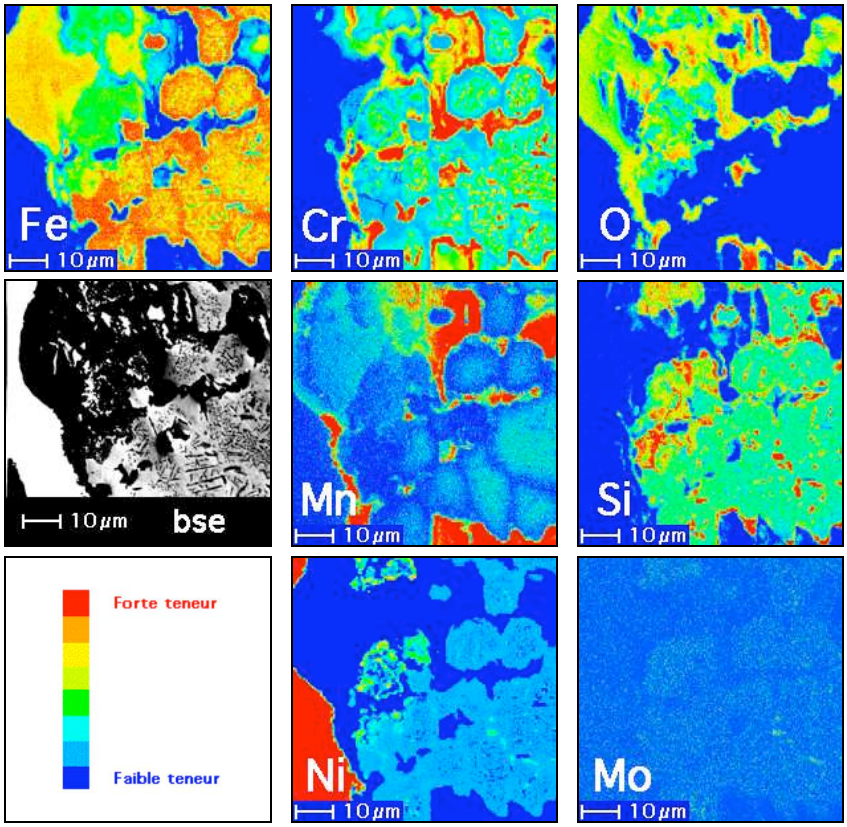


figure 3.47 : Cartographies qualitatibes de microsonde de la couche oxydée
- R20-12 après fluage rupture, 850°C-17MPa -

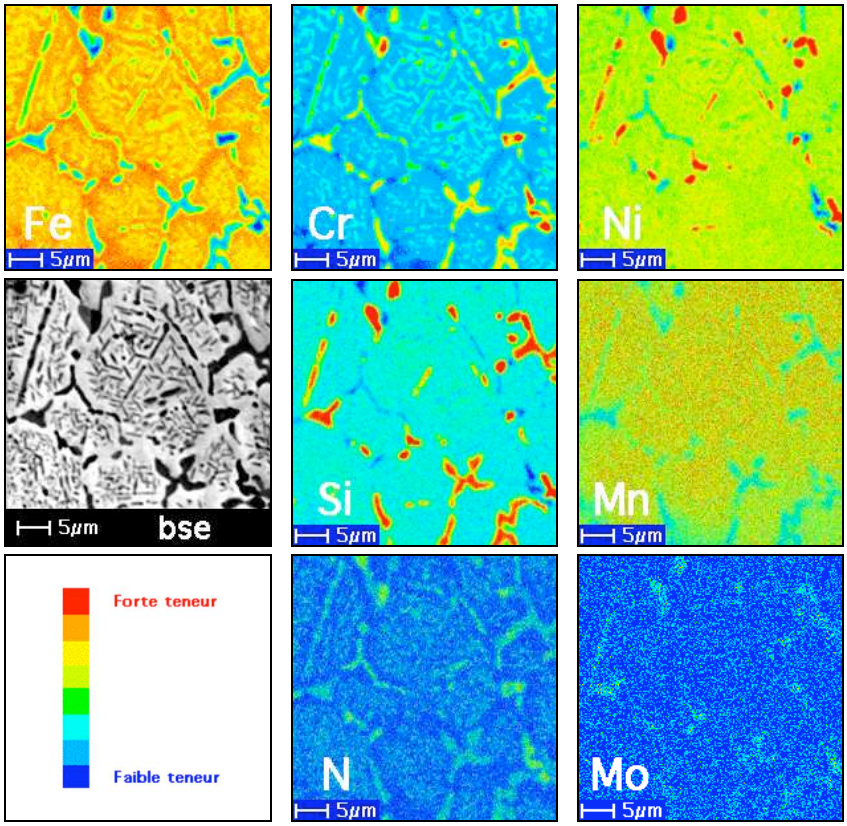


figure 3.48 : Cartographies qualitatives de microsonde de la précipitation interne
- R20-12 après fluage rupture, 850°C-17MPa -

D'autre part, une importante précipitation de nitrures, vraisemblablement de chrome, est observée sur les cartographies de microsonde sous forme soit de plaquettes, soit plutôt de sphères. La précipitation de nitrures apparaît à 950°C et à 850°C pour l'essai le plus long (17MPa-801h et non pour 30MPa-92h tous deux à 850°C). La cinétique de précipitation des phases nitrures semble être faible à 850°C et ces nitrures ne semblent pas se former à 750°C.

L'oxydation et la quantité de précipités sont d'autant plus prononcées que la température de fluage est élevée. La contrainte de fluage accélère la diffusion des éléments et les cinétiques de précipitation.

2.2.5. Résistance à l'oxydation - Commentaires et observations

En oxydation continue, le comportement du matériau austénitique est similaire à celui de l'acier F17TNb (tab 3.11). Les aciers inoxydables F17TNb et R20-12 sont formulés pour des applications à haute température, ce qui exige une résistance à l'oxydation importante. Avec des teneurs en chrome très élevées, la résistance à l'oxydation de ces matériaux est nettement supérieure à celle d'un AISI 304.

La structure ferritique de l'acier F17TNb induit une forte diffusion des éléments métalliques, ce qui permet la formation rapide d'une couche protectrice d'oxyde de chrome et assure sa pérennité en évitant une déchromisation trop importante de l'interface *métal-oxyde*. Le maintien élevé de la teneur en chrome à cette interface évite la transformation de phase α en phase γ, de volume différent, pouvant entraîner la rupture de la couche d'oxyde.

Pour la nuance austénitique R20-12, une teneur en chrome plus importante est nécessaire à l'édification d'une couche d'oxydes protectrice du fait de l'oxydation interne importante et de la plus faible diffusion du chrome dans la matrice. L'ajout de 2% de silicium permet d'améliorer la résistance à l'oxydation par formation locale d'un liseré de SiO_2 à l'interface *métal-oxyde*.

La résistance à l'oxydation cyclique du matériau R20-12 est plus faible que celle de la nuance ferritique aux temps longs (tab 3.12). En oxydation cyclique, les contraintes thermiques exercées sont liées à la différence de dilatation entre le métal et la couche d'oxyde et peuvent conduire à l'endommagement de l'oxyde qui se fissure voire s'écaille.

Le coefficient de dilatation thermique de la nuance austénitique R20-12, plus élevé que celui du matériau F17TNb, induit une plus forte déformation thermique de la couche d'oxydes. Lorsque la couche est suffisamment épaisse, elle n'est plus capable d'accommoder les contraintes et s'écaille partiellement à chaque cycle thermique. Cela se traduit par une surface présentant de nombreuses fractures et la couche d'oxydes n'est alors plus protectrice. Les résultats d'adhérence donnés au tableau 3.13 confirment la bonne résistance à l'oxydation cyclique du matériau F17TNb corrélée à une bonne adhérence de la couche oxydée et la forte sensibilité à l'écaillage de la nuance R20-12 aux temps longs.

Les faciès des couches d'oxydes sont similaires à ceux observés après fluage. Les différences de faciès entre les différentes températures et les nombres de cycles d'oxydation proviennent essentiellement d'une différence d'épaisseur et de forme des couches d'oxydes.

Ces couches d'oxydes des deux alliages F17TNb et R20-12 peuvent être décomposées en une couche peu adhérente d'oxyde de fer Fe_xO_y suivie d'une couche également peu adhérente et poreuse de $(Fe,Cr)_xO_y$ puis d'un film mince et souvent non continu de chromite Cr_2O_3 et enfin de l'oxyde SiO_2 (et TiO_2 pour la nuance ferritique) en liseré discontinu sous la surface et en oxydation intergranulaire. L'écaillage de la nuance austénitique conduit à une oxydation interne de la matrice.

L'épaisseur de la couche d'oxydes peut être exprimée en fonction du temps d'oxydation suivant un modèle parabolique thermiquement activé :

$$e^2 = e_0^2 . \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) . t$$

avec T = T(°C) + 273,15K, R = 8,314 J.mol^{-1}.K^{-1}.

L'énergie d'activation apparente Q et la constante e_0 de chacun des matériaux sont présentées au tableau 3.16.

	oxydation continue		*oxydation cyclique*	
	Q (kJ.mol^{-1})	***e_0 (µm.t$^{1/2}$)***	***Q (kJ.mol^{-1})***	***e_0 (µm.t$^{1/2}$)***
F17TNb	240,7	1 947,9	226,2	1 061,6
R20-12	241,0	1 797,2	230,6	2010,2

tableau 3.16 : Equation d'oxydation continue à l'air, F17TNb et R20-12 (temps en heures)

Suivant ce modèle, l'épaisseur des couches oxydées est correctement estimée (fig 3.49 à 3.52), exemptée pour l'oxydation cyclique aux temps longs de la nuance R20-12 dont la couche d'oxydes s'écaille. Les énergies d'activation apparente sont du même ordre pour chaque matériau en oxydation continue et en oxydation cyclique.

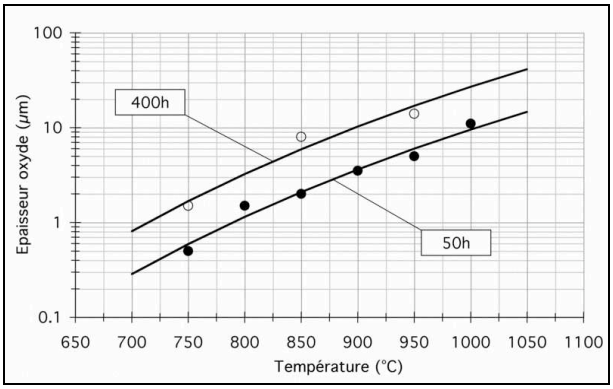


figure 3.49 : Epaisseurs expérimentale et calculée de la couche d'oxyde, oxydation continue, F17TNb

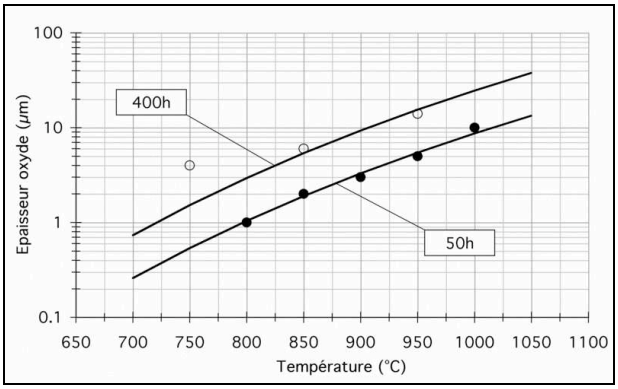


figure 3.50 : Epaisseurs expérimentale et calculée de la couche d'oxyde, oxydation continue, R20-12

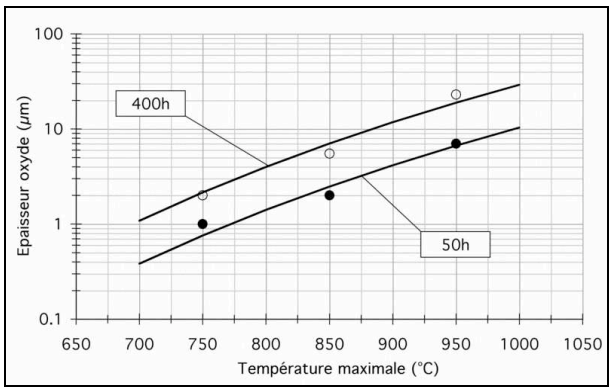


figure 3.51 : Epaisseurs expérimentale et calculée de la couche d'oxyde, oxydation cyclique 25°C-T_{max} , F17TNb

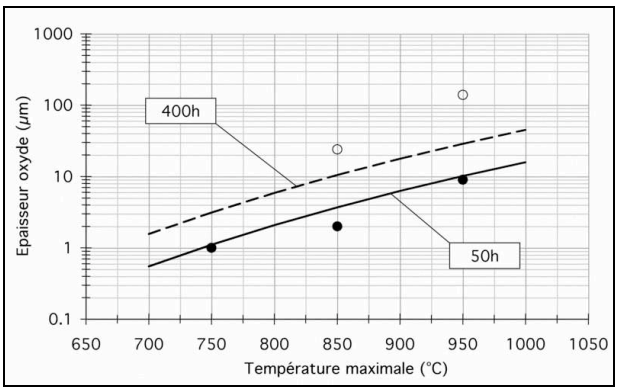


figure 3.52 : Epaisseurs expérimentale et calculée de la couche d'oxyde, oxydation cyclique 25°C-T_{max} , R20-12

Les cinétiques d'oxydation isotherme à l'air des matériaux F17TNb et R20-12 sont comparables et suivent une allure de type parabolique, synonyme d'un régime protecteur. En oxydation cyclique, la nuance F17TNb est peu sensible à l'écaillage et suit également un régime parabolique. Pour cette nuance, l'épaisseur de l'oxyde n'est pas sensible aux régimes continu ou cyclique (fig 3.53).

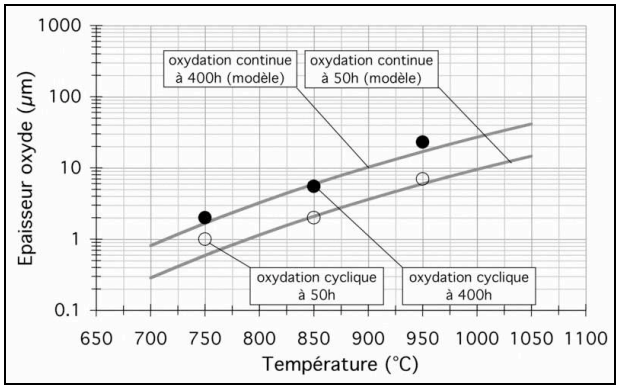


figure 3.53 : Comparaison oxydation continue et oxydation cyclique 25°C-T_{max} , F17TNb

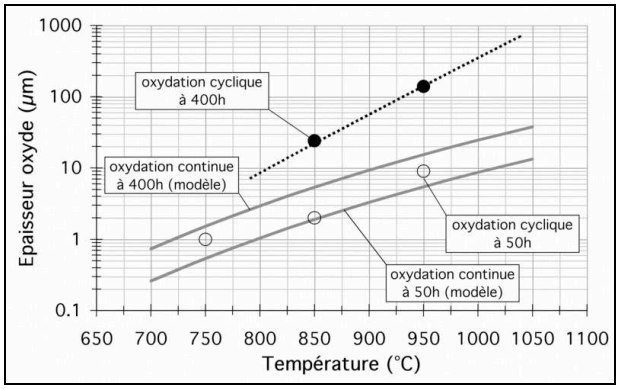


figure 3.54 : Comparaison oxydation continue et oxydation cyclique 25°C-T_{max} , R20-12

La nuance R20-12 devient sensible à l'écaillage dès 850°C aux temps d'oxydation cyclique élevés. Il s'agit d'une différence de comportement capitale entre les deux nuances. A 850°C et au-dessus, l'acier R20-12 suit tout d'abord un régime protecteur en début d'essai mais rapidement l'écaillage de la couche d'oxyde apparaît entraînant la perte de protection de la surface et, ainsi, une augmentation de la consommation de métal (fig 3.54).

3. Expertises de collecteurs rompus sur banc moteur

Deux collecteurs ferritiques (AISI 409 et F17TNb) et un collecteur austénitique (R20-12) rompus après essais sur banc moteur chez les échappementiers sont analysés.

Pour chaque collecteur, des fissures locales sont présentes le long d'une zone coudée. Cette zone correspond à la liaison entre deux tubes d'échappement pour les collecteurs de nuances ferritiques (fig 3.55) et au tube lui-même pour le collecteur de nuance austénitique (fig 3.56). Il s'agit de parties de métal exemptes de soudure.

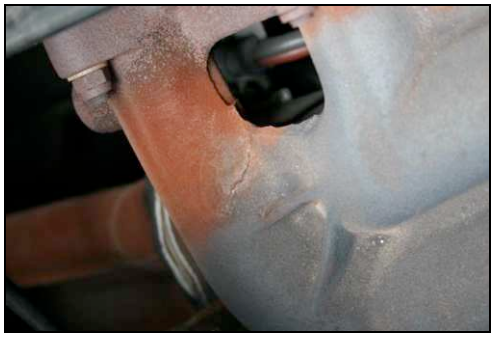


figure 3.55 : Exemple de fissuration d'un collecteur au pontage de deux tubes d'échappement

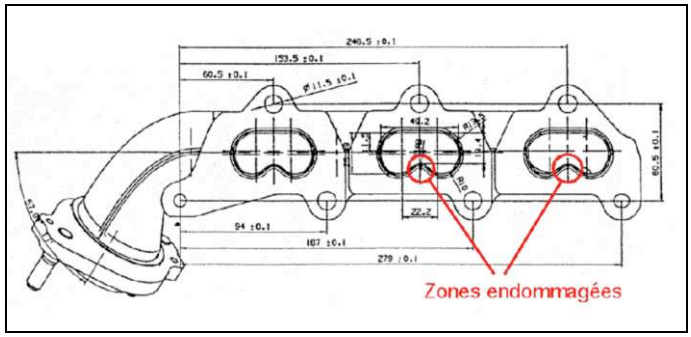


figure 3.56 : Schéma du collecteur austénitique R20-12 montrant les zones endommagées

Quelle que soit la nuance, l'endommagement des collecteurs est similaire. L'aspect extérieur des zones endommagées présente une *peau d'éléphant* caractéristique de la fatigue thermique. Des fissures se sont amorcées depuis la face extérieure mais également depuis la face intérieure. La plupart des fissures s'est propagée jusqu'à mi-épaisseur du produit mais certaines fissures ont traversé le matériau de part en part. Les zones critiques sont de plus caractérisées par une forte oxydation des surfaces libres et des fissures.

Des échantillons de **collecteur F17TNb** sont récupérés et analysés au microscope optique (fig 3.57), au microscope électronique à balayage (fig 3.58) et à la microsonde (fig 3.59).

Les grains sont fortement marqués dans la zone de striction et s'alignent dans le sens de l'écoulement plastique. En dehors de la zone de striction, les grains demeurent équiaxes et aucun grossissement de la taille des grains n'est constaté. L'oxydation est importante et fait apparaître de nombreux nodules de fer en surface extérieure, signes de la perte local de protection, précédés côté métal d'un mélange de chromite Cr_2O_3 et de spinelle $Mn(Fe,Cr)_2O_4$. Le silicium est également présent sous forme de SiO_2 à l'interface *métal-oxyde* ainsi que, dans une moindre mesure, l'oxyde de titane TiO_2. Le niobium ne semble pas être présent dans la couche d'oxyde. La morphologie de la couche d'oxydes est similaire aux faciès observés après essais de fluage et d'oxydation continue ou cyclique.

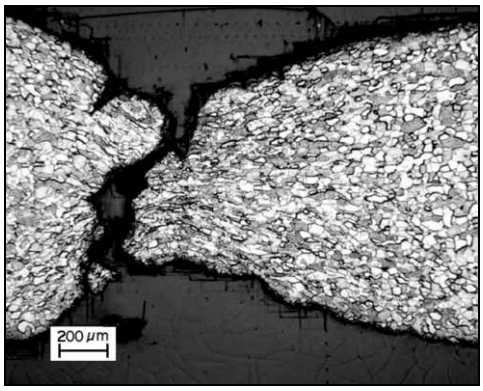


figure 3.57 : Microstructure du collecteur en acier F17TNb rompu, Optique

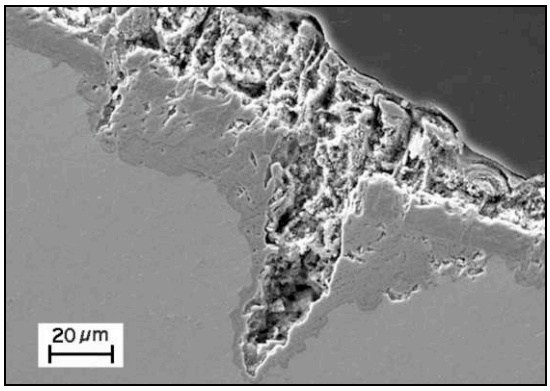


figure 3.58 : Oxydation de la surface externe du collecteur en acier F17TNb rompu, MEB

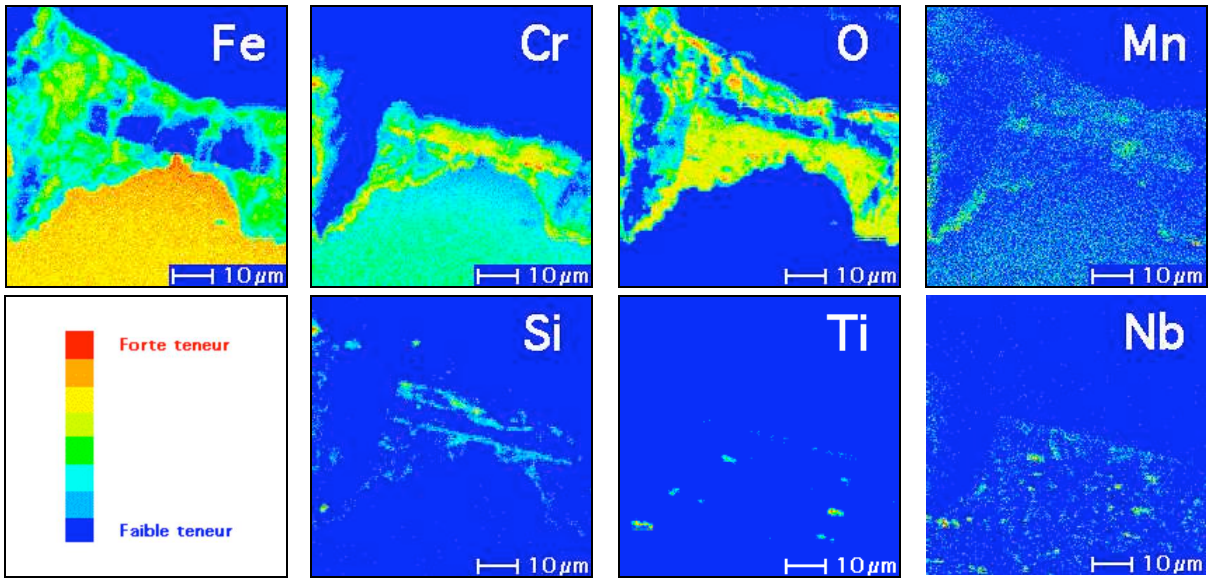


figure 3.59 : Cartographies qualitatives à la microsonde de la surface externe du collecteur en acier F17TNb rompu sur banc moteur - zone de la figure 3.58 -

De même, un échantillon de **collecteur en acier R20-12** après essai sur banc moteur est récupéré et analysé au microscope optique (fig 3.60), au microscope électronique à balayage (fig 3.61) et à la microsonde (fig 3.62).

Aucun grossissement de la taille des grains n'est constaté. L'oxydation est plus importante que celle constatée sur les collecteurs ferritiques et fait également apparaître de nombreux nodules de fer en surface extérieure, signes de la perte de protection du métal. La morphologie de la couche d'oxydes est également similaire aux faciès observés après essais de fluage et d'oxydation continue ou cyclique. Cependant, l'oxydation de la surface soumise aux gaz d'échappement est plus importante que celle présentée à l'air.

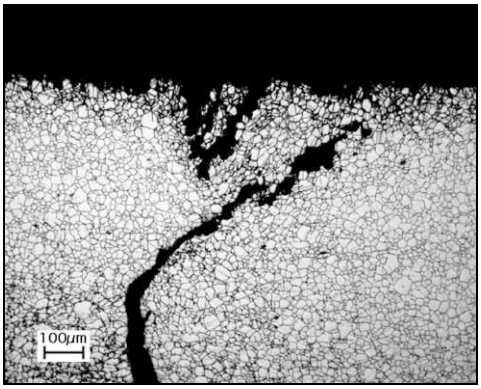


figure 3.60 : Microstructure du collecteur en acier R20-12 rompu, Optique

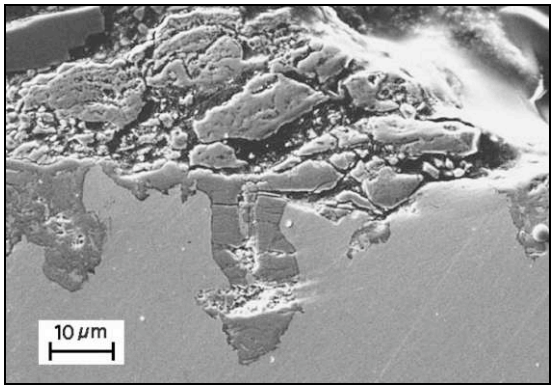


figure 3.61 : Oxydation de la surface externe du collecteur en acier R20-12 rompu, MEB

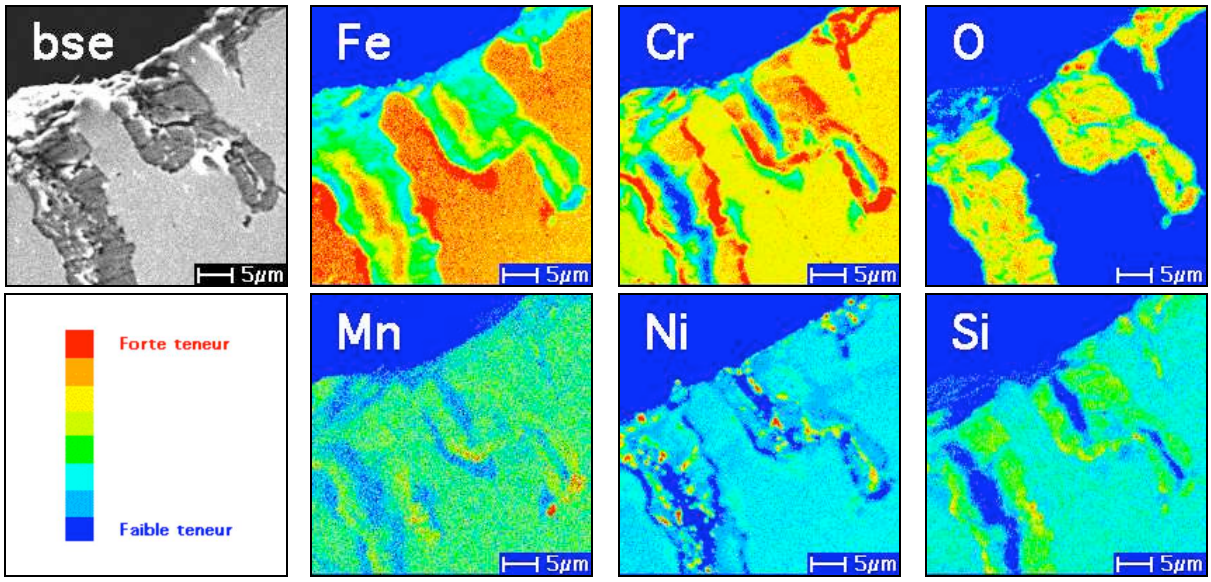


figure 3.62 : Cartographies qualitatives de microsonde de la surface externe du collecteur en acier R20-12 rompu sur banc moteur

Les zones endommagées sont des pièces coudées dont la dilatation thermique est contrariée. Il en résulte un état de flexion lors des variations de température. Les fissures générées sont moins oxydées en fond de fissure qu'en surface, ce qui traduit la propagation de ces fissures lors des cycles thermiques successifs. Il est alors conclu que les collecteurs d'échappement observés se sont rompus suite une sollicitation de fatigue thermique prépondérante dans les zones coudées et correspondant à des points chauds, c'est-à-dire aux endroits où l'amplitude de température est la plus élevée et donc où la contrariété à la dilatation est la plus prononcée.

4. Conclusions

Les deux matériaux F17TNb et R20-12 de cette étude sont des aciers inoxydables respectivement ferritique et austénitique. Il s'agit de matériaux formulés pour des applications à haute température qui présentent ainsi une forte teneur en chrome pour obtenir une grande résistance à l'oxydation. Leur teneur en carbone est faible afin de limiter la précipitation des carbures $Cr_{23}C_6$ et les risques de corrosion associés.

Le matériau F17TNb est stabilisé par des additions de titane et de niobium. Les principaux précipités présents dans cet acier sont des nitrures de titane TiN relativement grossiers et des carbures de niobium NbC beaucoup plus fins qui constituent le durcissement principal de la matrice. Après la stabilisation du carbone par formation des carbures NbC, l'excédant en niobium peut précipiter en phase de Laves Fe_2Nb. Cette précipitation a lieu généralement aux joints de grains et permet une amélioration des propriétés mécaniques, particulièrement en fluage. Seule une taille de grains deux fois plus faible différencie l'état métallurgique *produit fini* de l'état *train à bandes*.

L'acier R20-12 est fortement chargé en nickel afin d'assurer la structure austénitique à basse température et présente des teneurs importantes en éléments d'alliage, ce qui en fait un matériau plus onéreux de l'acier F17TNb. Le durcissement principal de la matrice austénitique est apporté par les atomes solutés de chrome. La microstructure de ce matériau est caractérisée par la présence de ferrite δ en faible proportion, moins de 10%. Un traitement thermique 1125°C-2h de l'état *train à bandes* permet d'obtenir un matériau ayant une teneur en ferrite δ comparable à celle de l'état *produit fini*, une taille de grains très légèrement supérieure et une dureté Vickers du même ordre.

Les propriétés mécaniques de ces matériaux sont conformes aux propriétés habituellement rencontrées pour des aciers inoxydables entièrement ferritique ou austénitique à basses teneurs en carbone et en azote. En traction et en fluage, les résistances mécaniques et la ductilité du matériau R20-12 sont supérieures à celles de l'acier F17TNb. De plus, la plage de fluage tertiaire est très limitée pour le matériau R20-12 alors qu'elle représente plus de la moitié du temps de fluage de l'acier F17TNb.

Au-delà de 650°C environ, les matériaux étudiés présentent une brusque chute de la résistance mécanique associée à une forte augmentation de l'allongement à rupture. Il s'agit d'une température critique à partir de laquelle la viscoplasticité des matériaux est prépondérante. La consolidation du matériau ferritique est presque nulle dès 750°C contrairement à l'acier R20-12 qui présente une consolidation importante à toutes les températures.

En oxydation continue, le comportement de ces matériaux sont similaires jusqu'à des températures de 1000°C. Cependant, une différence de comportement capitale pour l'application fatigue thermique est observée entre ces deux nuances en oxydation cyclique. Alors que la résistance à l'oxydation cyclique du matériau F17TNb est très élevée, l'acier R20-12 est sensible à l'écaillage aux temps longs dès 850°C pour température maximale. Le coefficient de dilatation thermique des aciers austénitiques, habituellement plus élevé que celui des aciers ferritiques, conduit à une sollicitation plus importante de la couche d'oxydes et ainsi à son écaillage. Le film d'oxydes n'est alors plus protecteur et *l'oxydation catastrophique* du matériau peut avoir lieu.

L'analyse de collecteurs d'échappement testés sur banc moteur par les échappementiers relève un endommagement lié au bridage des pièces aux parties chaudes, quelle que soit la structure du matériau. Des fissures s'amorcent et se propagent depuis les enveloppes extérieure et intérieure du collecteur dans des zones coudées, exemptes de toute soudure. Le bridage des déformations thermiques se traduit par une sollicitation de fatigue thermique en flexion lors des phases de montée en température puis de refroidissement du collecteur. De plus, les hautes températures du matériau entraînent une oxydation importante. La surface du collecteur peut perdre régulièrement son caractère protecteur entraînant alors l'oxydation interne de la matrice.

Références de la Partie 3

[1] Site Internet *www.ugine.fr* (2004)

[2] F.B. Pickering, *Physical metallurgy and the design of steels*, Ed. Aaplied science (1978)

[3] H. U. Hong, S.W. Nam and B.S. Rho, *The fatigue crack initiation at the interface between matrix and δ-ferrite in 304L stainless steel,* Scripta Materialia, 39(10), p1407-1412 (1998)

[4] H. U. Hong, S.W. Nam and B.S. Rho, *The effect of δ ferrite on fatigue cracks in 304L steels,* International Journal of Fatigue, 22 p683-690 (2000)

[5] B.S. Rho, S.W. Nam and H.U. Hong, *A study on the carck initiation and growth from δ-ferrite/γ phase interface under continuous fatigue and creep-fatigue conditions in tpe 304L stainless steels,* International Journal of Fatigue, 24, p1063-1070 (2002)

[6] Ugine, *UGINOX F17TNb,* Document commercial (1998)

[7] Ugine, *UGINOX R20-12,* Document commercial (1997)

[8] S.D. Preston, *Thermal properties of six automotive alloys. A report for nCode International* (2001)

[9] P.O. Santacreu, *Caractérisation en traction à hautes températures des nuances d'aciers inoxydables pour l'échappement automobile (Campagne IRSID 1997),* Note technique Ugine, p1-10 (1998)

[10] I.M. Bernstein and D. Peckner, *Handbook of Stainless Steels*, Ed. McGraw Hill (1977)

[11] O. Cleizergues, *Résultats de la campagne d'essais de fluage sur Extratherm et F17TNb (METCUT),* Note technique Ugine (2000)

[12] O. Cleizergues, *Campagne de caractérisation en fluage des nuances R20-12 et F14Nb (METCUT),* Note technique Ugine (2000)

[13] Ugine & ALZ, *Caractéristiques des nuances inox Ugine utilisées dans le débouché "échappement automobile" - version 3* (2000)

[14] H.J. Frostand and M.F. Ashby, *Deformation-mechanism maps - The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics*, Pergamon (1982)

[15] J.N. Johnson, *Influence of Columbium on the 870°C Creep Properties of 18% Chromium Ferritic Stainless Steels*, International Congress and Exposition, Detroit, Michigan (1981)

[16] P.O. Santacreu, *Caractérisation en fluage SAG-Test des nuances échappement,* Note technique Ugine, p1-5 (1998)

[17] Companhia Brasilleira De Metalurgia E Mineraçao, *Characteristic Features of Titanium, Vanadium and Niobium as Microalloy Additions to Steel,* Niobium Information, 17, p1-6 (1998)

[18] M. Grumbach, *Aciers microalliés,* Techniques de l'ingénieur, M 4 525, p1-29 (2000)

Partie 4

Observation d'éprouvettes de fatigue thermique

L'essai de fatigue thermique développé par Ugine & ALZ est conçu pour représenter les sollicitations thermomécaniques subies, en zones critiques, par les collecteurs d'échappement testés sur banc moteur. L'amplitude de déformation plastique de l'éprouvette est directement liée à l'intervalle de température ΔT du cycle thermique, le bridage de l'éprouvette contrariant les dilatation et retrait thermiques lors des transitoires successifs de chauffage et de refroidissement. Plus l'intervalle de température est grand, plus l'expansion thermique est importante et, ainsi, plus la sollicitation thermomécanique est sévère.

Cet essai permet de classer les différentes nuances d'aciers en fonction de leur nombre de cycles thermiques à rupture pour un intervalle de température donné. Cependant, il apparaît des modes de ruine différents suivant la nature du matériau testé. L'endommagement des nuances ferritiques se situe en intrados de l'éprouvette, en bas du « V » de l'éprouvette, alors que les nuances austénitiques s'endommagent principalement en extrados, soit au sommet du « V » de l'éprouvette.

L'endommagement des matériaux étudiés, l'acier inoxydable ferritique F17TNb et l'acier austénitique R20-12, est représentatif des endommagements typiques obtenus pour les nuances α et γ. Les ruptures en fatigue thermique de ces deux matériaux sont tout d'abord caractérisées pour différentes conditions expérimentales. Ensuite, la réalisation d'essais interrompus de fatigue thermique dans l'intervalle 250-950°C permet d'observer l'évolution de l'endommagement de chaque nuance. Il est alors possible d'identifier les mécanismes d'endommagement se produisant en fatigue thermique et de préciser les paramètres prépondérants.

1. Essais de fatigue thermique conduits jusqu'à rupture

Des essais de fatigue thermique sont effectués sur des éprouvettes de métal F17TNb et R20-12 suivant différents cycles thermiques. Le principe de cet essai est présenté en *Partie 1* du présent document. Tous les essais sont conduits avec la même géométrie du montage expérimental, 82mm de distance entre les mors de bridage, épaisseur de l'éprouvette de 2mm et mise en forme à froid identique (fig 4.1).

Les essais débutent par le chauffage de l'éprouvette depuis la température ambiante jusqu'à une température maximale de 900 ou 950°C et se poursuivent par une succession de cycles de refroidissement libre à l'air jusqu'à la température basse du cycle, ici 250°C, et de chauffage jusqu'à la température haute (fig 4.2). Pour certains essais, un maintien de 60 ou 180 secondes à la température maximale du cycle thermique est appliqué.

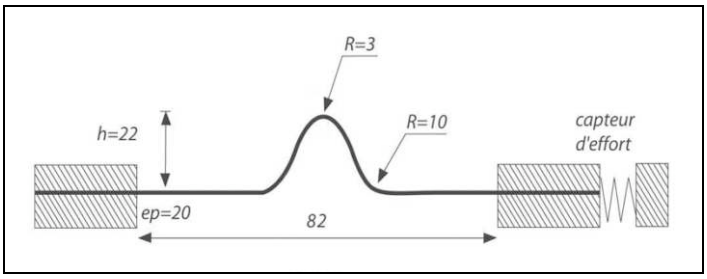


figure 4.1 : Géométrie du montage expérimental de fatigue thermique

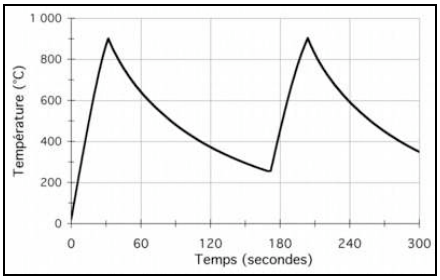


figure 4.2 : Température au sommet de l'éprouvette testée suivant 250-950°C

1.1. Durées de vie

La durée de vie en fatigue thermique est déterminée lorsque l'effort maximal mesuré par le capteur a chuté de 50% de sa valeur la plus haute. L'effort maximal est atteint à la température basse du cycle thermique (250°C). Les durées de vie ainsi déterminées pour différents cycles thermiques sont présentées au tableau 4.1 et sous forme d'un histogramme à la figure 4.3.

cycle thermique	*250-900°C*			*250-950°C*	
maintien à T_{max}	*0s*	*60s*	*180s*	*0s*	*180s*
F17TNb	5294	3429	2896	3299	2686
R20-12	4975	2801	2171	3006	1385

tableau 4.1 : Durées de vie en fatigue thermique des matériaux F17TNb et R20-12

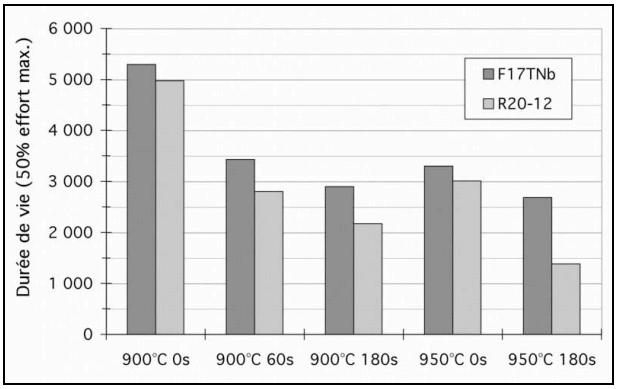


figure 4.3 : Durées de vie en fatigue thermique des matériaux F17TNb et R20-12

Bien que l'acier inoxydable R20-12 possède des propriétés mécaniques plus élevées que celles du matériau F17TNb, les durées de vie mesurées en fatigue thermique sont légèrement plus élevées pour l'acier ferritique, quel que soit l'intervalle de température d'essai.

Entre les deux nuances, les différences de nombres de cycles à rupture sont faibles lorsque aucun temps de maintien n'est appliqué. Cependant, les différences de durées de vie sont d'autant plus importantes que les temps de maintien à la température maximale du cycle thermique sont longs. L'influence du temps de maintien sur la ruine des nuances F17TNb et R20-12 est particulièrement sensible à 950°C.

1.2. Faciès de rupture

1.2.1. Protocole expérimental

L'endommagement des deux matériaux se situe au niveau du « V » de l'éprouvette. Il s'agit de la zone de l'éprouvette la plus chaude et, ainsi, de la plus sollicitée mécaniquement. Pour chaque condition d'essai (cf tab 4.1), les faciès de rupture en fatigue thermique sont observés.

Les surfaces sont tout d'abord observées macroscopiquement puis au microscope électronique à balayage en mode électrons secondaires. Les éprouvettes sont ensuite tronçonnées en leur plan médian suivant leur longueur puis enrobées et polies mécaniquement. Pour la majorité des éprouvettes, un dépôt de nickel préalable permet de protéger les surfaces des échantillons lors de leur préparation. Les coupes obtenues sont observées aux microscopes optique et électronique à balayage. Des analyses à la microsonde et des attaques chimiques révélant les microstructures complètent ces observations.

1.2.2. Cas du matériau F17TNb

Pour tous les essais (250 - $T_{max} \geq 900°C$), les faciès de rupture du matériau F17TNb présentent les mêmes caractéristiques (fig 4.4).

L'endommagement le plus important de la nuance ferritique est situé en intrados, soit la zone inférieure du coude de l'éprouvette. Une fissure principale se propage jusqu'aux deux tiers de l'épaisseur environ. La pointe de fissure est plus émoussée pour les essais dont la température maximale du cycle thermique est de 950°C. De part et d'autre de la fissure principale, des fissures secondaires sont observées. Leur longueur est d'autant plus faible que ces fissures secondaires sont éloignées de la principale.

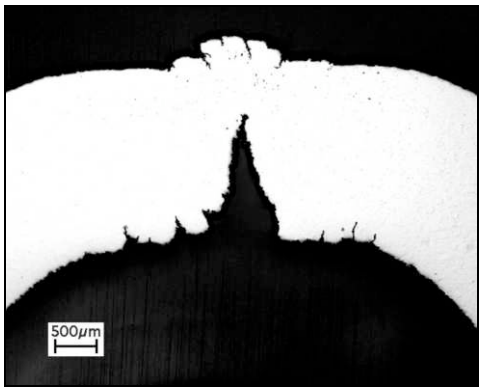


figure 4.4 : Eprouvette F17TNb rompue en fatigue thermique 250-900°C-60s, Optique

La zone extrados de l'éprouvette, soit la zone supérieure du coude de l'éprouvette, n'est que faiblement endommagée en comparaison à l'intrados. Des refoulements de matière, vraisemblablement liés à une accumulation de déformation plastique, conduisent à la formation de bourrelets en surface et lui donnent un aspect en *peau d'éléphant* (fig 4.5). Le sens long de ces bourrelets est perpendiculaire à la direction de sollicitation thermomécanique de l'éprouvette. Entre ces bourrelets, de petites fissures se sont propagées dans le métal (fig 4.6) mais leur taille est négligeable face aux fissures de la région intrados.

← direction de sollicitation →

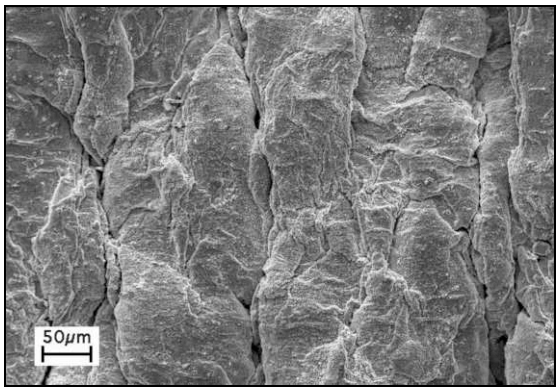


figure 4.5 : Observation de la surface extrados de l'éprouvette F17TNb rompue en fatigue thermique, 250-950°C, MEB

← direction de sollicitation →

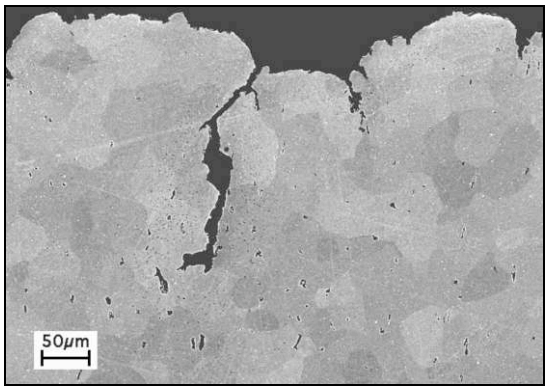


figure 4.6 : Coupe en extrados de l'éprouvette F17TNb rompue en fatigue thermique, 250-950°C, MEB

Pour tous les essais de fatigue thermique effectués, la géométrie de l'éprouvette semble macroscopiquement stable (fig 4.7). Cependant, les éprouvettes correspondant au cycle thermique 250-950°C avec ou sans temps de maintien à la température maximale présentent un petit affaissement de leur sommet, le « V » de l'éprouvette étant légèrement aplati.

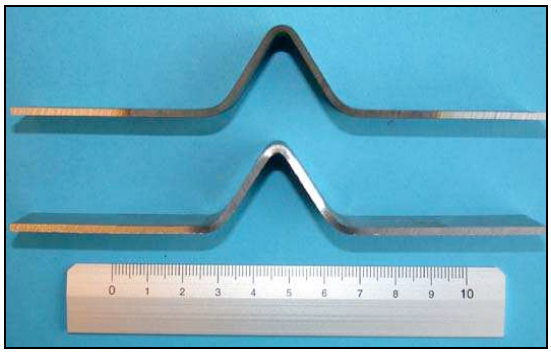


figure 4.7 : Photographie de l'éprouvette F17TNb avant et après essai de fatigue thermique 250-950°C

← direction de sollicitation →

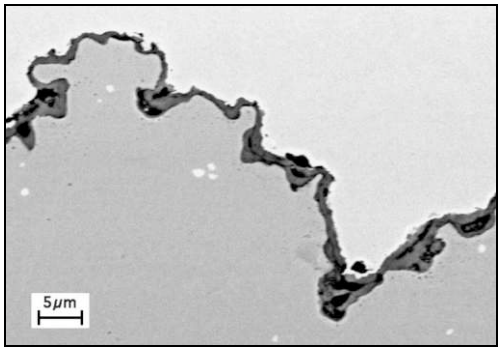


figure 4.8 : Observation de la couche d'oxyde en extrados - F17TNb, 250-950°C-180s à rupture, MEB -

Des observations au microscope électronique à balayage complétées par des cartographies chimiques à la microsonde sont effectuées sur la coupe longitudinale des éprouvettes rompues aux régions intrados et extrados. L'oxydation du matériau F17TNb est toujours faible, l'épaisseur de la couche d'oxyde étant de quelques micromètres (fig 4.8). La couche d'oxyde est continue et aucune évidence d'écaillage (zones mises à nues) ou d'*oxydation catastrophique* (présence d'oxyde de fer) n'est généralement observée.

1.2.3. Cas du matériau R20-12

Les faciès de rupture en fatigue thermique du matériau R20-12 présentent également des caractéristiques identiques pour tous les essais 250 - $T_{max} \geq 900°C$ (fig 4.9).

Contrairement au matériau ferritique, l'endommagement de cette nuance se situe principalement en extrados. Plusieurs fissures s'y sont propagées, certaines allant jusqu'aux trois quarts de l'épaisseur environ. De part et d'autre de celles-ci, des fissures secondaires sont également présentes ainsi qu'un endommagement interne ressemblant à des cavités de fluage (fig 4.10).

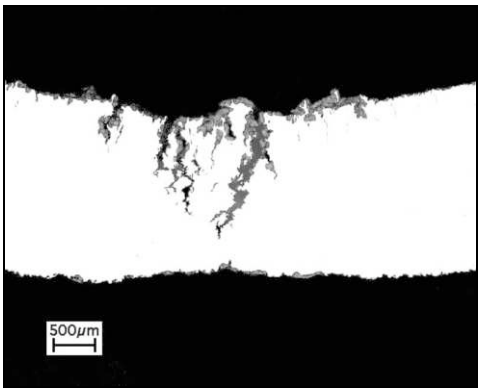


figure 4.9 : Eprouvette R20-12 rompue en fatigue thermique 250-950°C, Optique

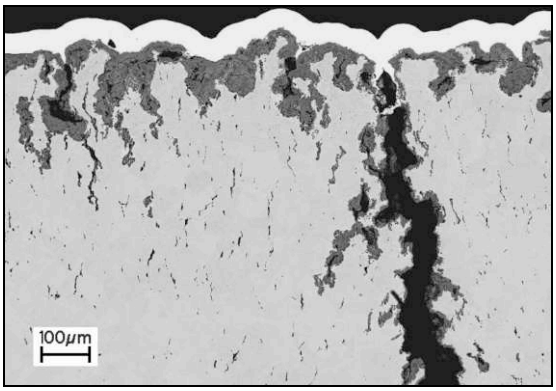


figure 4.10 : Eprouvette R20-12 rompue en fatigue thermique 250-950°C, MEB *(nickelage en blanc)*

Contrairement aux observations faites sur le matériau F17TNb, l'endommagement en zone en intrados de l'acier austénitique est très faible en comparaison de l'ampleur de l'endommagement en extrados. Cependant, malgré un endommagement très important, la surface extrados ne présente pas des fissures dont l'ouverture est visible macroscopiquement (fig 4.11).

Pour certains essais, une importante précipitation est observée mais uniquement dans les zones extrados proches de la surface (fig 4.12). Cette précipitation est d'autant plus importante et étendue dans le volume de l'éprouvette que la température est élevée ou la durée de l'essai est longue.

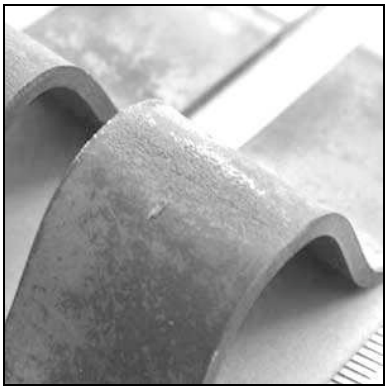


figure 4.11 : Endommagement en extrados après essai de fatigue thermique - R20-12, 250-950°C -

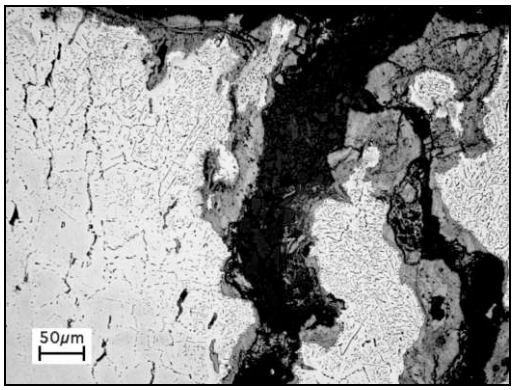


figure 4.12 : Précipitation dans l'éprouvette R20-12 rompue en fatigue thermique (250-900°C, 180s)

L'oxydation des éprouvettes austénitiques est particulièrement importante lors de l'essai de fatigue thermique et apparaît de manière hétérogène. Pour tous les essais, l'épaisseur des couches oxydées en extrados est plus importante qu'en intrados. L'observation en coupe des éprouvettes rompues montre, aux régions situées en extrados, un oxyde superficiel épais et peu adhérent, la

présence de nombreux golfes poreux (oxydation interne) particulièrement profonds et de quelques oxydes de fer signes de la perte de protection locale de la couche d'oxyde. Les fissures et la plupart des cavités sont également oxydées.

La géométrie des éprouvettes n'est pas stable, particulièrement pour 950°C de température maximale (fig 4.13). La conformation en « V » de l'éprouvette en début d'essai de fatigue thermique fait place à un effondrement du sommet de l'éprouvette (fig 4.14). Cet affaissement est d'autant plus prononcé que la température est importante ou le temps de maintien est élevé.

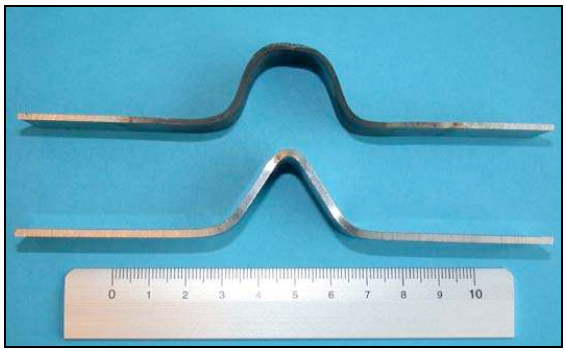


figure 4.13 : Eprouvettes R20-12 avant et après essai de fatigue thermique, 250-950°C

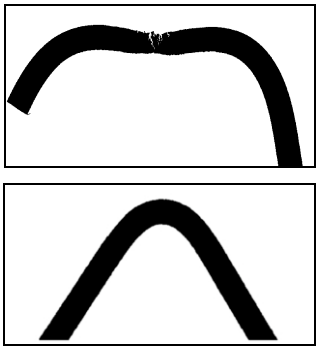


figure 4.14 : Profils des éprouvette R20-12 avant et après essai de fatigue thermique, 250-950°C-180s

1.3. Nature de la sollicitation thermomécanique

1.3.1 Enregistrements effort de bridage - température

Les enregistrements *effort de bridage - température* pour les matériaux F17TNb et R20-12 sollicités suivant le cycle thermique 250-950°C sans maintien sont présentés à la figure 4.15. La température est mesurée par un thermocouple placé au sommet du coude de l'éprouvette.

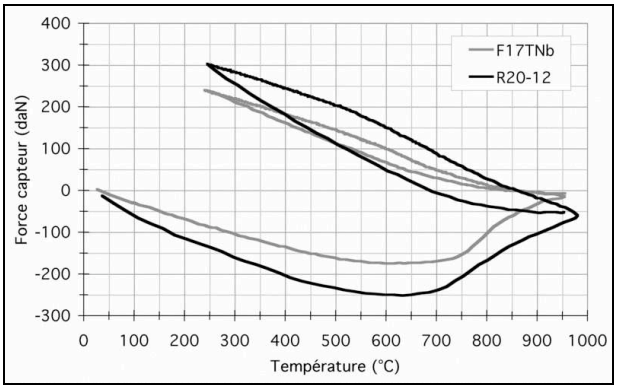


figure 4.15 : Enregistrements** effort capteur - température **au début de l'essai de fatigue thermique, matériaux F17TNb et R20-12

L'allure générale de cet enregistrement est similaire pour les deux nuances. Suite à la première chauffe de l'ambiante à la température maximale du cycle, l'éprouvette est totalement relaxée (F17TNb) ou seulement partiellement (R20-12). Au cours des cycles thermiques successifs, l'éprouvette évolue d'un état de tension maximal à 250°C à un état relaxé voire en légère compression à la température maximale. Les cycles de *chauffage-refroidissement* successifs présentent une hystérésis formée par la superposition rapide des courbes *effort-température* dès les premiers cycles.

Les niveaux de contrainte plus élevés du matériau austénitique R20-12 comparés à ceux du matériau ferritique F17TNb sont directement liés à la valeur des coefficients de dilatation thermique respectifs de ces matériaux (cf tab 3.10) et aux propriétés mécaniques généralement plus faibles de l'acier ferritique. Pour un même intervalle de température, la dilatation de l'acier R20-12 est presque de moitié plus élevée que celle du matériau F17TNb.

Le faible état de compression de la nuance austénitique à la température maximale comparé à l'état totalement relaxé de l'acier F17TNb pourrait être attribué à la limite d'élasticité plus élevée du matériau R20-12 à cette température.

1.3.2. Sollicitations thermomécaniques

Au cours de la première montée en température, de l'ambiante à 950°C, la dilatation de l'éprouvette est contrariée. L'éprouvette est dans un état de compression. Il s'agit d'une phase d'accommodation de l'éprouvette. Jusqu'à 650°C environ, l'effort de bridage est croissant avec l'augmentation de la température. Cet état se relaxe ensuite consécutivement aux déformations viscoplastiques se produisant à partir de cette température comme l'illustrent également les essais de traction (cf *Partie 3*).

Lors du refroidissement depuis la température maximale jusqu'à 250°C, l'éprouvette évolue d'un état totalement ou partiellement relaxé à un état de tension maximale à la température basse du cycle thermique. Après la phase de chauffe pour rejoindre la température haute, l'éprouvette est à nouveau dans son état relaxé. Les sollicitations thermomécaniques engendrées lors de l'essai de fatigue thermique sont schématisées à la figure 4.16.

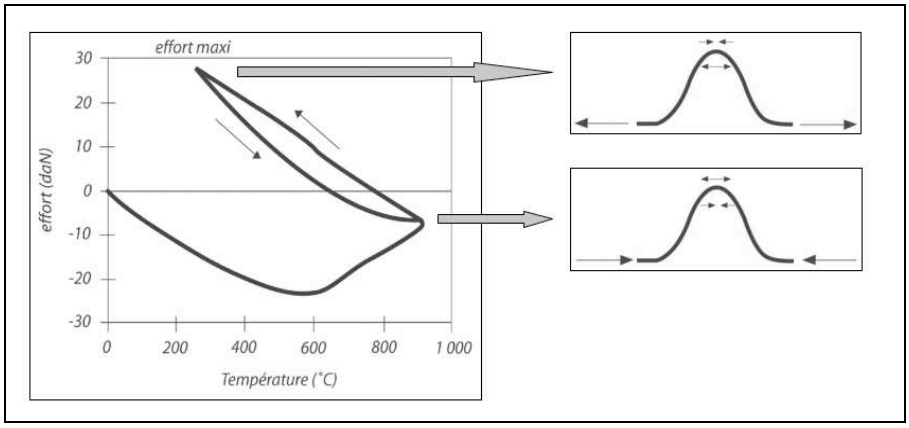


figure 4.16 : Représentation schématique de la sollicitation thermomécanique en intrados et en extrados de l'éprouvette de fatigue thermique

La zone intrados de l'éprouvette (zone inférieure du coude de l'éprouvette) est sollicitée suivant un régime dit *hors phase*, c'est-à-dire état de tension à la température basse et état de compression partiellement relaxé à la température haute. Inversement, la sollicitation thermomécanique en extrados est dite *en phase*, c'est-à-dire état de compression à la température basse et état de tension également partiellement relaxé à la température haute.

Compte tenu de la géométrie de l'éprouvette et des grandeurs mesurées par l'instrumentation, il n'est pas possible de remonter simplement aux valeurs des déformations et des contraintes au sein du matériau et plus particulièrement aux points intrados et extrados de l'éprouvette. Une simulation numérique est pour cela nécessaire (cf *Partie 5)*.

2. Essais interrompus de fatigue thermique

Des essais de fatigue thermique interrompus sont réalisés afin d'observer l'évolution de l'endommagement des matériaux F17TNb et R20-12 lors de cet essai. Le cycle thermique choisi correspond à l'intervalle de température 250-950°C sans temps de maintien appliqué à la température maximale.

2.1. Protocole expérimental

Le protocole expérimental adopté consiste à conduire les essais jusqu'à des nombres de cycles déterminés correspondant, pour chaque nuance, à un découpage régulier du nombre de cycles thermiques à rupture (tab 4.2).

cycles thermiques	*200*	*500*	*1000*	*1500*	*2000*	*2300*	*2500*	*3000*	*durée de vie*
F17TNb	✓	✓	✓	✓	✓		✓	✓	≈ 3300
R20-12	✓		✓	✓		✓			≈ 3000

tableau 4.2 : Nombre de cycles thermique 250-950°C pour chaque essai interrompu

Suite aux observations des surfaces intrados et extrados au microscope électronique à balayage, la méthode de préparation des éprouvettes testées de manière interrompue est identique au protocole présenté au *paragraphe 1.2.1* de cette partie.

L'état métallurgique des éprouvettes est analysé. La microstructure des échantillons est révélée après attaque chimique et des cartographies de microdureté Vickers sont effectuées afin d'apprécier l'écrouissage de la structure.

D'autre part, l'évolution de la géométrie est caractérisée par les mesures de l'angle d'ouverture et du rayon de courbure de la fibre neutre ainsi que par l'épaisseur de l'éprouvette en son milieu. La propagation des fissures est également mesurée.

2.2. Endommagement en fatigue thermique du matériau F17TNb

2.2.1. Observation des surfaces et des coupes

Les surfaces et les coupes aux régions intrados et extrados des éprouvettes de fatigue thermique sont observées au microscope électronique à balayage (fig 4.17 et 4.18).

L'intrados des éprouvettes de métal F17TNb est la région la plus endommagée. Dès 200 cycles thermiques 250-950°C, de nombreuses amorces de fissures sont observées en surface sur toute la largeur de l'éprouvette mais celles-ci restent confinées au plan médian du rayon de courbure. A ce stade, les fissures ne pénètrent pas encore dans l'épaisseur de l'éprouvette.

Avec l'augmentation du nombre de cycles thermiques, le nombre de fissures se multiplie. La taille de ces fissures devient plus grande aussi bien en largeur qu'en ouverture. Certaines d'entre elles se ramifient pour former dans un stade ultérieur une voire deux fissures principales. Ces fissures principales se propagent ensuite dans le matériau jusqu'à la ruine de la structure.

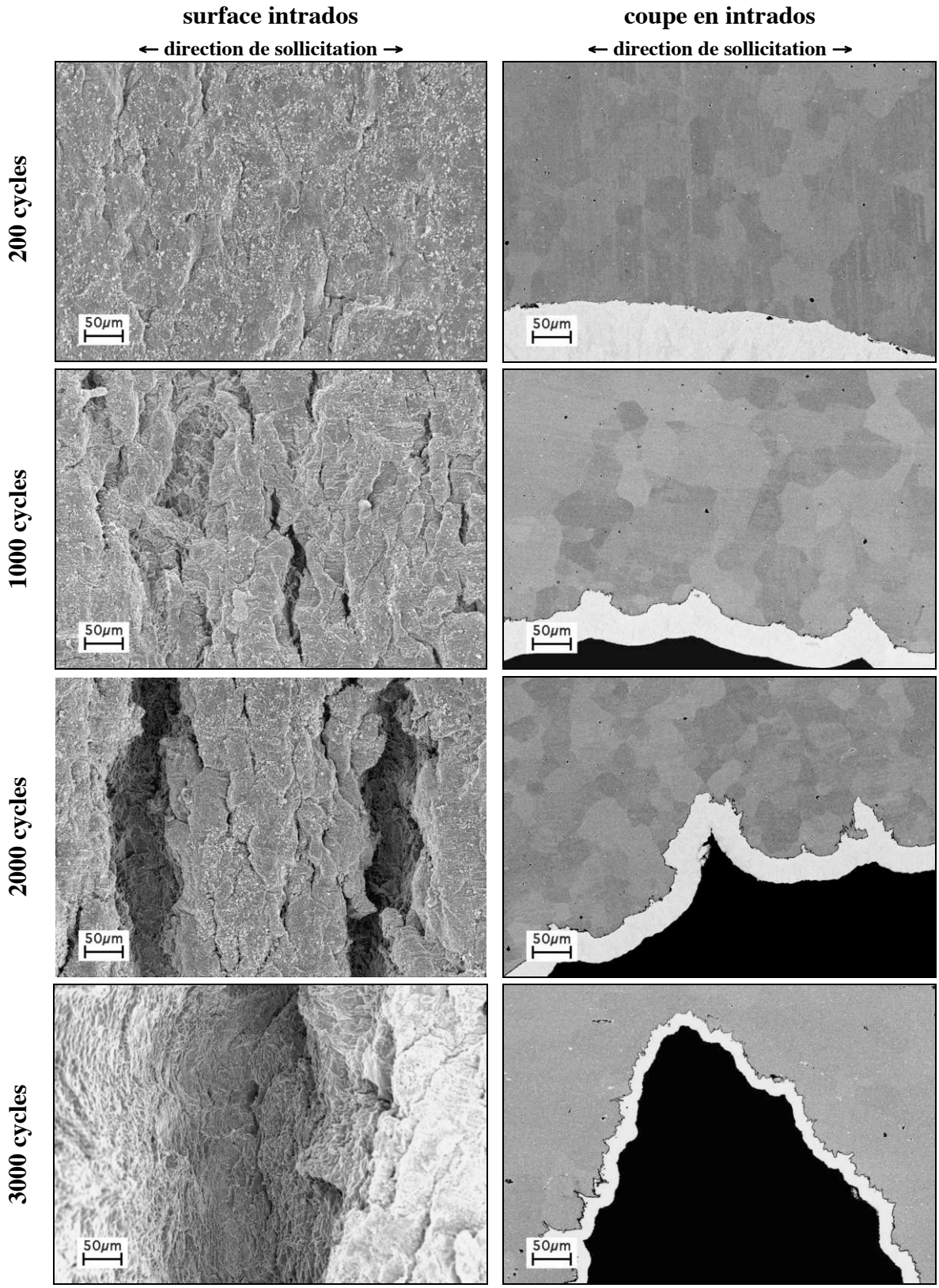


figure 4.17 : Observation de la région intrados de l'éprouvette de fatigue thermique F17TNb, MEB - 250-950°C sans maintien, surface et coupe *(nickelage en blanc)* ***-***

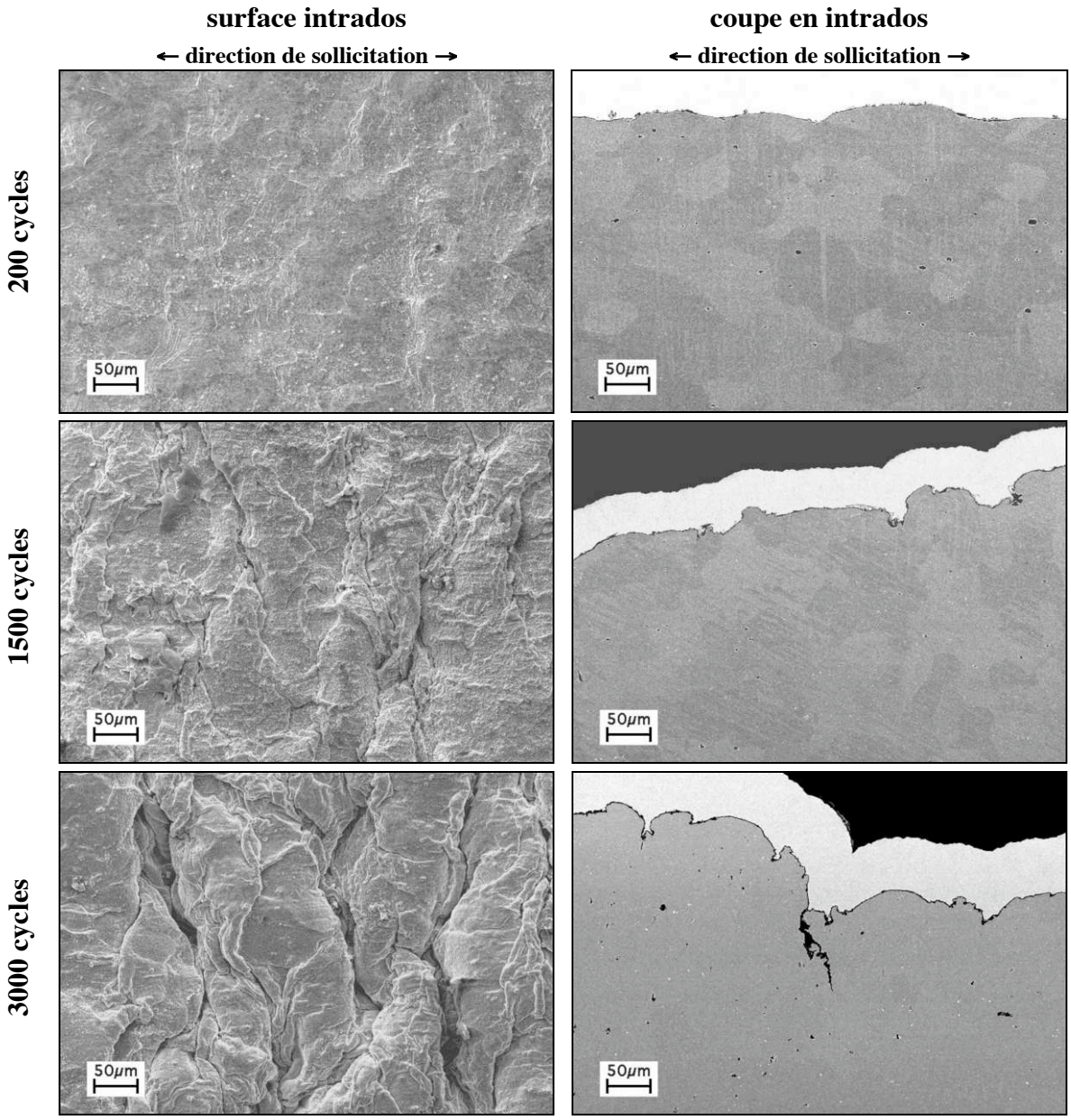


figure 4.18 : Observation de la région extrados de l'éprouvette de fatigue thermique F17TNb, MEB - 250-950°C sans maintien, surface et coupe *(nickelage en blanc)* ***-***

En extrados, l'endommagement de l'acier F17TNb est moindre. Des refoulements de matière apparaissent progressivement à la surface des éprouvettes, perpendiculairement au sens de sollicitation. Ces refoulements de matière sont situés tout d'abord localement (jusqu'à 1500 cycles environ) puis se généralisent à toute la surface extrados jusqu'à la fin de l'essai.

A grand nombre de cycles, il peut être observé entre les bourrelets prédominants, de petits bourrelets secondaires plus fins. Quelques fissures peuvent localement se propager entre deux bourrelets mais leur longueur est négligeable devant la taille de la fissure principale observée en intrados.

2.2.2. Oxydation

La résistance aux oxydations continue et cyclique du matériau F17TNb est très élevée, bien supérieure à celle d'un acier inoxydable classique de type AISI 304 (cf *Partie 3*).

Les surfaces des éprouvettes de fatigue thermique présentent une couche oxydée toujours continue, son épaisseur étant en tout point toujours inférieure à 10μm. Aucun écaillage ni de présence de nodules de fer, signes de pertes locales de protection du métal, n'est observé lors de ces essais. Très rarement, des oxydations légèrement plus prononcées peuvent être observées.

Les concentrations chimiques des éléments O, Cr, Fe, Mn, Si, Ti et Nb sont mesurées par succession de 50 pointés WDS de microsonde en cinq segments par coupe de chaque essai interrompu. Chaque segment a une longueur de 50μm et pénètre dans le métal depuis le nickelage. Ces cinq segments débutent respectivement en pointe de la fissure principale et de l'une des fissures secondaires, entre celles-ci et en deux points extrados, aux sommets des bourrelets.

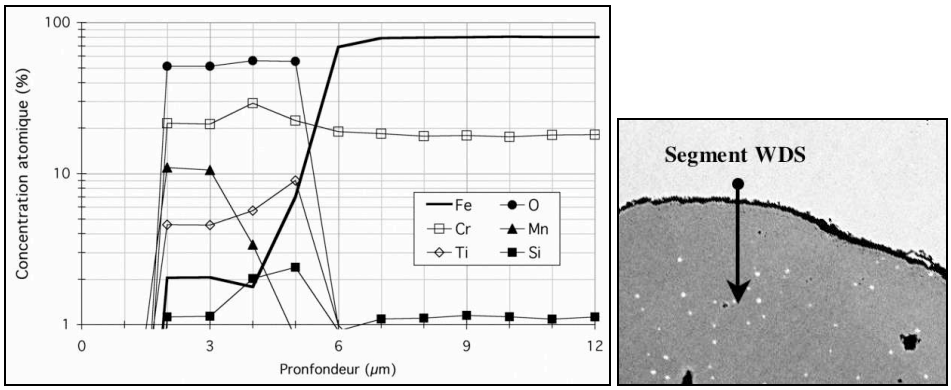


Figure 4.19 : Concentration atomique de quelques éléments en surface extrados - F17TNb, 250-950°C, 3000 cycles -

L'exemple présenté à la figure 4.19 est caractéristique de tous les enregistrements obtenus. Quel que soit le nombre de cycles thermiques ou la localisation du segment *microsonde* considéré, l'oxyde superficiel est peu épais et constitué majoritairement de chrome. Celui-ci semble correspondre à la chromite Cr_2O_3. En extrême surface, le manganèse, le fer et un peu de titane enrichissent l'oxyde de chrome pour former le spinelle $Mn(Fe,Cr,Ti)_2O_4$. Sous ces oxydes superficiels, du titane et dans une moindre mesure du silicium sont observés en oxydation interne.

La profondeur de la zone déchromée de chaque segment *microsonde* ne s'étend qu'à quelques micromètres au plus et la concentration en chrome est toujours supérieure à 16%. Cette concentration est suffisante pour assurer une *bonne* résistance à la corrosion.

L'examen des couches oxydées reflète globalement un comportement pouvant être qualifié comme résistant à l'oxydation.

2.2.3. Etat métallurgique

L'état microstructural évolue également lors de l'essai de fatigue thermique. Suite à la mise en forme à froid de l'éprouvette d'essai, la taille des grains est globalement homogène dans le matériau. Cependant, au cours de la sollicitation thermomécanique, les grains grossissent de part et d'autre de la fibre neutre (fig 4.20). Ce grossissement concerne un nombre croissant de grains dans une zone se limitant à la *zone chaude* de l'éprouvette, là où la température est la plus élevée. Les grains présents au voisinage de la fibre neutre ne grossissent pas, même en fin d'essai.

La taille des plus gros grains peut s'élever à 300x200μm. Si la dimension maximale des grains les plus gros est atteinte dès 200 cycles 250-950°C et n'augmente plus au cours de l'essai, le nombre de grains concernés est proportionnel au nombre de cycles thermiques.

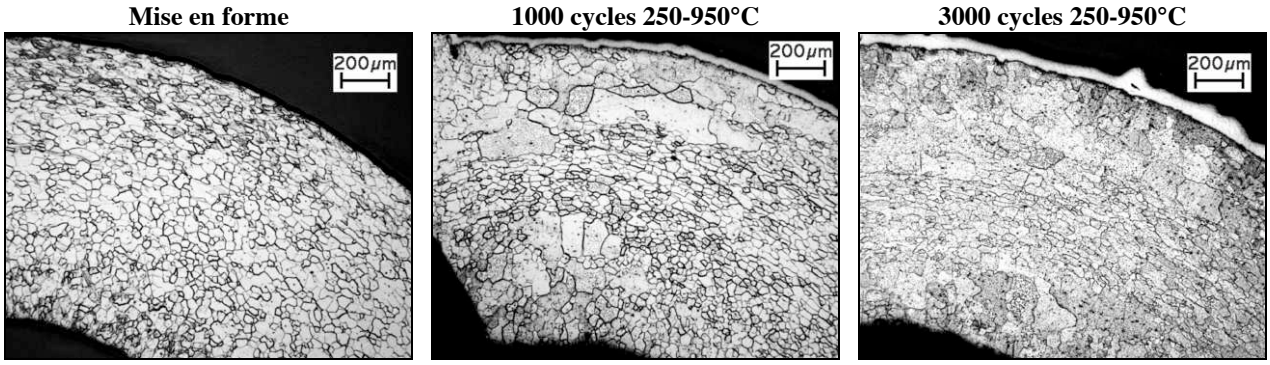


figure 4.20 : Evolution de la taille des grains en fonction du nombre de cycles thermiques - F17TNb** (nickelage aux surfaces)**, Optique -

L'état de précipitation dans le matériau F17TNb au cours de l'essai de fatigue thermique est caractérisé par des observations au microscope électronique à balayage (fig 4.21). Suite à l'élaboration (cf *Partie 3*), les principaux précipités présents dans le matériau F17TNb sont les nitrures de titane TiN grossiers (environ 3μm) et anguleux, et les carbures de niobium apparaissant aux angles vifs ainsi que sur les arêtes des nitrures TiN mais également dans les grains. Un excès de niobium d'environ 0,4% demeure après la stabilisation totale de l'azote et du carbone.

La précipitation, quasi-absente initialement aux joints de grains de l'alliage, est très importante dès les premiers cycles thermiques. Les grains sont parfaitement dessinés et de manière homogène dans toute la zone observée. Avec l'augmentation du nombre de cycles thermiques, ces précipités tendent à coalescer. Lorsque les grains grossissent, les joints n'entraînent pas avec eux les précipités qui forment alors dans les grains un réseau rappelant les anciens joints du matériau.

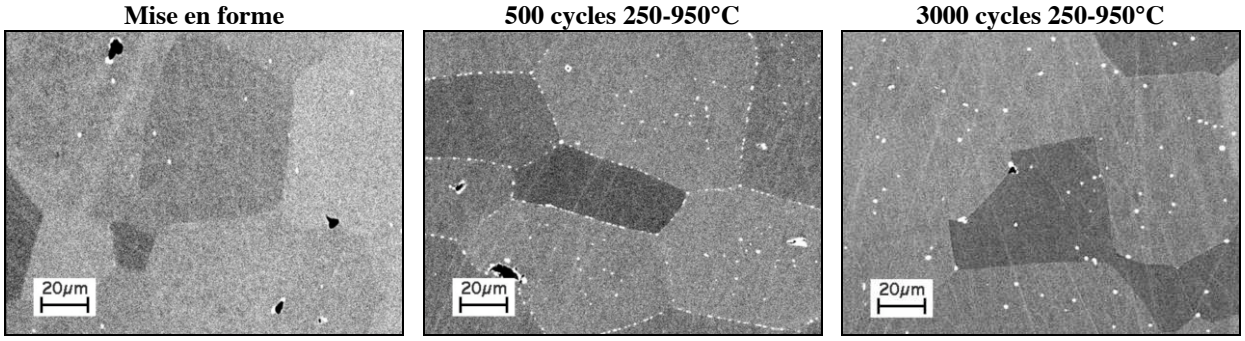


figure 4.21 : Précipitation en fonction du nombre de cycles thermiques, F17TNb, MEB

Les cycles thermiques appliqués s'étendent à des températures suffisamment élevées pour permettre la précipitation du niobium excédentaire en phase de Laves Fe_2Nb. Cette précipitation a lieu dans un intervalle de température 600-900°C environ alors que la température maximale du cycle thermique de 950°C n'est pas suffisante pour dissoudre les phases précipitées.

Les fractions volumiques des phases titane et niobium sont déterminées par analyse d'images avec le logiciel *Image J*. Pour chaque condition d'essai, dix images MEB de haute résolution (2026x1420 pixels) correspondant à des zones de 250x150μm environ sont capturées au centre de l'éprouvette. Les fractions volumiques obtenues sont présentées à la figure 4.22.

Les nitrures de titane sont très stables et ont totalement précipité après l'élaboration du matériau. Leur fraction volumique ne varie pas lors de l'essai de fatigue thermique. Cependant, plus le nombre de cycles thermiques est important, plus la quantité de phase de Laves précipitée est importante. Cette précipitation semble avoir consommé tout le niobium disponible après environ 1000 cycles 250-950°C. La présence de phase de Laves aux joints de grains des aciers ferritiques est réputée améliorer les propriétés mécaniques du matériau, particulièrement en fluage.

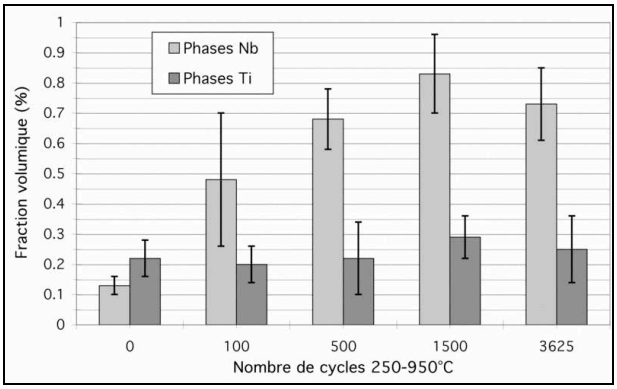


figure 4.22 : Fractions volumiques (moyennes et écarts type) des phases Ti et Nb précipitées en fonction du nombre de cycles thermiques, F17TNb, Analyse d'images)

D'autre part, la mise en forme de l'éprouvette s'effectue par pliage à froid. Cette conformation sollicite la bande de tôle en flexion. N'étant pas suivie d'un recuit, la conformation engendre un écrouissage hétérogène dans le matériau.

L'écrouissage de l'éprouvette est caractérisé par des mesures de microdureté Vickers. Des cartographies sont établies à partir d'environ 100 mesures d'empreintes de dureté Vickers par coupe (0,2kg - 20 secondes d'application de la charge). Les courbes d'isodureté sont présentées à la figure 4.23 pour l'état initial (brut de mise en forme) ainsi qu'après 100, 500 et 1500 cycles thermiques 250-950°C.

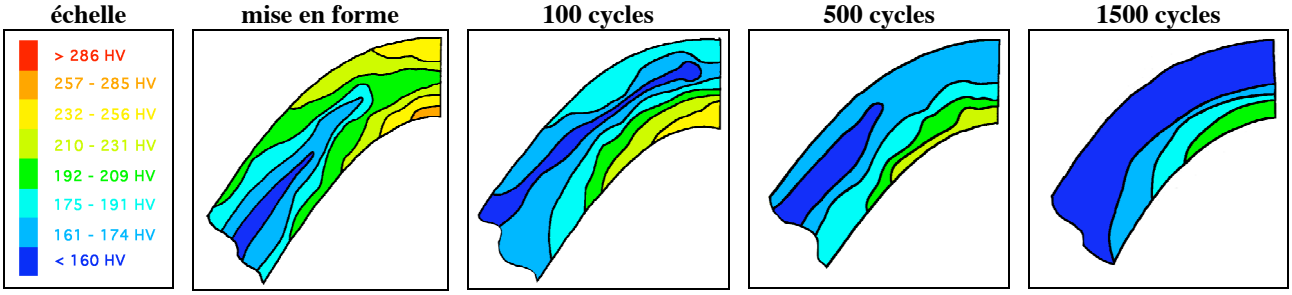


figure 4.23 : Cartographies de dureté Vickers (0,2kg) en fonction du nombre de cycles thermiques, F17TNb (en coupe)

Le pliage à froid écrouit davantage les zones périphériques à la fibre neutre. La densité de dislocations est plus élevée lorsque l'on s'éloigne de cette fibre neutre, entraînant un durcissement par écrouissage hétérogène. Loin de la zone de pliage, la dureté n'a pas varié et correspond à celle du métal de base, environ 150HV. Les zones intrados et extrados sont les plus dures car présentent les déformations plastiques les plus fortes. Les valeurs de dureté y sont 1,5 fois plus élevées, l'intrados étant légèrement plus dur que l'extrados.

Lors de cycles thermiques successifs, la dureté tend à s'homogénéiser dans toute l'éprouvette. La microstructure se restaure. Cependant, la région intrados demeure toujours la région de dureté la plus élevée.

2.2.4. Stabilité géométrique de la structure et fissuration

Des mesures de l'ouverture de l'angle de pliage du « V » de l'éprouvette et du rayon de courbure de la fibre neutre sont effectuées avec le logiciel d'analyse d'images *ImageJ* à partir de photographies optiques des coupes des éprouvettes en leur plan médian. Les résultats obtenus sont présentés à la figure 4.24.

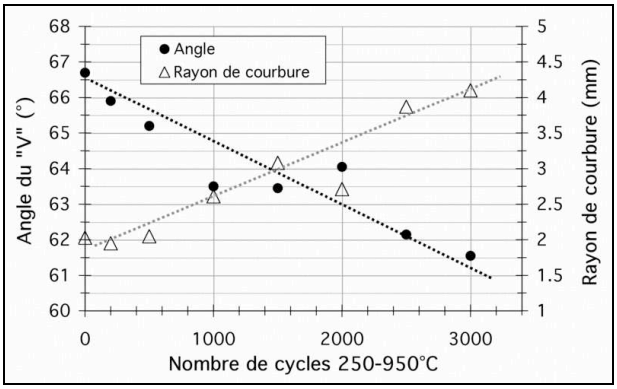


figure 4.24 : Angle d'ouverture et rayon de courbure du coude de l'éprouvette à la fibre neutre - F17TNb, 250-950°C -

Si l'éprouvette semble macroscopiquement stable, en réalité, la géométrie de celle-ci évolue de manière linéaire en fonction du nombre de cycles thermiques. L'angle d'ouverture diminue avec le nombre croissant de cycles thermiques alors que le rayon de courbure augmente. Ce n'est qu'en toute fin d'essai (3300 cycles), lorsqu'une fissure principale est fortement propagée dans l'éprouvette, que la géométrie de celle-ci quitte l'évolution linéaire pour brutalement s'effondrer au sommet.

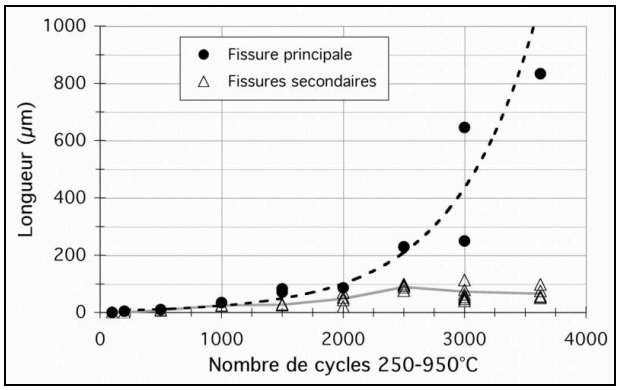


figure 4.25 : Longueur des fissures principales et secondaires en intrados (graph. linéaire) - F17TNb, 250-950°C -

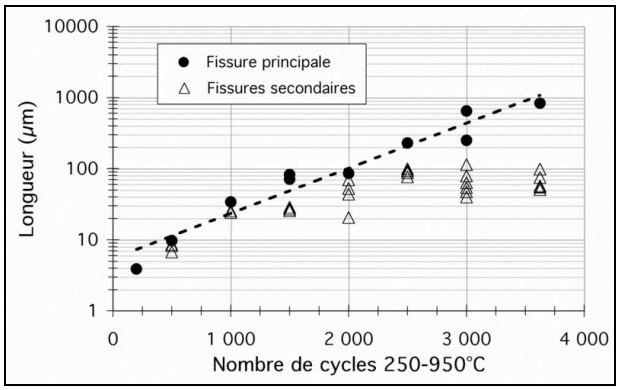


figure 4.26 : Longueur des fissures principales et secondaires en intrados (graph. semi-logarithmique) - F17TNb, 250-950°C -

Les longueurs des fissures principale(s) et secondaires présentes en intrados sont mesurées sur les coupes des éprouvettes. Ces longueurs sont reportées en fonction du nombre de cycles thermiques aux figures 4.25 et 4.26 respectivement suivant une représentation linéaire et semi-logarithmique. La progression de ces fissures s'effectue en deux stades.

Un premier stade constitue l'amorçage et la multiplication de fissures. Après amorçage, toutes les fissures se propagent lentement jusqu'à 2000 cycles environ. Aux cycles plus élevés, la(les) fissure(s) principale(s) se propage(nt) brutalement au détriment des fissures secondaires (effet d'écrantage).

La longueur des fissures principales est très bien décrite par une régression exponentielle. Ces résultats pourraient permettre de valider un modèle d'endommagement de type *propagation de fissures* appliqué à la structure de fatigue thermique.

2.3. Endommagement en fatigue thermique du matériau R20-12

L'endommagement de la nuance austénitique R20-12 est caractérisé en suivant le protocole précédent. Seuls quatre essais interrompus sont réalisés (200, 1000, 1500 et 2300 cycles thermiques), la durée de vie de la structure étant de 3000 cycles environ pour l'intervalle 250-950°C.

2.3.1. Observation des surfaces et des coupes

Les observations au microscope électronique à balayage des surfaces et des coupes longitudinales de chaque essai interrompu sont présentées à la figure 4.27 pour la zone intrados et à la figure 4.28 pour la zone extrados.

Contrairement à ce que laisse envisager le faciès de rupture de la nuance R20-12 (fig 4.9), l'observation des surfaces à 200 cycles thermiques montre que le premier endommagement de l'éprouvette apparaît en surface intrados de l'éprouvette. Comme dans le cas du matériau F17TNb, cet endommagement se traduit une amorce de fissure ne pénétrant pas dans l'épaisseur du matériau. Il s'agit du seul endommagement observé sur toute la surface intrados.

Avec l'augmentation du nombre de cycles thermiques 250-950°C, les fissures se multiplient en intrados puis se ramifient entre 1000 et 1500 cycles. Leur propagation dans l'épaisseur de l'éprouvette apparaît entre 1000 et 1500 cycles thermiques. Cependant, même après 2300 cycles thermiques, soit au deux tiers de la durée de l'essai, aucune fissure de semble se propager de manière catastrophique dans le matériau en zone intrados. Au contraire, la propagation des fissures en cette zone semble stoppée entre 1500 et 2300 cycles thermiques.

En surface extrados, la formation de petits *trous* de quelques micromètres de diamètre est le seul endommagement qui peut être observé jusqu'à 1500 cycles thermiques. Le nombre et la taille de ces *trous* augmentent avec le nombre de cycles appliqué. Des refoulements de matière sont également observés à grand nombre de cycles. La taille de ces refoulements est moins importante que dans le cas du matériau ferritique F17TNb à même nombre de cycles thermiques.

Après 200 cycles, aucun endommagement n'est visible en coupe. La couche d'oxyde est plus épaisse que celle du matériau F17TNb, mais aucun signe d'*oxydation catastrophique* ou de mise à nu du métal n'est observé.

Aux cycles thermiques suivants, une oxydation locale conduit à la formation de quelques golfes d'oxydation interne de taille importante (20μm de largeur et 20μm de profondeur à 1000 cycles 250-950°C). Sous ces golfes, l'oxydation semble se propager dans le matériau vraisemblablement dans les joints de grains. L'épaisseur de la couche d'oxyde superficielle augmente constamment mais de manière hétérogène. D'autre part, un endommagement interne est également noté et apparaît sous forme de petites cavités.

L'oxydation est d'autant plus importante en termes de nombre et de volume des golfes ou d'épaisseur de la couche d'oxyde superficiel que le nombre de cycles thermiques est grand. L'évolution du nombre de cavités est plus dispersée, la coupe observée à 1500 cycles présentant moins de cavités que celles correspondant à 1000 cycles 250-950°C. Aux nombres de cycles élevés, les cavités s'allongent jusqu'à former un réseau de fissures parallèles aux fissures principales.

La propagation brutale de fissures apparaît entre 1500 et 2300 cycles thermiques. Après 2300 cycles de fatigue thermique 250-950°C, l'endommagement en extrados de l'éprouvette de nuance R20-12 est plus important qu'en zone intrados.

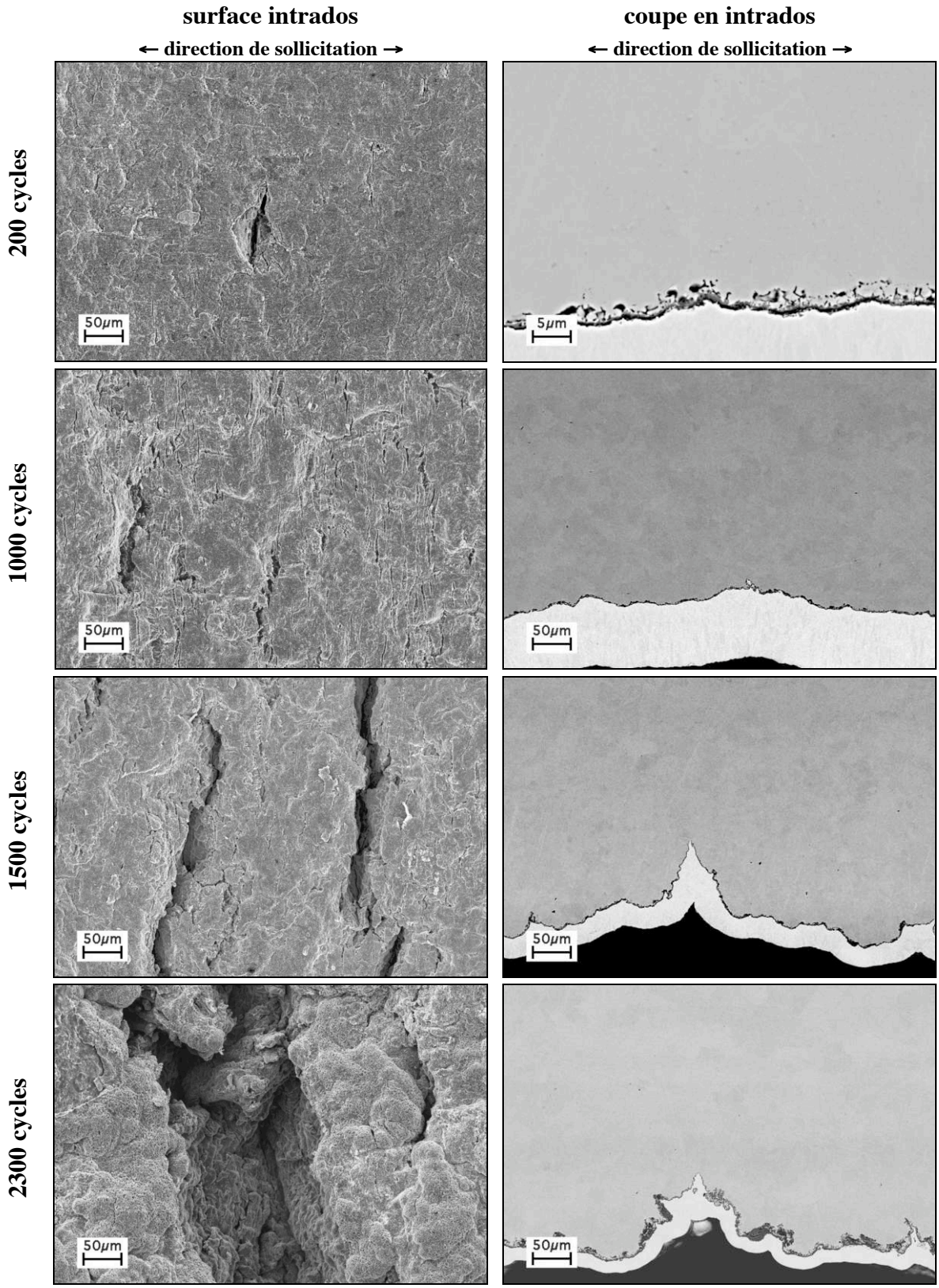


figure 4.27 : Observation de la région intrados de l'éprouvette de fatigue thermique R20-12, MEB - 250-950°C sans maintien, surface et coupe *(nickelage à blanc)* ***-***

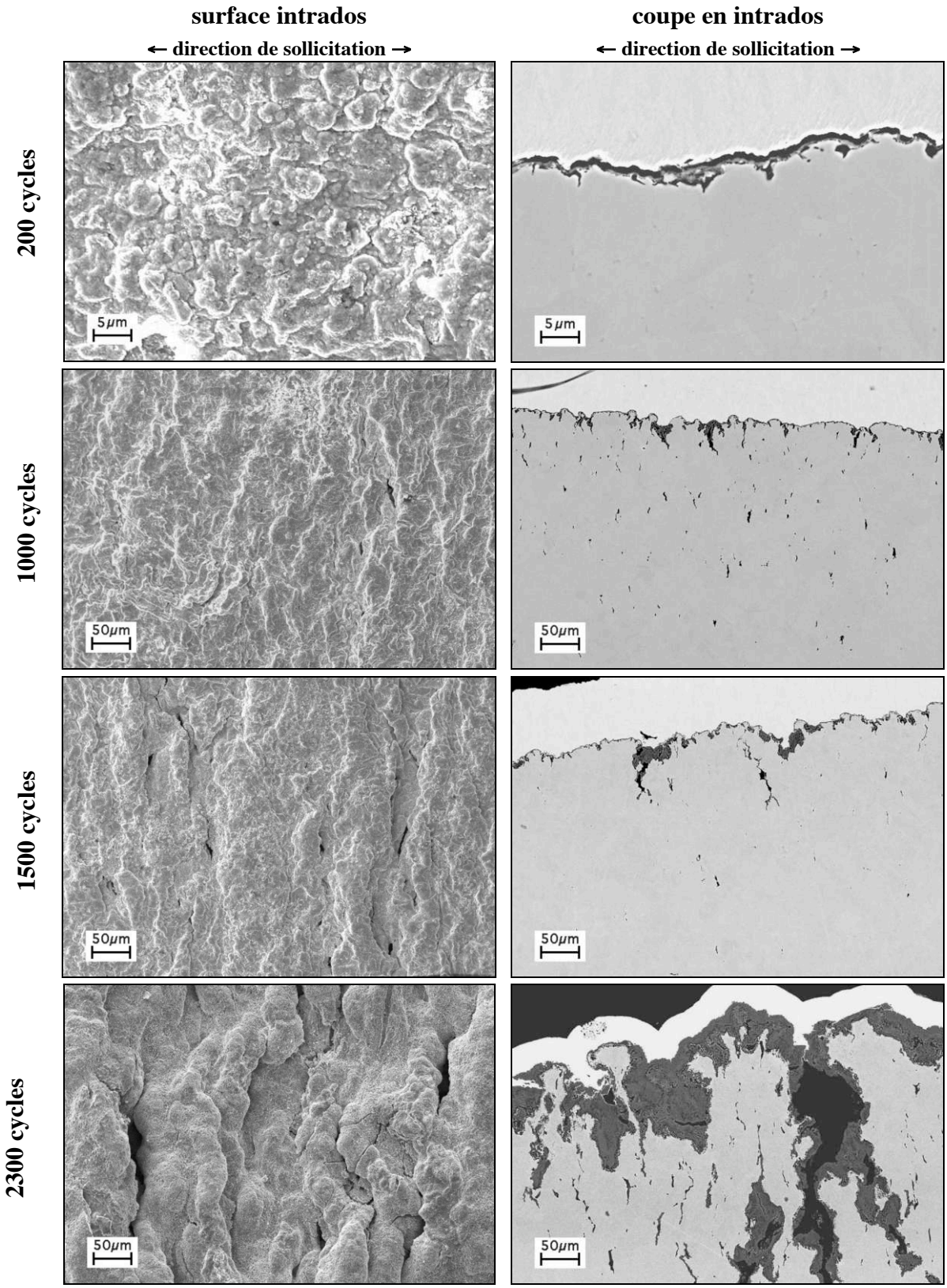


figure 4.28 : Observation de la région extrados de l'éprouvette de fatigue thermique R20-12, MEB - 250-950°C sans maintien, surfaces et coupes *(nickelage en blanc)* ***-***

2.3.2. Oxydation

L'oxydation des éprouvettes R20-12 est plus importante que celle du matériau ferritique et apparaît de manière hétérogène suivant les surfaces. L'épaisseur des oxydes en extrados est beaucoup plus grande qu'en intrados (fig 4.29).

En extrados, l'oxydation se caractérise par la présence d'oxydes superficiels très épais, peu adhérents, poreux et fissurés. D'autre part, quelques nodules de fer sont observés en surface ainsi qu'une oxydation interne localement très importante, formant des golfes très profonds.

L'épaisseur de l'oxyde superficiel est variable mais peut mesurer jusqu'à 50μm. Dans certaines régions, le métal est mis à nu, signe d'un écaillage important. L'oxydation interne semble se propager dans un premier temps de manière intergranulaire. Les fissures et cavités internes du matériau sont également fortement oxydées.

L'oxydation est plus limitée en intrados. La couche d'oxyde est beaucoup moins épaisse et ce n'est que très rarement, qu'une *oxydation catastrophique* peut être observée en cette région. Contrairement à la zone extrados, le faciès d'oxydation de la région intrados fait apparaître une surface globalement résistante à l'oxydation.

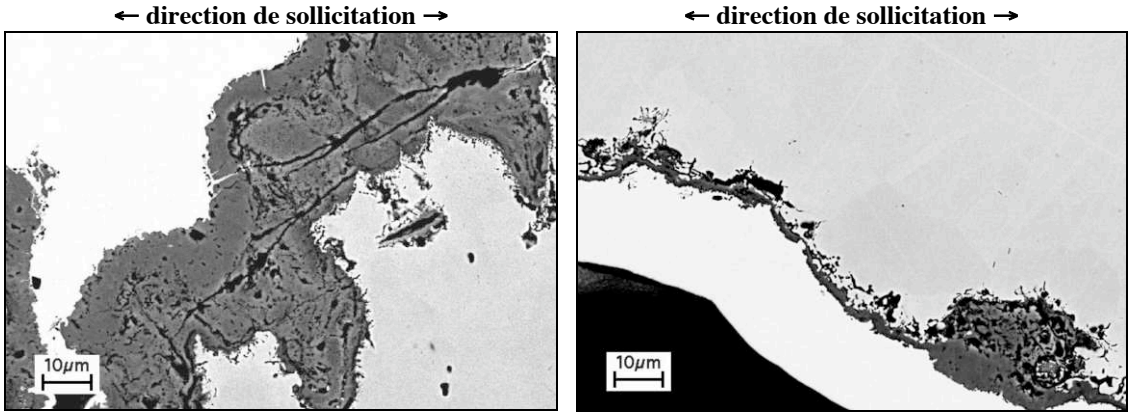


figure 4.29 : Observation en coupe de la couche d'oxyde après 2300 cycles de fatigue thermique 250-950°C - R20-12 en extrados (à gauche) et en intrados (à droite), MEB *(nickelage en blanc)* ***-***

Des analyses chimiques à la microsonde, complémentaires aux observations MEB, permettent de caractériser les différents oxydes apparaissant lors de l'essai de fatigue thermique (fig 4.30). Quel que soit le nombre de cycles thermiques, un oxyde superficiel riche en chrome, peu épais et toujours continu semblant être la chromite Cr_2O_3 est surmonté d'une seconde couche. Celle-ci est discontinue, d'épaisseur très variable et riche en chrome, en manganèse et en silicium. Elle contient également du fer et correspond vraisemblablement au spinelle $Mn(Fe,Cr)_2O_4$.

En extrême surface et aux joints de grains sous-jacents aux oxydes superficiels, un liseré discontinu de silice SiO_2 est observé. Localement, des nodules de fer enrichis en manganèse en leur périphérie apparaissent en nombre d'autant plus grand que le nombre de cycles thermiques est important.

Les golfes d'oxydation interne sont majoritairement composés de manganèse et de fer. Leur composition semble correspondre au spinelle $MnFe_2O_4$. D'autre part, une fine couche de chromite, toujours continue, est également présente entre les golfes et de la matrice.

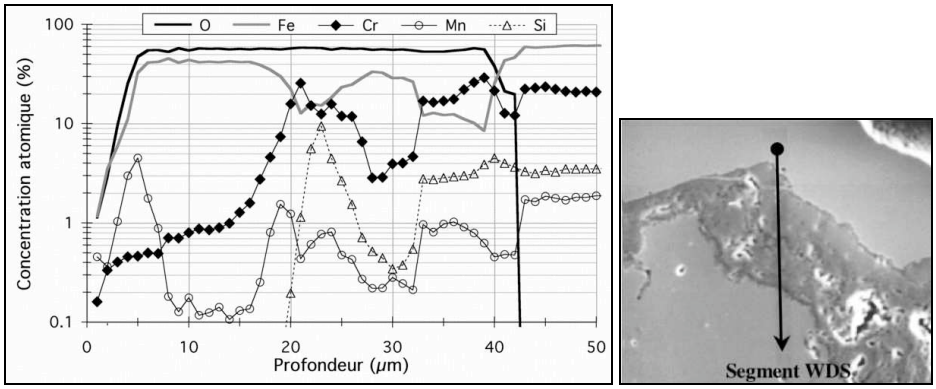


Figure 4.30 : Concentration atomique de quelques éléments en surface extrados
- R20-12, 250-950°C, 2300 cycles -

L'épaisseur de la couche d'oxydes en surface additionnée à la profondeur de l'oxydation interne est d'autant plus élevée que le nombre de cycles thermiques est grand. A 2300 cycles 250-950°C, cette épaisseur est de l'ordre de 100μm en extrados alors qu'elle est au plus de 40μm en intrados.

Sous la couche d'oxydes, les zones déchromées peuvent s'étendre de 10 à 20μm selon le nombre de cycles thermiques. Dans les zones déchromées, des écarts de 6% à 200 cycles et même de 12% à 2300 cycles (perte de l'inoxydabilité) de la teneur en chrome par rapport à la teneur du métal de base (environ 20%) sont observés.

L'épaisseur de l'éprouvette est constante jusqu'à 1500 cycles mais diminue ensuite (tab 4.3). L'écaillage des oxydes superficiels semble être responsable de la diminution de l'épaisseur de l'éprouvette.

Nombre de cycles	***1500***	***2300***	***3006*** *(fin de vie)*
Epaisseur de l'éprouvette	1,99	1,95	1,83

tableau 4.3 : Epaisseur de l'éprouvette de fatigue thermique
- R20-12, 250-950°C -

La formation de *trous* à la surface extrados est d'autant plus prononcée (en nombre et en taille) que le nombre de cycles est important (fig 4.31). Ces *trous* semblent être situés au-dessus des golfes d'oxydes. Il s'agit de chemins de pénétration préférentielle de d'oxygène entraînant une oxydation particulièrement vigoureuse.

← direction de sollicitation →

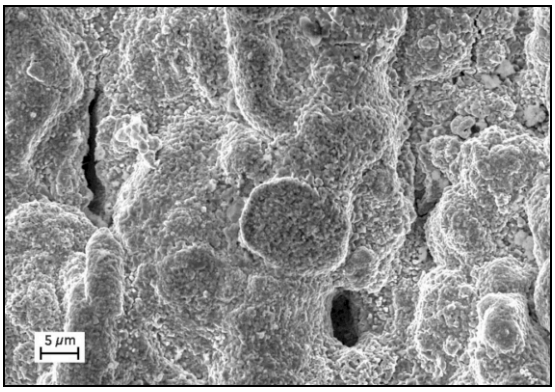


figure 4.31 : Détail en extrados, 1500 cycles, MEB
- éprouvette de fatigue thermique R20-12, 250-950°C -

← direction de sollicitation →

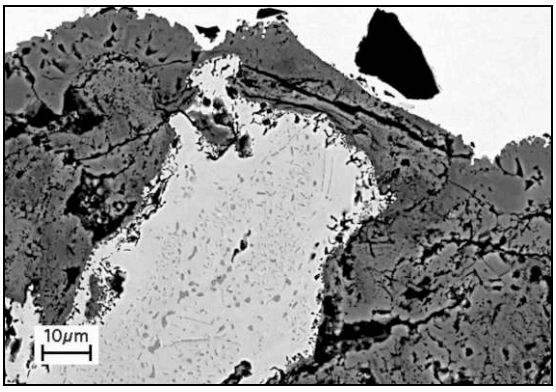


figure 4.32 : Détail en extrados, 2300 cycles, MEB
- éprouvette de fatigue thermique R20-12, 250-950°C -

2.3.3. Etat métallurgique

Pour la nuance R20-12, le grandissement des grains ne semble pas se produire au cours des cycles thermiques. Cependant, des petits grains sont observés de part et d'autre de la fibre neutre et pourraient indiquer une recristallisation locale.

D'autre part, une précipitation apparaît aux temps longs (fig 4.32). Les précipités sont localisés uniquement au voisinage de la zone extrados. Des cartographies de microsonde révèlent une précipitation majoritairement de chrome. Ces précipités sont les inévitables carbures $Cr_{23}C_6$ principalement aux joints de grains ainsi que des nitrures Cr_2N. La teneur en azote du matériau étant limitée, les atomes d'azote entraînant la formation des nitrures Cr_2N pourraient provenir de l'atmosphère.

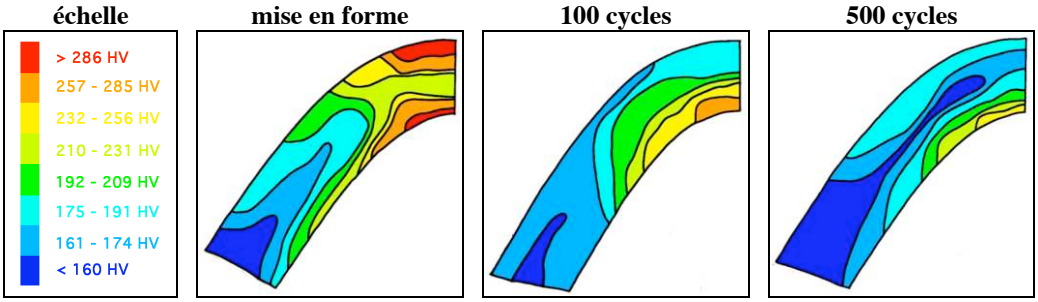


figure 4.33 : Cartographies de dureté Vickers (0,2kg) en fonction du nombre de cycles thermiques 250-950°C, R20-12 (en coupe)

Comme dans le cas de la nuance F17TNb, la mise en forme à froid entraîne un écrouissage du matériau R20-12 (fig 4.33). Suite à la conformation, la distribution de la dureté Vickers du matériau R20-12 est globalement similaire à celle du matériau F17TNb mais les niveaux de dureté sont plus élevés compte tenu de la plus forte consolidation des aciers austénitiques comparée à celle des aciers ferritiques (cf *Partie 3*).

Lors des cycles thermiques successifs, la dureté tend comme précédemment à s'homogénéiser mais la zone intrados demeure toujours la zone la plus dure. La microstructure du matériau R20-12 se restaure mais à une vitesse moindre que celle de la nuance ferritique.

2.3.4. Stabilité géométrique de la structure et fissuration

En fin d'essai, la géométrie de l'éprouvette est fortement modifiée. Cette évolution est à nouveau caractérisée par les mesures de l'angle d'ouverture et du rayon de courbure à la fibre neutre (fig 4.34). Jusqu'à plus de 1500 cycles, la géométrie évolue de manière linéaire avec le nombre de cycles thermiques appliqués. Le « V » de l'éprouvette tend à se refermer.

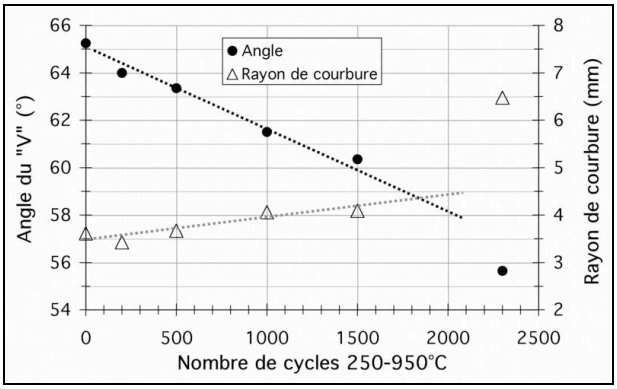


figure 4.34 : Evolution de l'angle d'ouverture et du rayon de courbure de la fibre neutre lors de l'essai de fatigue thermique, R20-12, 250-950°C

Entre 1500 et 2300 cycles thermiques, la géométrie s'est considérablement affaissée jusqu'à former un creux. La plage de cycles thermiques correspondant à cet effondrement correspond à la plage durant laquelle l'oxydation interne et superficielle de la région extrados est fortement accrue et, surtout, durant laquelle les fissures se sont fortement propagées dans l'épaisseur du matériau.

En effet, la longueur des trois plus grandes fissures situées d'une part en intrados et d'autre part en extrados sont présentées en fonction du nombre de cycles thermiques aux figures 4.35 et 4.36 respectivement suivant une représentation linéaire et semi-logarithmique.

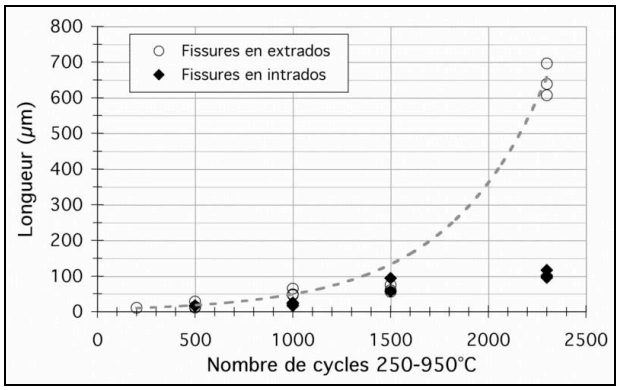


figure 4.35 : Longueur des fissures en intrados et en extrados (graphique linéaire) - R20-12, 250-950°C -

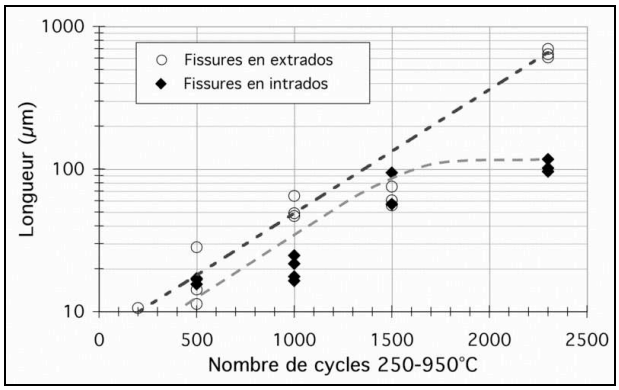


figure 4.36 : Longueur des fissures en intrados et en extrados (graphique semi-logarithmique) - R20-12, 250-950°C -

Les fissures situées en extrados et en intrados ont des longueurs du même ordre jusqu'à 1500 cycles. Après, les fissures en extrados se propagent de manière catastrophique jusqu'à rupture de l'éprouvette alors que les fissures en intrados ne se propagent plus.

La propagation des fissures présentes en extrados de la nuance R20-12 est bien décrite par une régression exponentielle. De même, la progression des fissures situées en intrados est également correctement décrite par une régression exponentielle jusqu'à un seuil situé à 1500 cycles thermiques. Un effet d'écrantage semble se produire au-delà. Après 1500 cycles, les fissures situées en extrados se propagent dans le matériau R20-12 au détriment des fissures présentes en intrados.

D'une manière générale, les vitesses de propagation des fissures sont du même ordre pour les matériaux F17TNb et R20-12 sollicités en fatigue thermique suivant l'intervalle 250-950°C.

2.4. Influence de la température maximale sur l'endommagement en fatigue thermique

2.4.1. Rôle de la température en fatigue thermique

Les différentes observations et mesures précédentes font apparaître le rôle prépondérant de la température sur les phénomènes mis en jeu. En effet, les cinétiques d'oxydation ou de précipitation sont thermiquement activées. Ainsi, plus la température maximale du cycle thermique est élevée, plus les effets des phénomènes thermiquement activés sont importants.

D'autre part, l'amplitude de température du cycle thermique impose, en chaque point, l'amplitude de la déformation de l'éprouvette. Les déformations sont ainsi d'autant plus grandes que l'amplitude de température est élevée. De plus, les mécanismes de déformation sont également fonction de la température. Avec des températures maximales s'élevant à 900 voire 950°C, la composante visqueuse de la déformation est prépondérante aux cours des essais précédents, ce qui engendre des refoulements de matière en extrados de l'éprouvette, un émoussement des fissures (F17TNb, 250-950°C) et des vitesses de relaxation des contraintes très rapides.

Enfin, la diffusivité des éléments métalliques est très supérieure dans la structure α de l'acier F17TNb par rapport à celle du matériau austénitique R20-12. L'enrichissement en chrome de la surface est ainsi particulièrement rapide pour le matériau F17TNb et la zone déchromée facilement renchérie en chrome. De plus, la viscosité plus importante de cette nuance permet de facilement accommoder les contraintes de la couche d'oxyde. Ainsi, la résistance à l'oxydation du matériau ferritique est normalement plus importante en fatigue thermique que celle de l'acier R20-12.

2.4.2. Couplage oxydation-déformation en fatigue thermique

Outre la température, les cinétiques des phénomènes métallurgiques thermiquement activés (précipitation, oxydation, recristallisation…) peuvent être influencées par la déformation plastique.

Les faciès de rupture de la nuance austénitique R20-12 mettent en évidence un fort couplage entre l'oxydation et la déformation en zone extrados, quelle que soit la température maximale (900 ou 950°C). La nuance F17TNb ne semble pas sensible à ce couplage, certainement grâce à sa bonne tenue à l'oxydation.

L'endommagement de la couche d'oxyde de l'acier R20-12, par fissuration ou écaillage, permet à l'oxygène de facilement pénétrer dans le matériau. De plus, la sollicitation thermomécanique est telle qu'à haute température, la zone extrados est en tension, ce qui augmente alors la cinétique d'oxydation.

2.4.3. Essais de fatigue thermique 250-850°C

Afin de qualifier l'influence de la température maximale sur l'endommagement, un essai de fatigue thermique est pratiqué suivant un cycle thermique 250-850°C pour chaque matériau. Contrairement aux essais précédents (tab 4.1), la température maximale du cycle est de 50 ou 100°C plus basse. La durée de vie obtenue suivant ces conditions pour le matériau F17TNb est de 15% supérieure à celle de l'acier R20-12 (tab 4.4).

	F17TNb	***R20-12***
durée de vie (250-850°C)	7883 cycles	6643 cycles

tableau 4.4 : Durées de vie en fatigue thermique suivant 250-850°C, F17TNb et R20-12

L'endommagement du matériau F17TNb sollicité suivant le cycle thermique 250-850°C est caractérisé selon les procédures précédentes. Le faciès de rupture est globalement similaire aux faciès des essais ayant une température maximale de 900 ou 950°C (fig 4.37).

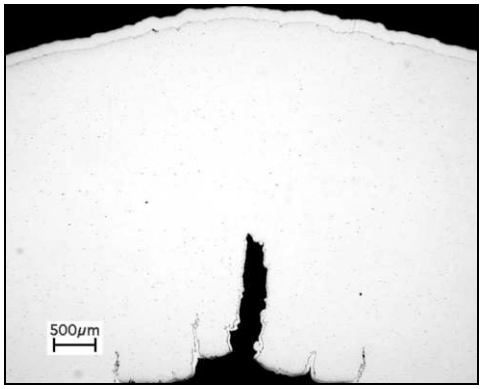


figure 4.37 : Coupe de l'éprouvette de fatigue thermique, Optique *(nickelage aux surfaces)* ***- F17TNb, 250-850°C (7883cycles) -***

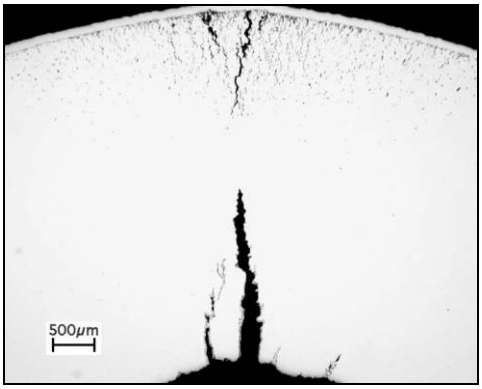


figure 4.38 : Coupe de l'éprouvette de fatigue thermique, Optique *(nickelage aux surfaces)* ***- R20-12, 250-850°C (6643cycles) -***

En intrados, la fissure principale est plus acérée consécutivement à une moindre composante visqueuse de la déformation à 850°C. Pour cette même raison, la formation de bourrelets en extrados est plus faible. De même, l'oxydation est très limitée, les grains ne grossissent pas et la géométrie de l'éprouvette est moins affaissée que pour les essais ayant des températures maximales plus élevées.

Le faciès de rupture présenté pour le matériau austénitique R20-12 sollicité suivant un cycle 250-850°C est très éloquent (fig 4.38). Comparé aux faciès des essais aux températures plus élevées, l'endommagement de la zone extrados est moins prononcé alors qu'en intrados, la propagation d'une fissure principale conduit à la ruine de la structure, comme pour le matériau F17TNb.

La nature de l'endommagement de la nuance austénitique demeure identique quelles que soient les conditions d'essais. En zone extrados, l'oxydation plus forte qu'en intrados, la multi-fissuration depuis la surface et la présence de cavités internes sont toujours observées (fig 4.39). Cependant, suivant un cycle thermique 250-850°C, la fissure principale est située en intrados, comme pour la nuance ferritique, et l'ampleur de l'endommagement de la zone extrados est beaucoup plus limitée.

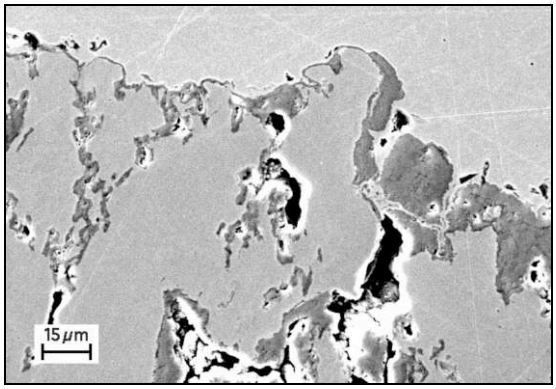


figure 4.39 : Coupe en extrados de l'éprouvette de fatigue thermique, MEB
- R20-12, 250-850°C en fin de vie (6643cycles) -

D'autre part, le nombre de cycles à rupture de l'essai 250-850°C ainsi que sa durée étant plus élevé que ceux des essais 250-900°C et 250-950°C, la précipitation dans le matériau y est plus importante (cf *Partie 2*) et se traduit par la présence de nombreux précipités dans tout le volume de l'éprouvette, majoritairement aux joints de grains du matériaux. Il s'agit principalement de carbures $Cr_{23}C_6$.

3. Mécanismes d'endommagement en fatigue thermique

L'ensemble des observations présentées permet de comprendre l'endommagement en fatigue thermique des matériaux F17TNb et R20-12 et de préciser les mécanismes opérants.

3.1. Premier endommagement

Suite à la conformation à froid, avant essai de fatigue thermique, l'écrouissage de l'éprouvette est hétérogène. Les zones extrados et intrados sont les zones les plus dures.

Lors de l'essai de fatigue thermique, la zone intrados de l'éprouvette est sollicitée en déformation suivant un régime *hors phase* (traction à froid, compression à chaud) et, inversement, la région extrados est sollicitée suivant un régime *en phase*. Le coefficient de dilatation thermique plus important des nuances austénitiques vis-à-vis des nuances ferritiques entraîne des déformations plus importantes pour l'acier R20-12.

Quel que soit l'intervalle de température de fatigue thermique, le premier endommagement observé pour les matériaux F17TNb et R20-12 est situé en intrados. Une amorce de fissure y apparaît dès les premiers cycles thermiques. Le nombre de fissures augmente avec le nombre de cycles thermiques et ces fissures se propagent ensuite dans l'épaisseur du matériau.

La sollicitation thermomécanique *hors phase* apparaît donc plus sévère que la sollicitation *en phase* indépendamment de la nuance de l'acier.

3.2. Cas de la nuance ferritique F17TNb

Pour la nuance ferritique, la propagation en intrados d'une ou deux fissures principales dans le matériau constitue l'endommagement prépondérant en fatigue thermique. La sensibilité de ce matériau à la température maximale du cycle de fatigue thermique se traduit par une sollicitation mécanique accrue et conduit à une durée de vie d'autant plus faible que la sollicitation thermomécanique est forte. Les mécanismes d'endommagement sont les mêmes.

La propagation de ces fissures s'effectue lors des phases de tension en pointe de fissure. Ainsi, les fissures progressent aux basses températures des cycles thermiques (sollicitation *hors phase* en cette région) jusqu'à la ruine de la structure.

Les hautes températures entraînent des déformations importantes et une forte composante visqueuse de la déformation. La viscoplasticité conduit à des fissures émoussées en intrados et à des refoulements de matière en extrados (instabilités en surface). Ces manifestations sont d'autant plus importantes que la température maximale du cycle thermique est élevée.

La diffusivité des éléments métalliques est très élevée dans la structure ferritique et permet de rapidement alimenter la surface en chrome et de rééquilibrer sa teneur dans le métal sous-jacent aux couches superficielles. L'oxydation de ce matériau est particulièrement faible, la perte locale de protection de la surface étant rarement observée.

En première approximation, l'endommagement de la nuance F17TNb peut se limiter à l'amorçage de fissures en intrados de l'éprouvette, sollicitée thermomécaniquement *hors phase*, puis à leur propagation jusqu'à la ruine de la structure.

3.3. Cas de la nuance austénitique R20-12

La ruine de la structure austénitique R20-12 est plus complexe et est fonction de l'ampleur du couplage entre l'oxydation et la déformation.

En début d'essai, l'endommagement le plus important se situe également en intrados. Comme dans le cas de la nuance F17TNb, il se traduit par l'amorçage, la multiplication puis la propagation de fissures en cette zone.

La zone extrados est particulièrement sensible à l'oxydation (apparition d'oxydes épais à la surface et formation de golfes en oxydation interne). Plus la température maximale du cycle thermique est élevée, plus les cinétiques d'oxydation sont rapides et, de plus, plus la déformation thermomécanique est importante et entraîne la fissuration, le décollement ou l'écaillage des oxydes superficiels. Des *trous* se forment rapidement en surface permettant d'alimenter en oxygène les régions internes de l'éprouvette en extrados. Il s'en suit une *oxydation catastrophique* de la zone extrados.

Cependant, le mécanisme de ruine prépondérant en fatigue thermique de la structure austénitique est déterminé par la température maximale du cycle thermique appliqué. Avec une température maximale de 850°C, le mécanisme de ruine est identique à celui de la nuance ferritique F17TNb. Pour les températures maximales plus élevées (900 et 950°C), si l'amorçage et la propagation de fissures en intrados représentent le premier stade d'endommagement, la ruine de la structure est liée à la propagation des fissures en région extrados, le couplage *oxydation-déformation* y étant prépondérant.

4. Conclusions

L'essai de fatigue thermique développé par Ugine & ALZ présente des avantages en termes de simplicité de mise en œuvre et de faible coût de réalisation. Cependant, les essais de fatigue thermique s'étendent sur un large intervalle de température dans lequel la température maximale du cycle thermique est très élevée par rapport aux propriétés mécaniques des aciers inoxydables. De plus, les phénomènes métallurgiques intervenant à chaud sont nombreux et complexes.

Bien que les faciès de rupture des éprouvettes rompues en fatigue thermique puissent être très différents suivant les nuances ferritique ou austénitique, les mécanismes de ruine sont dans un premier temps similaires pour les deux matériaux. La sollicitation *hors phase* de la zone intrados est la sollicitation thermomécanique la plus sévère. Elle entraîne l'amorçage, la multiplication puis la propagation de fissures dans cette zone.

L'extrados des éprouvettes est sollicité *en phase* et s'endommage peu pour la nuance F17TNb. Cet acier a un coefficient de dilatation plus faible que l'acier R20-12 et, de plus, présente une résistance à l'oxydation cyclique supérieure. Ainsi, les déformations imposées par le cycle thermique sont plus faibles que celles de l'alliage R20-12 et, en dépit de propriétés mécaniques moindres, l'acier F17TNb est plus résistant en fatigue thermique.

La nuance austénitique est d'autant plus sensible à l'oxydation que la température est élevée et donc que la sollicitation thermomécanique est sévère. Le couplage entre l'oxydation et la déformation endommage fortement la zone extrados du matériau R20-12. Toutefois, si la température maximale du cycle thermique est de l'ordre de 850°C, le mécanisme de ruine est le même que pour la nuance ferritique. Lorsque la température maximale du cycle thermique est supérieure à 900°C, l'amorçage puis la propagation brutale de fissures depuis la surface extrados, dramatiquement oxydée, est le mode de ruine prépondérant.

A géométrie du montage expérimental fixe, les paramètres conditionnant la durée de vie en fatigue thermique sont nombreux. Tout d'abord, le cycle thermique appliqué et le coefficient de dilatation du matériau étudié déterminent, à chaque température, l'état de déformation dans l'éprouvette. Les propriétés mécaniques du matériau conditionnent alors l'état de contrainte. D'autre part, la résistance à l'oxydation est également un paramètre prépondérant. Un matériau résistant à l'essai de fatigue thermique d'Ugine & ALZ doit présenter un faible coefficient de dilatation thermique, une bonne résistance à l'oxydation (cyclique en particulier) et une grande résistance à la fissuration.

Compte tenu de l'instrumentation de l'essai de fatigue thermique, un calcul par éléments finis est indispensable à la détermination des états de contrainte et de déformation dans l'éprouvette, notamment aux points intrados et extrados de celle-ci. D'autre part, la formulation d'un critère de ruine de la structure doit tenir compte de l'effet de la température maximale sur l'endommagement et prévoir la localisation de la ruine comme observé expérimentalement (zone intrados ou extrados).

Partie 5

Essais mécaniques et simulation numérique

Des essais mécaniques pratiqués sur des éprouvettes de matériaux F17TNb et R20-12 sous chargements simples permettent d'étudier leur comportement et d'identifier les paramètres d'un modèle numérique adéquat. Il est alors possible d'effectuer des calculs par éléments finis de structures et sollicitations plus complexes. Les lois de comportement sont des outils précieux pour le bureau d'études qui peut alors, par exemple, optimiser les niveaux et les localisations des contraintes et des déformations en fonction de la géométrie d'un collecteur d'échappement.

D'autre part, la simulation numérique de l'éprouvette de l'essai de fatigue thermique permet de connaître l'état de contrainte et de déformation aux points intrados et extrados. Cela conduit, entre autres, à vérifier que la sollicitation thermomécanique *hors phase* en région intrados est plus sévère que la sollicitation *en phase* de la zone extrados comme observé expérimentalement (cf *Partie 4*).

Une caractérisation du comportement des matériaux F17TNb et R20-12 sous sollicitations mécaniques uniaxiales est entreprise. Des essais mécaniques isothermes sont réalisés à basse, moyenne et haute températures (300, 650 et 850°C). Des essais non isothermes sont également réalisés sur des intervalles couvrant ces températures, principalement sur la plage 250-850°C. A partir des enregistrements expérimentaux obtenus en régime isotherme, une identification de lois de comportement est effectuée. Les comportements expérimentaux non isothermes permettent de valider les modèles numériques identifiés. Les calculs de structure de l'éprouvette de l'essai de fatigue thermique et d'un collecteur sont alors réalisés. En fin de partie, un critère de ruine en fatigue thermique est discuté.

1. Essais mécaniques

1.1. Méthodologie

1.1.1. Appareillage d'essai

Les essais mécaniques sont effectués sur les machines *Inström 8500* (vérin hydraulique) ou *8562* (électromécanique à vérin à vis). Chaque appareil est équipé d'un four en aluminium à quatre lampes halogènes placées dans des gorges elliptiques. Entre ces gorges, des lignées de petits alésages permettent, le cas échéant, de refroidir l'éprouvette par air comprimé. Une circulation d'eau refroidit le four et une lumière est usinée dans celui-ci afin de permettre le passage d'un extensomètre.

Les essais sont pilotés en contrôle de déformation à l'aide d'un extensomètre développé au *Centre des Matériaux* (fig 5.1). Le déplacement des couteaux au bout des tiges d'alumine de l'extensomètre est mesuré par la technique classique du pont de jauges de déformation. La sensibilité de l'extensomètre est de l'ordre du dixième de micromètre. L'écartement initial des couteaux est de 10mm et la consigne de déplacement est imposée depuis le pupitre de commande de l'appareillage d'essai pour les essais isothermes ou pilotée par ordinateur pour les essais non isothermes.

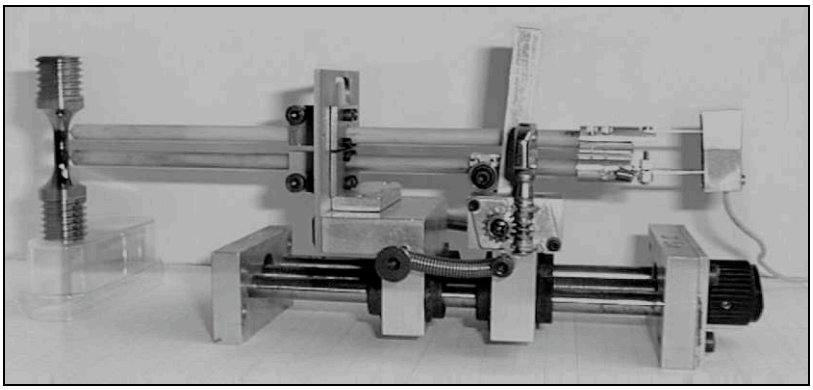


figure 5.1 : Ph`t`graphie de l'extens`mètre et du système de fixati`n

L'éprouvette d'essai est de type *élément de volume*. Celle-ci est usinée suivant le sens long d'une ébauche (état métallurgique *train à bandes*) de nuance F17TNb ou R20-12 traitée 1125°C-2h (cf *Partie 3*) car, compte tenu de ses dimensions, le *produit fini* ne possède pas une épaisseur suffisante. La caractérisation des états *train à bandes* et *produit fini* présentée en *Partie 3* du présent document montre des états métallurgiques similaires pour la nuance austénitique R20-12 et, pour la nuance ferritique F17TNb, une différence essentiellement limitée à un facteur deux dans la taille de grains.

Les éprouvettes pour essais mécaniques isothermes ont 6mm de diamètre et 12mm de longueur utile (fig 5.2). Les éprouvettes pour essais mécaniques non isothermes sont tubulaires, ayant respectivement 9 et 11mm de diamètre intérieur et extérieur, leur longueur utile étant de 25mm (fig 5.3). La fine épaisseur du tube (1mm) limite les gradients de température et de contrainte en zone utile, ces gradients étant incompatibles avec la notion d'*élément de volume*.

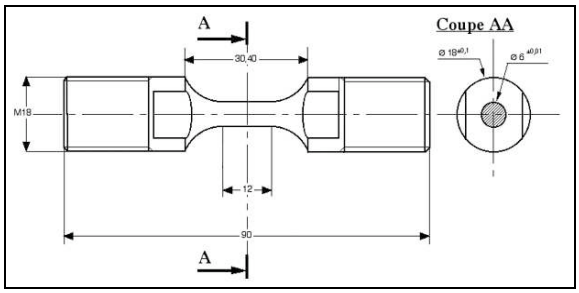


figure 5.2 : Schéma de l'épr`uvette p`ur essais mécaniques is`thermes

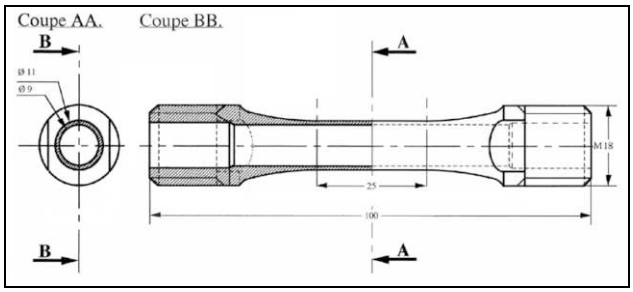


figure 5.3 : Schéma de l'épr`uvette p`ur essais mécaniques n`n is`thermes

Aux extrémités de ces éprouvettes, des filets M18 sont usinés afin d'amarrer celles-ci aux mors des lignes de charge de la machine d'essai. Avant essai mécanique, la surface des éprouvettes est polie jusqu'à la pâte diamantée conduisant à un état de surface lisse et reproductible. L'alésage des éprouvettes tubulaires est rodé.

La force appliquée par le vérin est mesurée par une cellule d'effort disposée à l'extrémité opposée de la machine d'essai. En fonction des conditions d'essai, la capacité de cette cellule est de 10kN ou 50kN. D'autre part, un Thermocoax® fixé au centre de la zone utile de l'éprouvette mesure la température de celle-ci. En sortie, le déplacement, la force et la température sont mesurés et enregistrés sur le disque dur d'un ordinateur *Apple*.

1.1.2. Essais mécaniques is` thermes

Le comportement des aciers inoxydables F17TNb et R20-12 est tout d'abord étudié en régime isotherme. Trois températures sont caractérisées : 300, 650 et 850°C. Ces températures correspondent à peu près aux limites basse et haute du cycle de fatigue thermique précédent (cf *Partie 4*) ainsi qu'à la zone d'inflexion des courbes de résistances mécaniques et limites d'élasticité en traction des matériaux étudiés (cf *Partie 3*).

L'ensemble des essais isothermes effectués est comptabilisé au tableau 5.1. Il s'agit d'essais uniaxiaux d'écrouissage cyclique avec et sans temps de maintien en tension et en compression pour la plupart, d'essais de déformation progressive et d'essais de fatigue oligocyclique réalisés à deux fréquences de sollicitation. Chaque essai cyclique est piloté par un signal en déformation triangulaire. Les boucles de comportement obtenues servent de références à l'identification des lois de comportement de chaque matériau.

	écr` uissage cyclique		***Déf` rmati` n***	***fatigue `lig` cyclique***	
	sans maintien	***avec maintien***	***pr` gressive***	***0,05Hz***	***1Hz***
300°C	✓	✓	✓		
650°C		✓			
850°C	✓	✓	✓	✓	✓

tableau 5.1 : Essais mécaniques is` thermes réalisés sur les aciers F17TNb et R20-12

Lors des essais de déformation progressive (300 et 850°C) et des transitoires des essais cycliques (300, 650 et 850°C), les vitesses de déformation ont pour limites 10^{-4} et $10^{-2}s^{-1}$. A 850°C, lors des essais de fluage présentés en *Partie 3* ou de la relaxation des contraintes durant les maintiens en tension ou en compression des essais d'écrouissage cyclique, les vitesses de déformation sont de l'ordre de 10^{-8}-$10^{-7}s^{-1}$. Ce grand intervalle de vitesses de déformation permet de parfaitement caractériser la composante visqueuse de la déformation.

1.1.3. Essais mécaniques n` n is` thermes

Le comportement des aciers inoxydables F17TNb et R20-12 est ensuite étudié en régime non isotherme. L'intervalle de température appliqué est 250-850°C pour la majorité des essais. Quelques essais sont également effectués suivant un cycle thermique 250-900°C pour la nuance F17TNb. Ces essais mécaniques sont réalisés sur la machine d'essai *Inströn 8500* spécifiquement équipée.

Les essais non isothermes sont pilotés en déformation mécanique. La sollicitation thermomécanique est appliquée via une consigne en déformation imposée par un ordinateur et une consigne synchrone en température. Ces essais débutent par dix cycles thermiques à contrainte nulle afin d'assurer la stabilisation thermique. L'expansion thermique est enregistrée lors du dernier cycle. La consigne en déformation imposée correspond alors à la somme de la déformation mécanique du cycle thermomécanique et de la déformation thermique enregistrée.

Les sollicitations thermomécaniques *en phase* - déformation maximale à chaud, déformation minimale à froid - et *hors phase* - inversement -, habituelles en fatigue non isotherme, sont réalisées à 0,2 et 0,4% de déformation pour les deux matériaux dans l'intervalle de température 250-850°C. Pour l'acier F17TNb, des cycles thermomécaniques de type *diamant* - déformations minimale et maximale aux températures intermédiaires - dans l'intervalle 250-900°C complètent ces résultats.

1.2. Comportement en régime isotherme

1.2.1. C` mp` rtement à 300°C

Des essais de déformation progressive cyclique sont réalisés à 300°C. La vitesse de déformation est de $10^{-4}s^{-1}$. La séquence de déformation correspond à une succession de traction d'environ 0,3% et de compression de 0,2% jusqu'à 1,8% de déformation (fig 5.4). L'amplitude de la déformation est suffisante pour plastifier l'éprouvette à chaque transition.

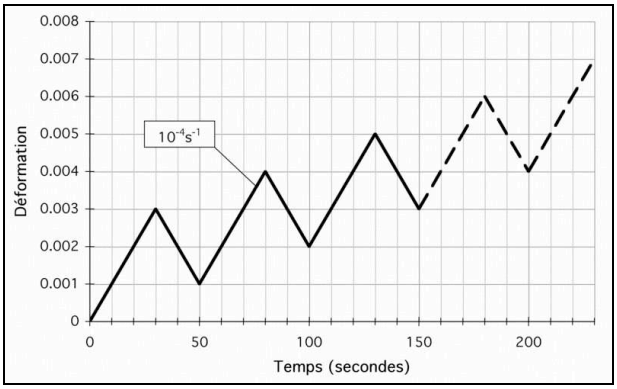


figure 5.4 : Cycle de déf` rmati` n pr` gressive cyclique

Les courbes *contrainte-déformation* obtenues à 300°C pour les aciers F17TNb et R20-12 sont présentées aux figures 5.5 à 5.8.

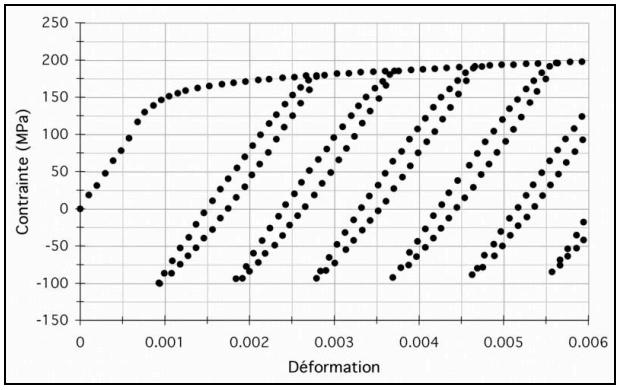


figure 5.5 : Déf` rmati` n pr` gressive cyclique, F17TNb à 300°C ($10^{-4}s^{-1}$)

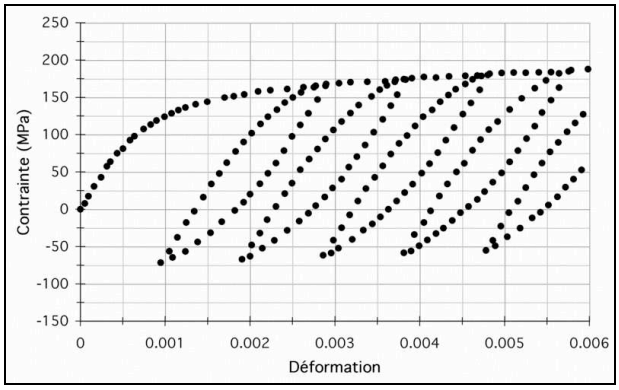


figure 5.6 : Déf` rmati` n pr` gressive cyclique, R20-12 à 300°C ($10^{-4}s^{-1}$)

Les boucles expérimentales mettent en évidence une limite d'élasticité plus faible et une consolidation plus forte du matériau F17TNb comparé à l'acier R20-12. Ces résultats sont en accord avec les essais de traction pure réalisés par l'IRSID sur *produit fini* (cf *Partie 3*) mais, pour les deux matériaux, les valeurs de la limite d'élasticité conventionnelle $R_{p0,2\%}$ des deux aciers diffèrent d'environ 20MPa.

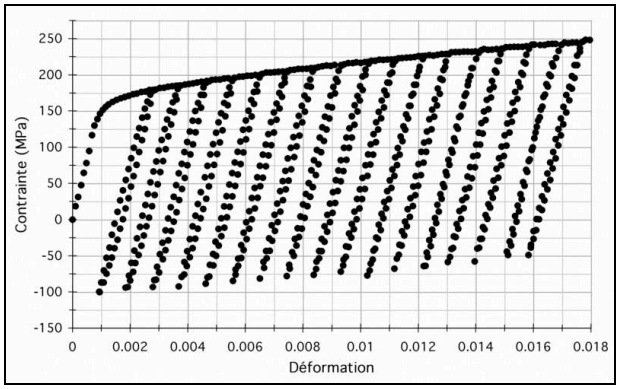


figure 5.7 : Déf` rmati` n pr` gressive cyclique, F17TNb à 300°C ($10^{-4}s^{-1}$)

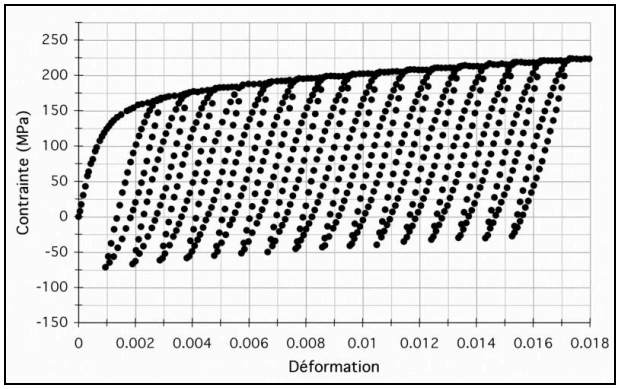


figure 5.8 : Déf` rmati` n pr` gressive cyclique, R20-12 à 300°C ($10^{-4}s^{-1}$)

Des essais d'écrouissage cyclique sont effectués à fréquence constante de 0,125Hz. L'essai consiste à imposer, sur une même éprouvette, une amplitude de déformation graduellement croissante après la quasi stabilisation de la boucle *contrainte-déformation*. Les amplitudes de déformation sont successivement incrémentées de 0,2% depuis la sollicitation initiale de 0,2% jusqu'à 1%. Pour le matériau F17TNb, l'essai débute à 0,1%. La vitesse de déformation est ainsi croissante avec l'augmentation de l'amplitude de déformation, passant de $5.10^{-4}s^{-1}$ à 0,1% de déformation à $5.10^{-3}s^{-1}$ pour 1% de déformation.

Les courbes *contrainte-déformation* obtenues au dixième cycle de chaque amplitude de déformation sont présentées aux figures 5.9 et 5.10 respectivement pour les matériaux F17TNb et R20-12. De manière similaire aux essais de déformation progressive cyclique, les niveaux de contrainte atteints à chaque amplitude de déformation sont du même ordre mais, cependant, la limite d'élasticité du matériau R20-12 est plus faible que celle du matériau ferritique alors que sa consolidation est plus importante.

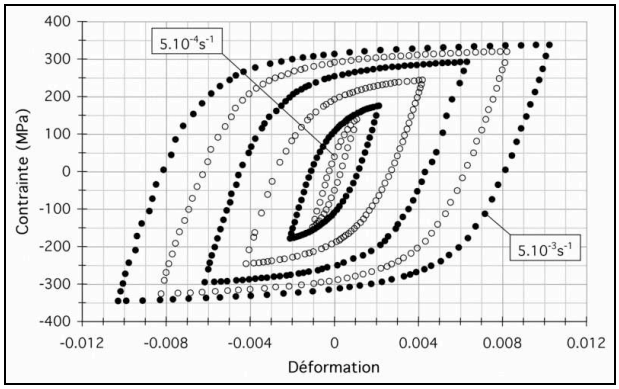


figure 5.9 : B` ucles de c` mp` rtement stabilisé en écr` uissage cyclique (f=0,125Hz), F17TNb à 300°C

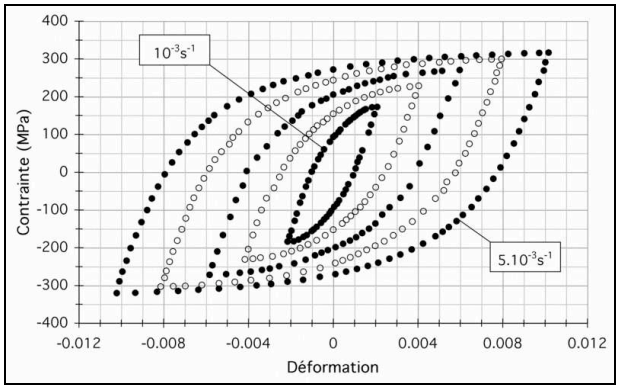


figure 5.10 : B` ucles de c` mp` rtement stabilisé en écr` uissage cyclique (f=0,125Hz), R20-12 à 300°C

Enfin, des essais d'écrouissage cyclique avec 600 secondes de maintien en tension sont également effectués. La fréquence constante des transitoires est de 0,1Hz. A chaque amplitude de déformation, le matériau F17TNb présente une relaxation des contraintes lors des maintiens alors qu'aucune relaxation n'est enregistrée pour le matériau R20-12. Cette observation est en accord avec les résultats de relaxation pure effectuée sur un acier inoxydable AISI 304 [1]. La composante visqueuse du matériau austénitique est donc très faible voire inexistante à 300°C.

Pour tous les essais d'écrouissage cyclique avec et sans maintien, les comportements enregistrés sont presque stabilisés après dix cycles à chaque amplitude de déformation. Les matériaux F17TNb et R20-12 ne durcissent ainsi que très légèrement à 300°C.

1.2.2. C` mp` rtement à 650°C

Un seul type d'essai est réalisé à 650°C pour les deux nuances. Il s'agit d'un essai d'écrouissage cyclique avec 600 secondes de maintien en tension et en compression. L'amplitude de déformation est graduellement incrémentée de 0,2% depuis 0,2% pour les deux matériaux jusqu'à 0,6% pour le matériau ferritique et 0,8% pour le matériau austénitique. Pour le matériau R20-12, l'essai débute à 0,1% de déformation. Lors des séquences transitoires, la fréquence de sollicitation est constante et correspond à 0,1Hz.

Les boucles *contrainte-déformation* sont présentées aux figures 5.11 et 5.12 respectivement pour les aciers F17TNb et R20-12. A cette température, les boucles de fatigue (hors relaxation) sont similaires pour les deux matériaux étudiés.

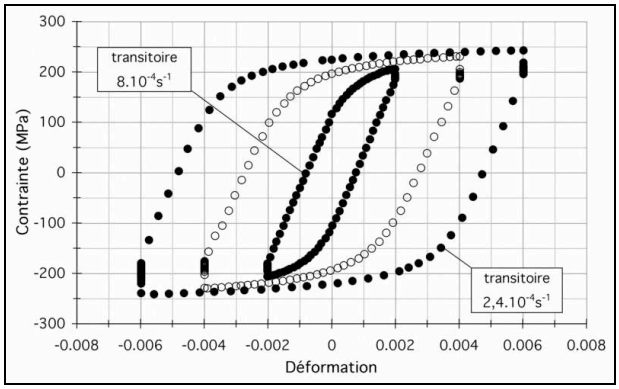


figure 5.11 : C` mp` rtement stabilisé en écr` uissage cyclique avec 200s de maintien en tensi` n et en c` mpressi` n, F17TNb à 650°C, transit` ires à 0,1Hz

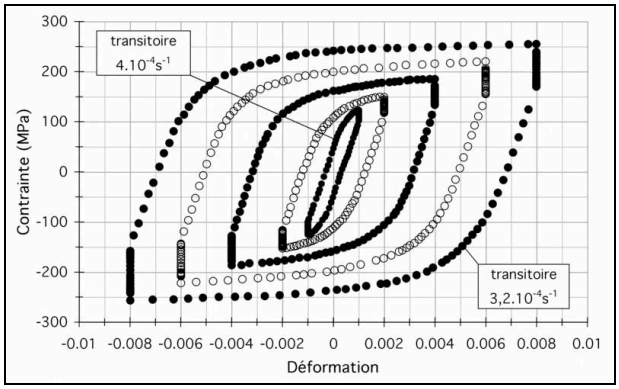


figure 5.12 : C` mp` rtement stabilisé en écr` uissage cyclique avec 200s de maintien en tensi` n et en c` mpressi` n, R20-12 à 650°C, transit` ires à 0,1Hz

Les relaxations des contraintes lors des maintiens en tension sont présentées aux figures 5.13 (F17TNb) et 5.14 (R20-12). Le comportement en relaxation du matériau ferritique diffère de celui de l'acier R20-12. La relaxation des contraintes aux différentes amplitudes de déformation est d'allure logarithmique pour la nuance F17TNb. La chute de contrainte est rapide en début de relaxation puis est d'autant plus faible que le temps de maintien est élevé.

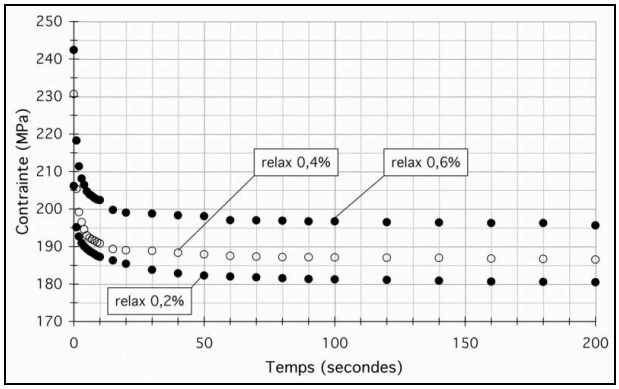


figure 5.13 : Relaxati` n durant les maintiens en tensi` n, F17TNb à 650°C

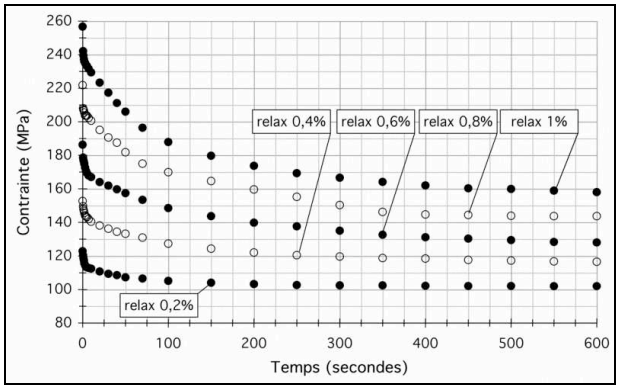


figure 5.14 : Relaxati` n durant les maintiens en tensi` n, R20-12 à 650°C

La relaxation du matériau austénitique est plus complexe. En effet, la relaxation des contraintes de ce matériau est d'allure logarithmique aux premiers maintiens (0,1%) mais un phénomène de restauration apparaît aux amplitudes supérieures. Ce phénomène est plus particulièrement mis en évidence en calculant la vitesse de déformation durant la relaxation.

Durant le maintien, la déformation totale est constante. Ainsi,

$$\varepsilon = \varepsilon_{\text{élast}} + \varepsilon_{\text{plast}} = \text{cste} \quad \Rightarrow \quad \dot{\varepsilon}_{\text{élast}} + \dot{\varepsilon}_{\text{plast}} = 0$$

$$or \quad \varepsilon_{élast} = \frac{\sigma}{E} \ (loi\ de\ Hooke) \quad d'où \quad \left| \dot{\varepsilon}_{relax} \right| = \left| \dot{\varepsilon}_{plast} \right| = \left| \frac{d\sigma}{E.dt} \right|$$

Les courbes *vitesse de relaxation - contrainte* de l'acier F17TNb sont présentées à la figure 5.15. En négligeant les faibles vitesses ($d\varepsilon/dt < 10^{-7}s^{-1}$) où l'incertitude de mesure est importante compte tenu du faible écart de contrainte $\Delta\sigma$ mesuré, ces courbes sont linéaires et correspondent à une relaxation logarithmique.

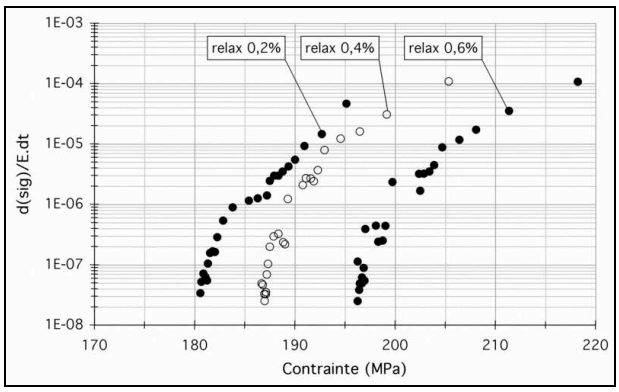


figure 5.15 : Vitesse de relaxati` n durant le maintien en tensi` n, F17TNb à 650°C

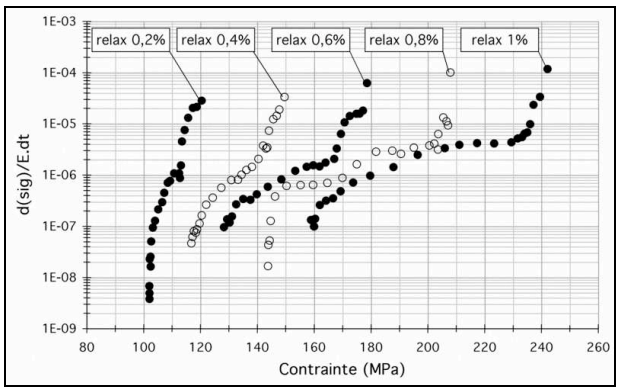


figure 5.16 : Vitesse de relaxati` n durant le maintien en tensi` n, R20-12 à 650°C

Pour le matériau R20-12 (fig 5.16), suite à une première période de relaxation, la pente *vitesse de relaxation - contrainte* varie brutalement et de manière d'autant plus importante que le niveau de déformation est élevé. A chaque amplitude de déformation, deux périodes de relaxation sont ainsi mises en évidence. La première période correspond à une relaxation pure du matériau alors que durant la seconde période, un phénomène de restauration semble se superposer.

Les amplitudes de déformation croissantes entraînent une densité de dislocations d'autant plus grande. La restauration est plus aisée, donc plus rapide, lorsque l'amplitude de déformation est forte. Le changement de pente des courbes *vitesse de relaxation - contrainte* est alors d'autant plus important que l'amplitude de déformation est grande.

1.2.3. C` mp` rtement à 850°C

De manière analogue aux essais réalisés à 300°C, des essais de déformation progressive cyclique et des essais d'écrouissage cyclique avec et sans temps de maintien sont effectués à 850°C. Outre la température, seuls les temps de maintien réduits à 100 secondes pour la nuance F17TNb et à 200 secondes pour le matériau R20-12 et réalisés en tension et en compression pour les essais d'écrouissage cyclique diffèrent de toutes les conditions expérimentales précédentes.

Compte tenu des propriétés mécaniques limitées de ces matériaux à 850°C, surtout pour la nuance ferritique, ces essais mécaniques sont particulièrement délicats à réaliser.

Les courbes *contrainte-déformation* obtenues en déformation progressive cyclique jusqu'à 0,6% de déformation sont présentées aux figures 5.17 et 5.18 respectivement pour les matériaux F17TNb et R20-12. A cette température, les caractéristiques mécaniques du matériau F17TNb sont très faibles. La limite d'élasticité est inférieure à 20MPa et la consolidation presque nulle conduit à des boucles très ouvertes.

Les caractéristiques mécaniques du matériau austénitique étant plus élevées à 850°C que celles du matériau F17TNb, les niveaux de contraintes atteints sont supérieurs. Cependant, la consolidation de ces deux matériaux semble saturée dès 0,2% de déformation, entraînant des niveaux de contraintes minimal et maximal constants lors des boucles successives.

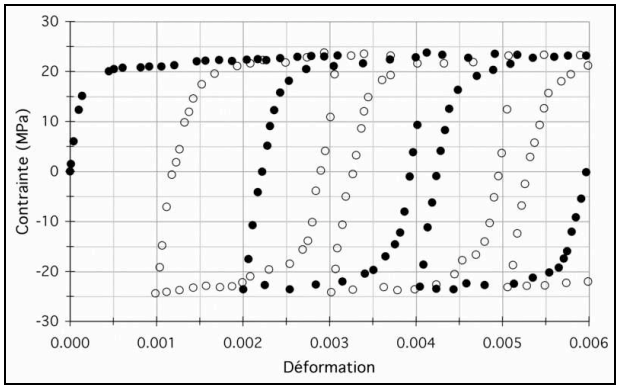


figure 5.17 : Essai de déf`rmati`n pr`gressive cyclique, F17TNb à 850°C ($10^{-4}s^{-1}$)

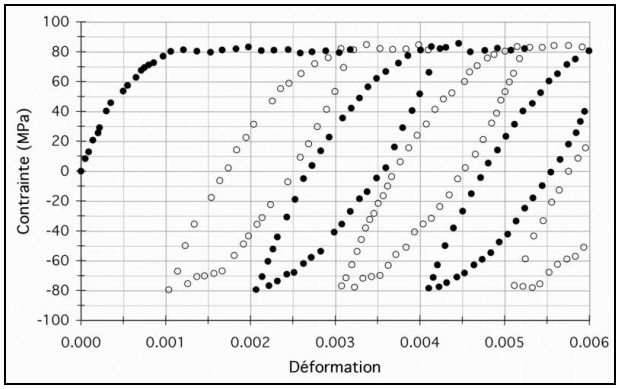


figure 5.18 : Essai de déf`rmati`n pr`gressive cyclique, R20-12 à 850°C ($10^{-4}s^{-1}$)

Des essais de fatigue oligocyclique sont réalisés à 850°C pour les matériaux étudiés à deux fréquences : 0,05 et 1Hz. Pour l'acier R20-12, quatre niveaux de déformation sont caractérisés à ces deux fréquences (0,2, 0,3, 0,4 et 0,5%). Pour l'acier F17TNb, seuls trois essais sont pratiqués *correctement* aux amplitudes 0,3 et 0,4% pour la fréquence de 1Hz et 0,5% pour la fréquence de 0,05Hz.

Les boucles de comportement stabilisé sont présentées aux figures 5.19 et 5.20 respectivement pour les matériaux F17TNb et R20-12. Il apparaît une forte sensibilité à la vitesse de déformation pour les deux matériaux.

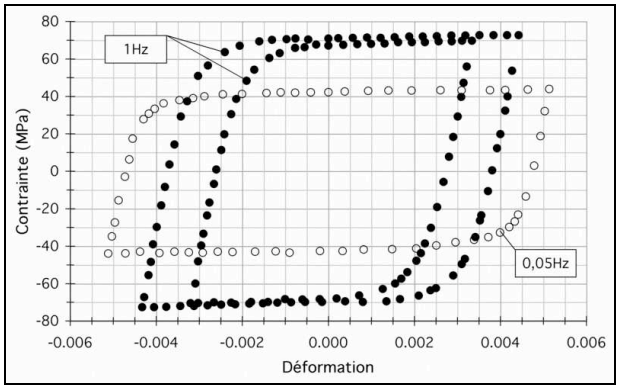


figure 5.19 : B`ucles de c`mp`rtement stabilisé en fatigue `lig`cyclique, F17TNb à 850°C, 0,05 et 1Hz

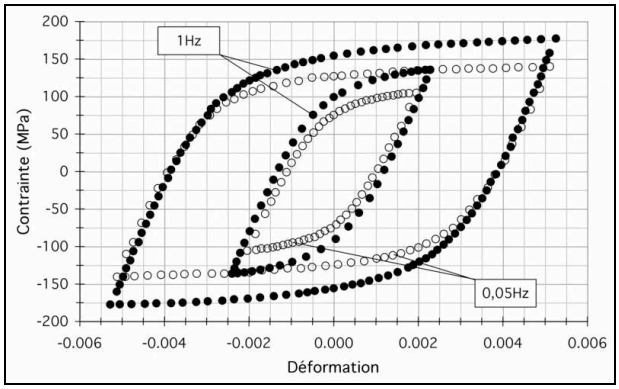


figure 5.20 : B`ucles de c`mp`rtement stabilisé en fatigue `lig`cyclique, R20-12 à 850°C, 0,05 et 1Hz

Le matériau F17TNb présente un comportement analogue à celui observé lors de l'essai de déformation progressive cyclique. La consolidation est faible, limitée à un faible intervalle de déformation et suivie d'un comportement fortement visqueux. La sensibilité à la vitesse de déformation ($10^{-3}s^{-1}$ pour 0,5% à 0,05Hz et $1,2.10^{-2}s^{-1}$ pour 0,3% à 1Hz) apparaît uniquement sur la limite d'élasticité qui est d'autant plus élevée que la vitesse de déformation est importante. Ce phénomène est directement lié au décrochage des dislocations plus difficile à haute vitesse de déformation.

A chaque fréquence des essais de fatigue oligocyclique et pour toutes les amplitudes de déformation, aucun durcissement n'est observé. De même, aucun durcissement n'est observé lors de l'essai d'écrouissage cyclique. La microstructure du matériau F17TNb semble ainsi se restaurer totalement à cette température.

Le comportement du matériau austénitique est également fonction de la vitesse de sollicitation (vitesse de déformation variant de $4.10^{-4}s^{-1}$ pour 0,2% à 0,05Hz jusqu'à $2.10^{-2}s^{-1}$ pour 0,5% à 1Hz). La limite d'élasticité est plus élevée lorsque la vitesse de déformation est croissante et, contrairement au matériau ferritique, l'écrouissage est également fonction de celui-ci. D'autre part, le matériau R20-12 durcit lors des premiers cycles de fatigue, quelles que soient les conditions d'essai, puis se stabilise au bout de dix cycles environ (fig 5.21).

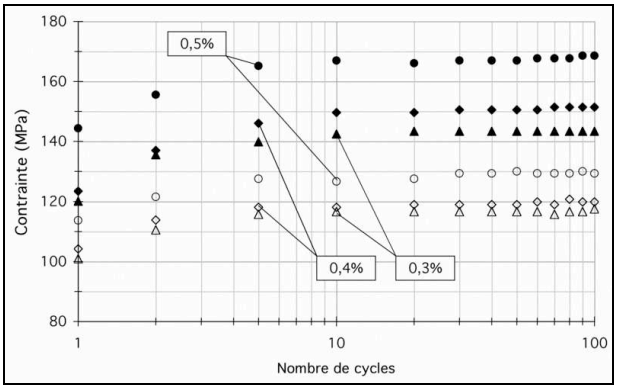


figure 5.21 : C` ntraintes maximales des essais de fatigue `lig` cyclique, R20-12 à 850°C
- symboles pleins : essais à 1Hz, symboles évidés : essais à 0,05Hz -

1.3. Comportement en régime non isotherme

Pour les deux matériaux étudiés, des essais non isothermes sont effectués suivant les sollicitations thermomécaniques *en phase* et *hors phase* pour les amplitudes de déformation 0,2 et 0,4% dans l'intervalle 250-850°C (fig 5.22 et 5.23). Les boucles expérimentales obtenues servent de validation non isotherme des lois de comportement identifiées en régime isotherme.

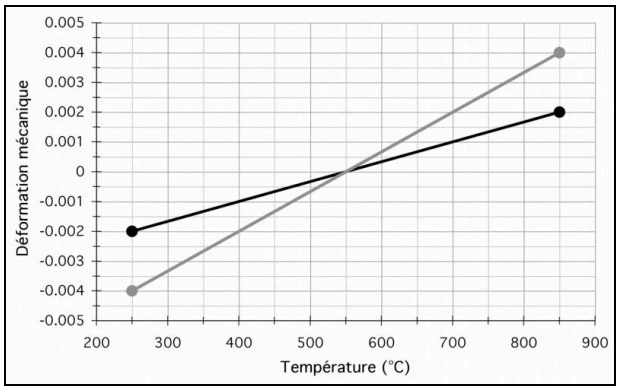


figure 5.22 : Cycles therm` mécaniques en phase 250-850°C

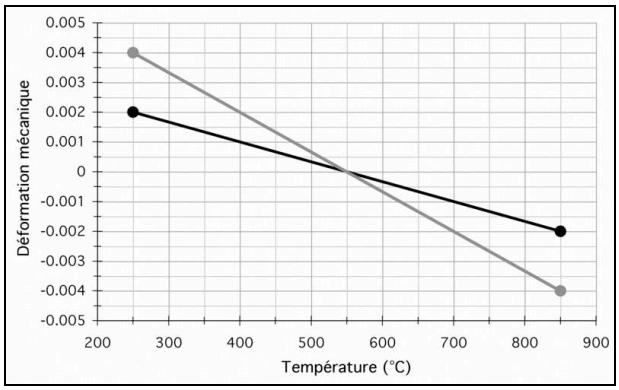


figure 5.23 : Cycles therm` mécaniques h` rs phase 250-850°C

Afin de limiter un gradient de température en zone utile, les éprouvettes d'essai sont tubulaires à faible épaisseur de paroi (1mm) et la variation de température est volontairement fixée à $5°C.s^{-1}$. La durée de chaque cycle 250-850-250°C est alors de quatre minutes, ce qui conduit à des vitesses de déformation de $3,33.10^{-5}s^{-1}$ pour les essais à 0,2% de déformation et $6,67.10^{-5}s^{-1}$ pour les essais à 0,4%. Tous les essais débutent à 550°C.

Les boucles de comportement enregistrées pour les sollicitations thermomécaniques *en phase* à 0,2 et 0,4% suivant une représentation *contrainte-déformation* des premiers et vingtièmes cycles sont présentées à la figure 5.24 pour le matériau F17TNb et à la figure 5.25 pour l'acier R20-12. Les boucles correspondant aux vingtièmes cycles sont également tracées suivant une représentation *contrainte-température* à la figure 5.26 et 5.27 respectivement pour les matériaux F17TNb et R20-12.

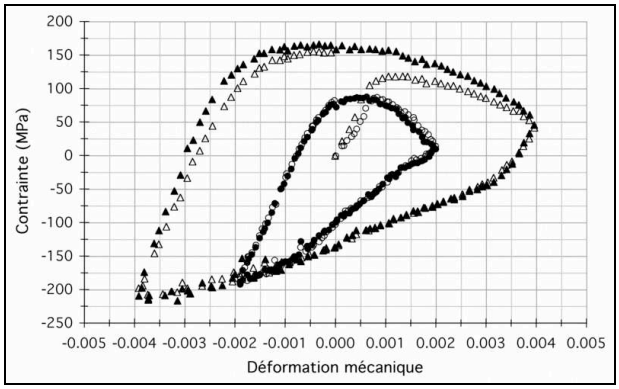


figure 5.24 : B` ucles c` ntrainte-déf` rmati` n, F17TNb s` llicité en phase 250-850°C
- cycles 1, symboles évidés / cycles 20, symboles pleins -

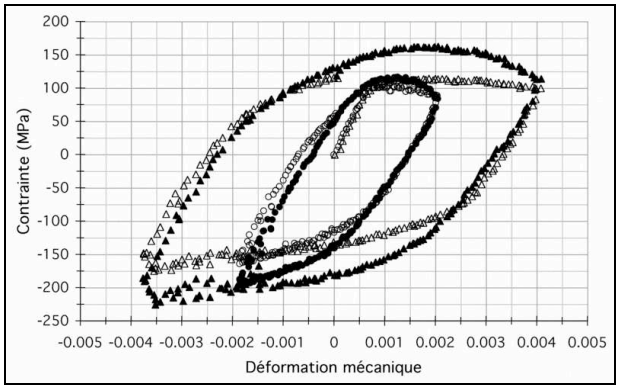


figure 5.25 : B` ucles c` ntrainte-déf` rmati` n, R20-12 s` llicité en phase 250-850°C
- cycles 1, symboles évidés / cycles 20, symboles pleins -

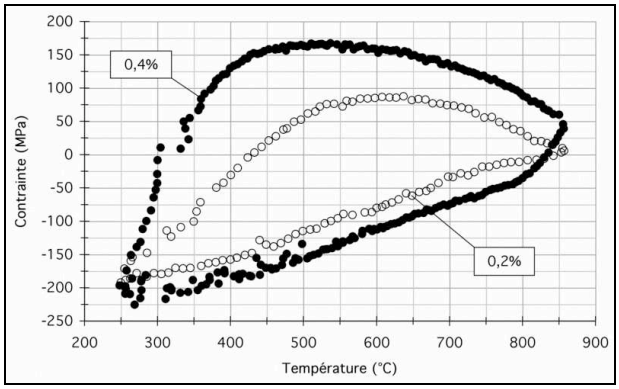


figure 5.26 : B` ucles c` ntrainte-température, F17TNb s` llicité en phase 250-850°C, cycles 20

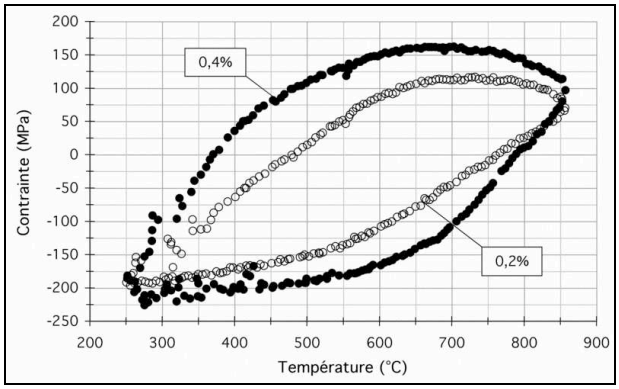


figure 5.27 : B` ucles c` ntrainte-température, R20-12 s` llicité en phase 250-850°C, cycles 20

Pour le matériau F17TNb sollicité *en phase*, les essais débutent par une phase de traction qui est maximale vers 600-650°C. Au-delà, le niveau de contrainte diminue régulièrement jusqu'à la déformation maximale à 850°C. A cette température, la contrainte est quasi nulle (0,2%) ou très faible (50MPa à 0,4%) compte tenu de la forte composante visqueuse de la déformation et des faibles propriétés mécaniques.

La transition 850-250°C débutent par une phase élastique durant laquelle l'éprouvette passe d'un état de traction quasi relaxée à un état de compression. Suite à un petit plateau de déformation visqueuse, la contrainte de compression augmente linéairement avec la déformation (et la température) pour être maximale à la température basse du cycle thermomécanique.

Lors de la montée en température depuis 250°C, l'éprouvette passe d'un état de compression à un état de tension à nouveau de manière élastique. La limite d'élasticité est plus élevée au voisinage de 250°C qu'au voisinage de 850°C et entraîne une amplitude de contrainte élastique naturellement plus importante à basse température. La phase de tension se poursuit alors jusqu'à une contrainte maximale à 600°C pour l'essai à 0,2% ou 550°C pour l'essai à 0,4% avant de chuter à nouveau jusqu'à la température haute du cycle thermomécanique.

Le matériau R20-12 sollicité selon les mêmes conditions suit globalement la même description que celle de l'acier F17TNb. Un comportement similaire est par ailleurs obtenu avec un acier inoxydable austénitique 253MA (21Cr-11Ni) sollicité *en phase* suivant 250-750°C [2]. Cependant, les propriétés mécaniques du matériau R20-12 sont plus élevées que celles de l'acier F17TNb aux hautes températures et conduisent à une chute de la contrainte moins importante ainsi qu'à une étendue du domaine élastique plus grande lors de la transition *tension-compression*.

Les boucles de comportement enregistrées pour les sollicitations thermomécaniques *hors phase* à 0,2 et 0,4% suivant une représentation *contrainte-déformation* des premiers et vingtièmes cycles sont présentées à la figure 5.28 pour le matériau F17TNb et à la figure 5.29 pour l'acier R20-12. Les boucles correspondant aux vingtièmes cycles sont également tracées suivant une représentation *contrainte-température* à la figure 5.30 et 5.31 respectivement pour les matériaux F17TNb et R20-12.

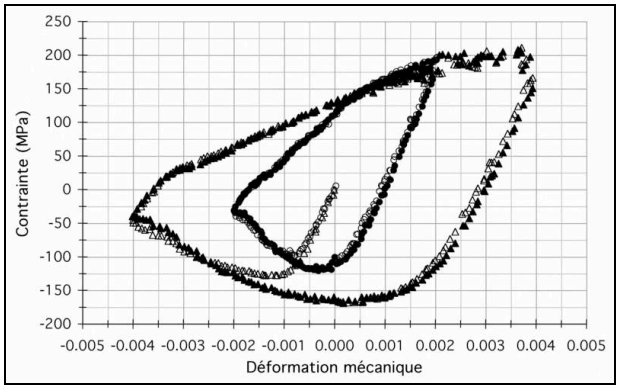


figure 5.28 : B` ucles c` ntrainte-déf` rmati` n, F17TNb s` llicité h` rs phase 250-850°C
- cycles 1, symboles évidés / cycles 20, symboles pleins -

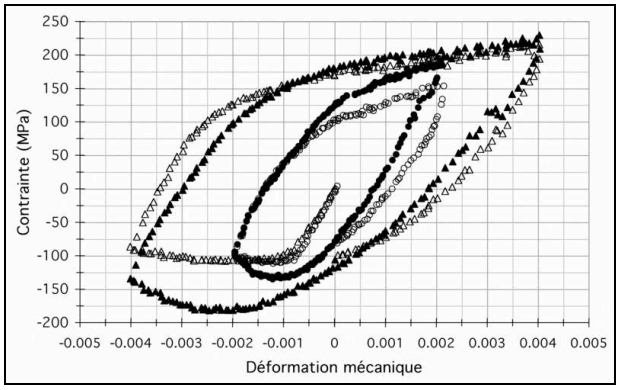


figure 5.29 : B` ucles c` ntrainte-déf` rmati` n, R20-12 s` llicité h` rs phase 250-850°C
- cycles 1, symboles évidés / cycles 20, symboles pleins -

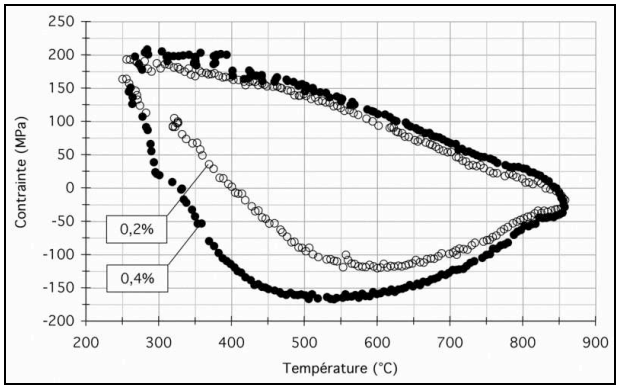


figure 5.30 : B` ucles c` ntrainte-température, F17TNb s` llicité h` rs phase 250-850°C, cycles 20

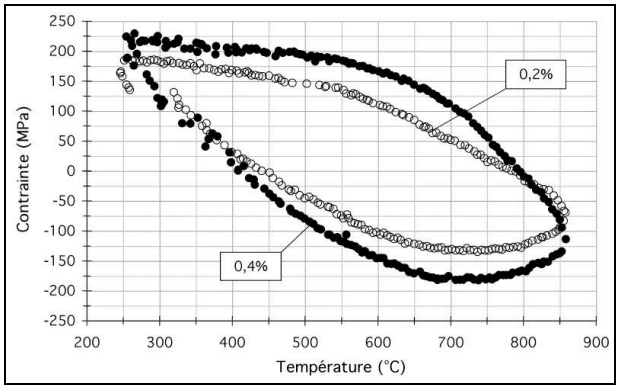


figure 5.31 : B` ucles c` ntrainte-température, R20-12 s` llicité h` rs phase 250-850°C, cycles 20

Les comportements des matériaux F17TNb et R20-12 sollicités suivant un régime *hors phase* sont parfaitement symétriques aux comportements de ces matériaux sollicités suivant un régime thermomécanique *en phase*. Les remarques précédentes sont ainsi transposables.

Le matériau F17TNb a un comportement stable dès le premier cycle thermomécanique, les boucles *contrainte-déformation* se superposent parfaitement et aucun durcissement n'est observé (fig 5.32). Si les essais isothermes effectués à 300 et 650°C montrent un durcissement, la restauration se produisant aux températures supérieures entraîne l'annihilation de nombreuses dislocations. Ainsi, après chaque passage à haute température, l'acier inoxydable F17TNb évolue dans un état parfaitement restauré.

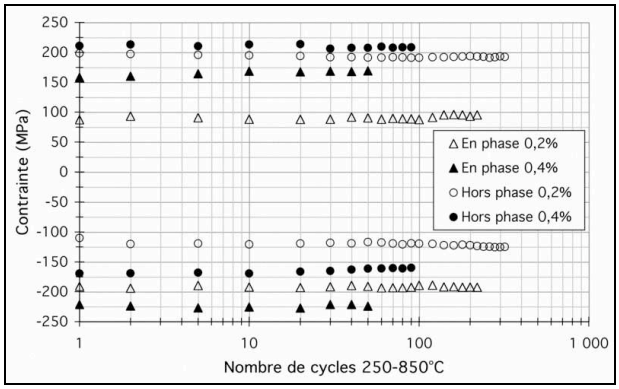


figure 5.32 : C` ntraintes minimales et maximales s` us s` llicitati` ns n` n is` thermes en phase et h` rs phase 250-850°C, F17TNb

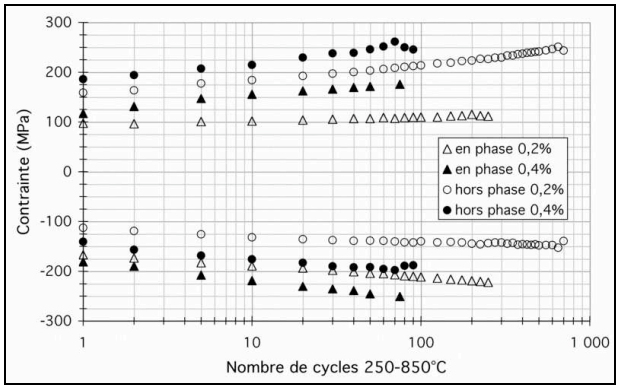


figure 5.33 : C` ntraintes minimales et maximales s` us s` llicitati` ns n` n is` thermes en phase et h` rs phase 250-850°C, R20-12

A l'opposé, le comportement du matériau R20-12 ne se stabilise pas. A chaque cycle, les niveaux minimal et maximal des contraintes sont croissants, quelle que soit la sollicitation thermomécanique (fig 5.33). Pour ce matériau, la restauration observée lors des essais isothermes n'est que partielle.

2. Modélisation du comportement

2.1. Lois de comportement et identification

Pour chaque matériau, une identification des paramètres d'un modèle de comportement est effectuée à chaque température à partir de tous les essais expérimentaux isothermes réalisés. Compte tenu des hautes températures imposées lors de l'essai de fatigue thermique et du comportement particulièrement visqueux des matériaux étudiés, un modèle élasto-viscoplastique est choisi. Les essais mécaniques non isothermes permettent de valider les lois de comportement.

2.1.1. L` i de c` mp` rtement élast` -visc` plastique

En élasto-viscoplasticité, l'élasticité et la plasticité sont des phénomènes identiques à ceux observés en plasticité pure. Les modèles sont donc de même nature et seule une fonction viscosité est additionnée. Elle s'exprime souvent par la loi puissance de Norton (1929) où la vitesse de fluage stationnaire est fonction de la contrainte et de deux paramètres K^* et n^* dépendants de la température :

$$\dot{\varepsilon}_{stat} = \left(\frac{\sigma}{K^*}\right)^{n^*}$$

Le modèle retenu est un modèle élasto-viscoplatique de type *Chaboche* [3]. Ce modèle appartient à la classe des modèles unifiés à variables internes. Il est particulièrement adapté à la description des comportements cycliques.

L'hypothèse de la partition de la déformation totale s'exprime par :

$$\overline{\overline{\varepsilon}} = \overline{\overline{\varepsilon}}_{él} + \overline{\overline{\varepsilon}}_{th} + \overline{\overline{\varepsilon}}_{vp}$$

avec $\overline{\overline{\varepsilon}}$, $\overline{\overline{\varepsilon}}_{él}$, $\overline{\overline{\varepsilon}}_{th}$ et $\overline{\overline{\varepsilon}}_{vp}$ les tenseurs de déformation totale, élastique, thermique et viscoplastique.

La déformation élastique est classiquement exprimée par la loi de Hooke et est fonction du tenseur des contraintes $\overline{\overline{\sigma}}$ et de deux paramètres caractéristiques au matériau, le module d'élasticité E (module de Young) et le coefficient de Poisson ν :

$$\overline{\overline{\varepsilon}}_{\text{él}} = \frac{1+\upsilon}{E}\,\overline{\overline{\sigma}} - \frac{\upsilon}{E}\,\text{trace}\left(\overline{\overline{\sigma}}\right).\,\overline{\overline{\text{Id}}}$$

La déformation thermique est fonction du coefficient de dilatation thermique α du matériau et de la variation de température ΔT :

$$\overline{\overline{\varepsilon}}_{\text{th}} = \alpha\ \Delta T.\,\overline{\overline{\text{Id}}}$$

Les valeurs des coefficients E, ν et α sont dépendantes de la température.

Le domaine élastique est défini par la fonction seuil f. Cette fonction dépend du rayon viscoplastique R, du tenseur des contraintes $\overline{\overline{\sigma}}$ et de l'écrouissage cinématique $\overline{\overline{X}}$:

$$f = J_2\left(\overline{\overline{\sigma}} - \overline{\overline{X}}\right) - R$$

$$\text{avec } J_2\left(\overline{\overline{\sigma}} - \overline{\overline{X}}\right) = \left\{\frac{3}{2}\left(\text{dev}(\overline{\overline{\sigma}}) - \text{dev}(\overline{\overline{X}})\right):\left(\text{dev}(\overline{\overline{\sigma}}) - \text{dev}(\overline{\overline{X}})\right)\right\}^{1/2}$$

Lorsque cette fonction seuil est négative, le domaine de contrainte est élastique.

La force motrice de l'évolution de la taille du domaine élastique est la déformation viscoplastique. Plus spécifiquement, c'est la vitesse de déformation viscoplastique cumulée dp/dt qui est la variable décrivant le comportement plastique cyclique.

La vitesse de déformation viscoplastique s'exprime par :

$$\overline{\overline{\dot{\varepsilon}}}_{vp} = \frac{3}{2}\ \dot{p}\ \frac{dev(\overline{\overline{\sigma}}) - dev(\overline{\overline{X}})}{J_2(\overline{\overline{\sigma}} - \overline{\overline{X}})} \quad \text{avec} \quad \dot{p} = \left\langle \frac{J_2(\overline{\overline{\sigma}} - \overline{\overline{X}}) - R}{K} \right\rangle^n$$

avec $\langle w \rangle = w.H(w)$ où $H(w)$ la fonction de Heaviside, $H(w)=0$ si $w<0$ et $H(w)=1$ si $w \geq 0$.

L'évolution du domaine d'élasticité est gouvernée par l'évolution d'une variable scalaire R qui définit le rayon du domaine (écrouissage isotrope) et d'une variable tensorielle $\overline{\overline{X}}$ qui définit son centre (écrouissage cinématique). Les évolutions de ces deux écrouissages sont non linéaires et s'expriment par :

$$\dot{R} = b.\left(Q - R\right).\dot{p} \quad \text{soit} \quad R = R_0 + Q.\left(1 - \exp(-bp)\right)$$

$$\overline{\overline{X}} = \frac{2}{3}.C.\overline{\overline{\alpha}} \quad \text{avec} \quad \overline{\overline{\dot{\alpha}}} = \overline{\overline{\dot{\varepsilon}}}_{vp} - D.\overline{\overline{\alpha}}.\dot{p}$$

R_0 est la contrainte d'Orowan et correspond à la taille initiale du domaine élastique. La différence R-R_0 est la variation de celle-ci induite par déformation viscoplastique. Dans le cas d'un coefficient Q positif, il y a durcissement cyclique. Ce durcissement est d'autant plus rapide que la valeur de b est grande. Dans le cas où Q est négatif, il y a adoucissement cyclique. Aux grandes valeurs de p, la valeur asymptotique de R est la somme R_0+Q, la limite d'écrouissage isotrope.

L'écrouissage cinématique $\overline{\overline{X}}$ évolue rapidement au cours des cycles pour représenter l'effet Bauschinger. Son expression peut être linéaire ($D=0$, loi de Prager) ou non linéaire (Armstrong-Frederick) où le paramètre D règle la vitesse de saturation de l'écrouissage. Avant déformation plastique, la valeur initiale de $\overline{\overline{X}}$ est le tenseur nul.

A haute température, un processus de restauration peut avoir lieu. Il se caractérise par une restauration partielle de l'écrouissage par annihilation des dislocations. La diminution des contraintes internes peut être exprimée en ajoutant un potentiel de restauration au potentiel viscoplatique. L'application de ce type de terme s'effectue usuellement sur le terme d'écrouissage cinématique :

$$\dot{\overline{\overline{\alpha}}} = \dot{\overline{\overline{\varepsilon}}}_{vp} - \frac{3}{2}\frac{D}{C}.\overline{\overline{X}}.\dot{p} - \frac{3}{2}\frac{\overline{\overline{X}}}{J_2(\overline{\overline{X}})}\left(\frac{J_2(\overline{\overline{X}})}{M}\right)^m$$

Au final, le modèle élasto-viscoplastique de type *Chaboche* demande neuf paramètres à identifier : deux pour l'élasticité (***E*** et ***ν***), deux pour la loi de Norton (***K*** et ***n***), trois pour l'écrouissage isotrope (***R₀***, ***Q*** et ***b***) et deux pour l'écrouissage cinématique non linéaire (***C*** et ***D***). Dans le cas de la prise en compte des effets de la restauration, deux paramètres supplémentaires sont à identifier, les paramètres ***M*** et ***m***.

2.1.2. Pr` cédure d'identificati` n - Optimisati` n

• Logiciel d'optimisation

L'identification des paramètres de la loi de comportement élasto-viscoplastique est réalisée à l'aide de l'optimiseur Z-Optim du logiciel ZéBuLoN suivant l'algorithme de Levenberg-Marquardt. La méthode d'identification fait appel à l'optimisation d'une fonctionnelle objective qui évalue, pour un jeu de paramètres donné, l'adéquation entre la simulation du modèle et les observations expérimentales. L'erreur exprimée est en contrainte.

L'étape préliminaire consiste à imposer un premier jeu de paramètres qui permet de rapprocher, même de façon qualitative, la simulation aux résultats expérimentaux. Ce premier jeu de paramètres sert à initialiser la procédure d'optimisation. Ensuite, l'algorithme applique de petites variations à chacun des paramètres et évalue d'adéquation *simulation-expérience*. En fonction de celle-ci, de nouvelles valeurs des paramètres sont simulées. L'itération se termine lorsque le résidu est minimum ou lorsque plus de 200 pas ont été effectués.

Pour chaque paramètre, un intervalle de valeurs réalistes est imposé. Cependant, l'algorithme d'optimisation n'évite pas les problèmes des minima locaux. Cette méthode n'est pas une panacée et il convient de réorienter manuellement la procédure d'optimisation en fixant un ou plusieurs paramètres.

• Procédure

Pour chaque matériau et à chaque température, la procédure d'identification est identique. Dans un premier temps, seules les relaxations de contrainte des essais d'écrouissage cyclique avec temps de maintien sont considérées. Cela permet d'identifier les paramètres K et n (ainsi que M et m pour le matériau austénitique R20-12).

Ensuite, en ne considérant que le durcissement à chaque amplitude de déformation des essais d'écrouissage cyclique avec et sans temps de maintien, l'identification des coefficients R_0, Q et b est réalisée. Il ne reste plus qu'à déterminer les coefficients C et D pour simultanément chaque transitoire des boucles d'écrouissage cyclique, les autres coefficients étant fixés.

Le jeu de coefficients est alors essayé à l'ensemble des enregistrements expérimentaux disponible à la température considérée. Un petit intervalle autour des valeurs identifiées est proposé à chaque coefficient afin d'obtenir un jeu présentant la meilleure description de tous les essais réalisés.

Le jeu de coefficients identifiés doit, en plus de simuler le plus correctement possible les comportements expérimentaux, correspondre à une réalité physique. Concrètement, en dépit d'une bonne adéquation *simulation-expérience*, un jeu de paramètres ne peut être validé si, par exemple, il correspond à une viscosité très élevée (K petit, n grand) alors que l'expérience montre le contraire, à un rayon viscoplastique R_0 nul à basse température, etc.

2.2. Identification - essais isothermes

Pour des raisons de confidentialité, les jeux de paramètres identifiés pour les matériaux F17TNb et R20-12 ne sont intégralement présentés dans ce manuscrit. Seuls quelques coefficients sont explicités, les autres sont symbolisés par √.

2.2.1. Identificati` n du c` mp` rtement du matériau F17TNb à 300°C

Tous les essais réalisés à 300°C servent de référence à l'identification du comportement isotherme du matériau F17TNb.

En écrouissage cyclique avec temps de maintien en tension, tous les transitoires sont utilisés pour l'identification des paramètres de la loi de comportement, depuis le premier cycle jusqu'au 40è cycle. Seules les relaxations des contraintes avant incrémentation de la déformation à une amplitude supérieure sont utilisées.

En écrouissage cyclique, dix cycles sont réalisés à chaque amplitude de déformation et seuls les derniers cycles avant incrémentation de l'amplitude de déformation sont sélectionnés pour l'identification. Enfin, l'intégralité de l'essai de déformation progressive cyclique, de l'origine à 1,8% de déformation, est également utilisée pour la procédure d'optimisation.

Quelques paramètres identifiés sont présentés au tableau 5.2.

E (MPa)	*K (MPa.s^{-1})*	*n*	*R_0 (MPa)*	*Q (MPa)*	*b*	*C (MPa)*	*D (MPa)*
166 500	√	12,0	96,0	√	5,0	√	√

tableau 5.2 : Paramètres de la l` i de c` mp` rtement p` ur F17TNb à 300°C

Les comparaisons *simulation-expérience* sont présentées aux figures 5.34 à 5.37 pour l'essai d'écrouissage cyclique avec maintien en tension, à la figure 5.38 pour l'essai d'écrouissage cyclique et à la figure 5.39 pour l'essai de déformation progressive cyclique. Une très bonne adéquation est obtenue entre les essais mécaniques et les simulations.

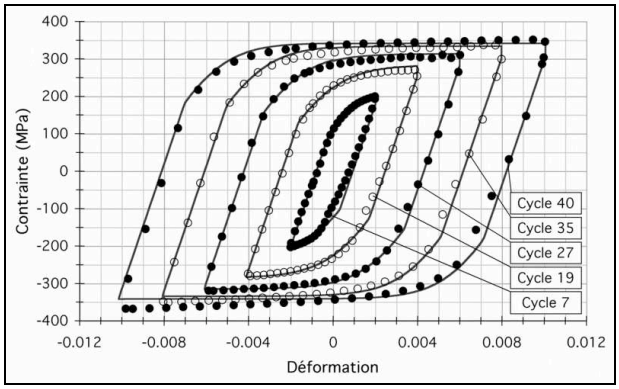


figure 5.34 : Simulati` n des b` ucles de c` mp` rtement en écr` uissage cyclique avec maintien à 300°C, F17TNb

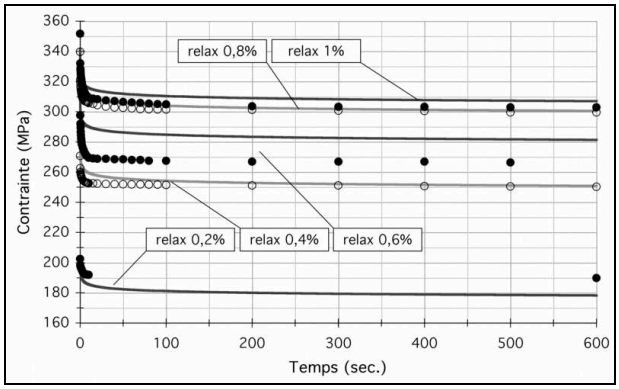


figure 5.35 : Simulati` n de la relaxati` n l` rs des maintiens en tensi` n, écr` uissage cyclique avec maintien à 300°C, F17TNb

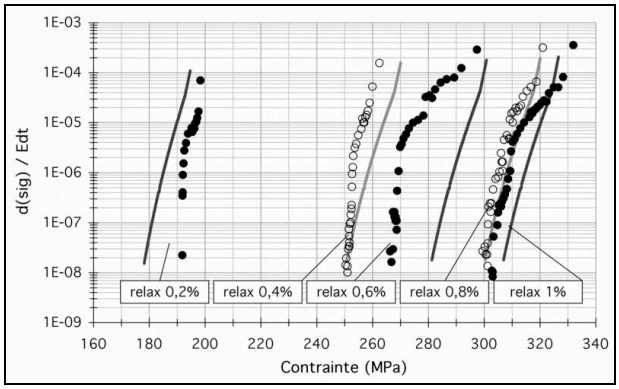


figure 5.36 : Simulati` n de la vitesse de relaxati` n l` rs des maintiens en tensi` n, écr` uissage cyclique avec maintien à 300°C, F17TNb

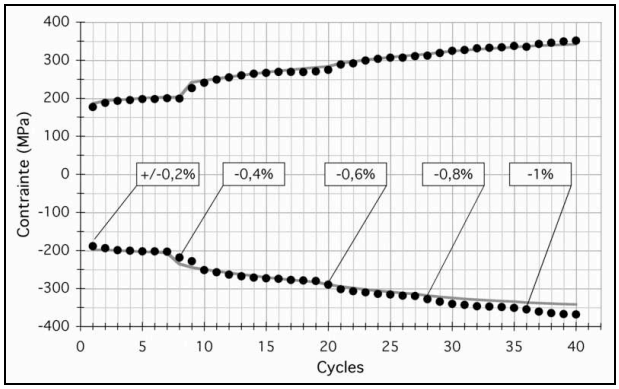


figure 5.37 : Simulati` n des c` ntraintes minimales et maximales, écr` uissage cyclique avec maintien à 300°C, F17TNb

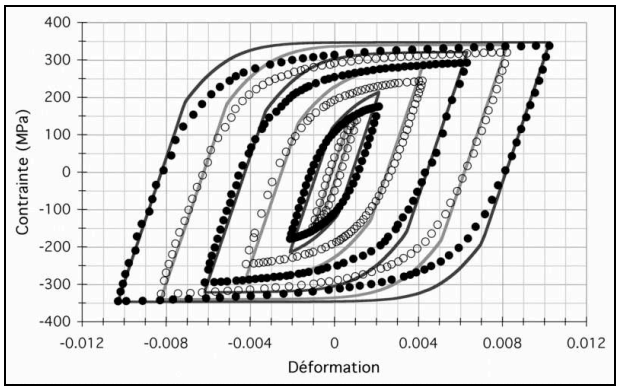


figure 5.38 : Simulati` n des b` ucles de c` mp` rtement stabilisé, F17TNb, écr` uissage cyclique à 300°C

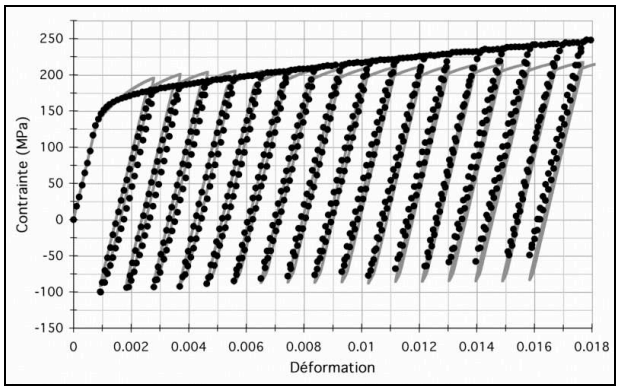


figure 5.39 : Simulati` n du c` mp` rtement en déf` rmati` n pr` gressive cyclique, F17TNb à 300°C

2.2.2. Identificati` n du c` mp` rtement du matériau F17TNb à 650°C

Seul un essai d'écrouissage cyclique avec temps de maintien en tension et en compression est réalisé à 650°C. A chaque amplitude de déformation, dix cycles sont réalisés. Ne disposant que des derniers cycles avant incrémentation de la déformation, seuls les transitoires des cycles 10, 20 et 30 et les relaxations associées sont utilisés pour la procédure d'optimisation.

Quelques paramètres identifiés sont présentés au tableau 5.3.

E (MPa)	*K (MPa.s^{-1})*	*n*	*R_0 (MPa)*	*Q (MPa)*	*b*	*C (MPa)*	*D (MPa)*
148 500	√	5,1	70,0	√	√	√	√

tableau 5.3 : Paramètres de la l` i de c` mp` rtement p` ur F17TNb à 650°C

Les comparaisons *simulation-expérience* des paramètres retenus pour l'essai d'écrouissage cyclique avec maintien sont présentées aux figures 5.40 à 5.42. Une très bonne adéquation entre l'essai mécanique et la simulation est à nouveau obtenue. Cependant, si les vitesses de relaxation des contraintes sont correctement simulées, un décalage des niveaux de contrainte de plus ou moins 10MPa en début de relaxation subsiste aux amplitudes de 0,2 et 0,4%.

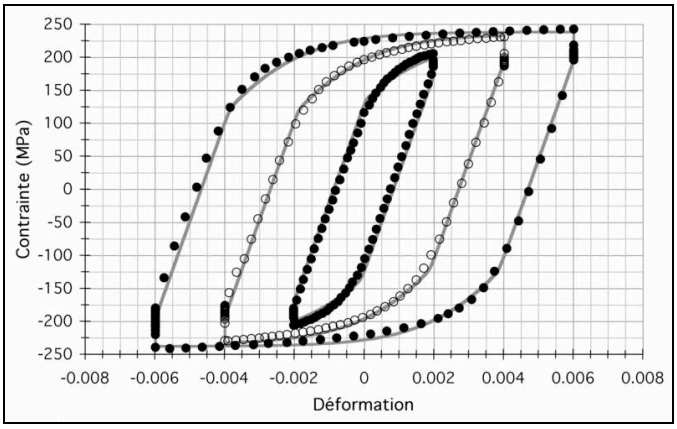


figure 5.40 : Simulati` n des b` ucles de c` mp` rtement en écr` uissage cyclique avec maintien en tensi` n et en c` mpressi` n, F17TNb à 650°C

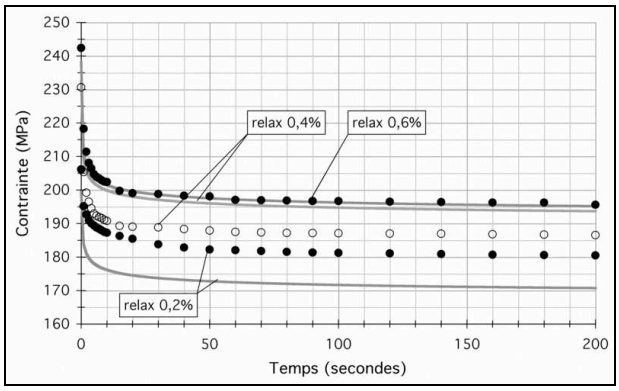


figure 5.41 : Simulati` n de la relaxati` n l` rs des maintiens en tensi` n, F17TNb, écr` uissage cyclique avec maintien à 650°C

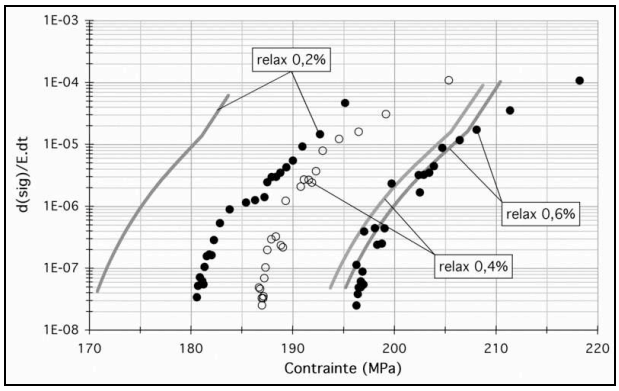


figure 5.42 : Simulati` n de la vitesse de relaxati` n l` rs des maintiens en tensi` n, écr` uissage cyclique avec maintien, F17TNb à 650°C

2.2.3. Identificati` n du c` mp` rtement du matériau F17TNb à 850°C

Mis à part les essais de fluage, tous les essais réalisés à 850°C servent de références à l'identification du comportement isotherme du matériau F17TNb. Comme aucun durcissement n'est observé expérimentalement pour chaque essai cyclique, une seule boucle de comportement est utilisée à chaque amplitude de déformation pour l'identification des paramètres du modèle, le paramètre *Q* étant fixé à une valeur nulle. D'autre part, l'intégralité de l'essai de déformation progressive, de l'origine à 1,8% de déformation, est également utilisée.

Quelques paramètres identifiés sont présentés au tableau 5.4.

E (MPa)	*K (MPa.s^{-1})*	*n*	*R_0 (MPa)*	*Q (MPa)*	*b*	*C (MPa)*	*D (MPa)*
102 000	√	4,0	3,5	0	√	1 010	√

tableau 5.4 : Paramètres de la l` i de c` mp` rtement p` ur F17TNb à 850°C

Les comparaisons *simulation-expérience* sont présentées aux figures 5.43 à 5.45 pour l'essai d'écrouissage cyclique avec maintien en tension, à la figure 5.41 pour l'essai d'écrouissage cyclique, à la figure 5.47 pour les essais de fatigue oligocyclique et à la figure 5.48 pour l'essai de déformation progressive cyclique.

Les essais mécaniques et les simulations sont en très bon accord.

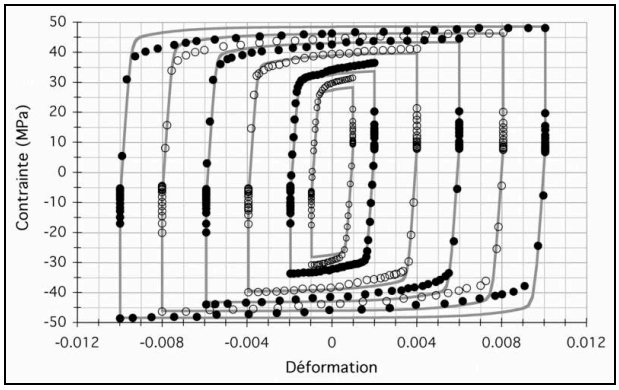


figure 5.43 : Simulati` n des b` ucles de c` mp` rtement en écr` uissage cyclique avec maintien en tensi` n et en c` mpressi` n, F17TNb à 850°C

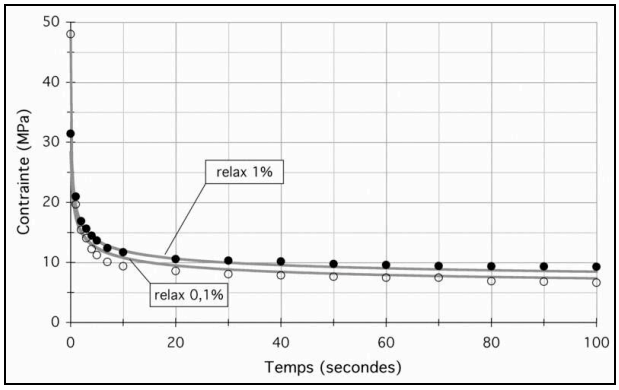


figure 5.44 : Simulati` n de la relaxati` n l` rs des maintiens en tensi` n, F17TNb, écr` uissage cyclique avec maintien à 850°C

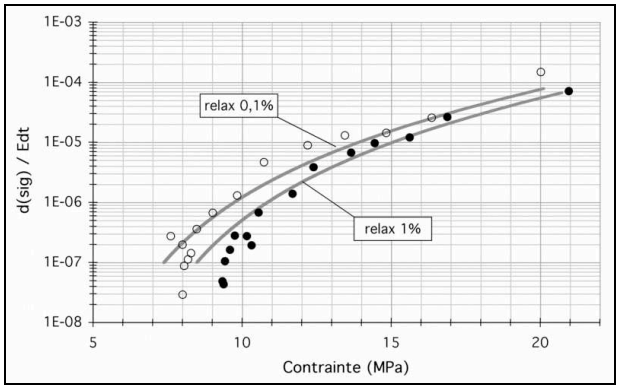


figure 5.45 : Simulati` n de la vitesse de relaxati` n l` rs des maintiens en tensi` n, écr` uissage cyclique avec maintien, F17TNb à 850°C

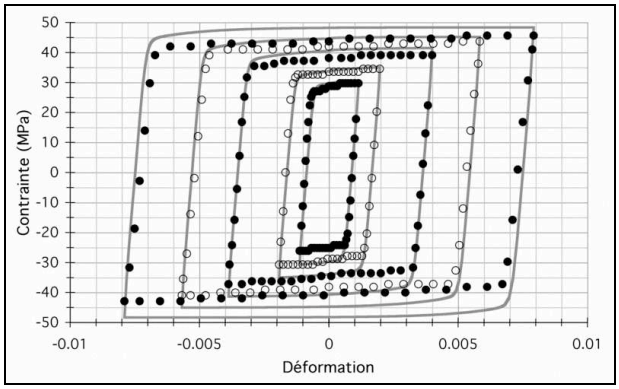


figure 5.46 : Simulati` n des b` ucles de c` mp` rtement en écr` uissage cyclique, F17TNb à 850°C, f=0,125Hz

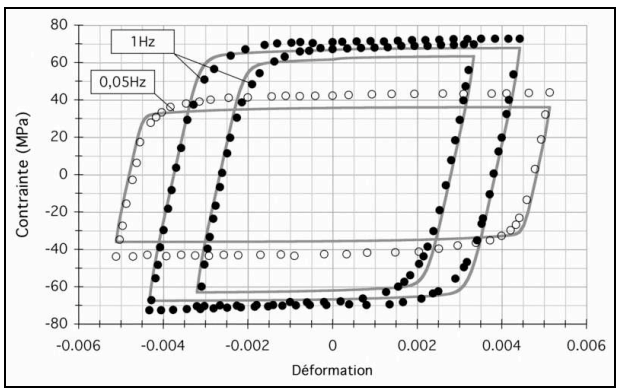


figure 5.47 : Simulati` n des b` ucles de c` mp` rtement en fatigue `lig` cyclique, F17TNb à 850°C

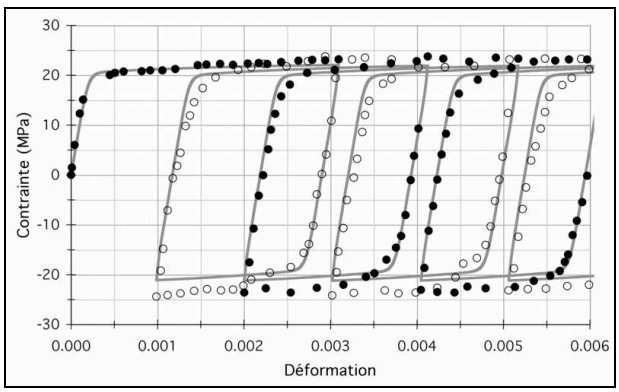


figure 5.48 : Simulati` n du c` mp` rtement en déf` rmati` n pr` gressive cyclique, F17TNb à 850°C

2.2.4. Identificati` n du c` mp` rtement du matériau R20-12 à 300°C

Tous les essais réalisés à 300°C servent de référence à l'identification du comportement isotherme du matériau R20-12.

Seuls les derniers cycles (cycles 10, 20, 30, 40 et 50) avant incrémentation de l'amplitude de la déformation en écrouissage cyclique sont utilisés pour la procédure d'optimisation alors que l'intégralité de l'essai de déformation progressive cyclique et tous les transitoires de l'essai d'écrouissage cyclique avec maintien en tension sont sélectionnés. Rappelons que durant ce dernier essai, aucune relaxation n'est enregistrée ce qui implique peu de viscosité (coefficient *K* faible et une valeur de *n* élevée).

Quelques paramètres identifiés sont présentés au tableau 5.5.

E (MPa)	*K (MPa.s^{-1})*	*n*	*R_0 (MPa)*	*Q (MPa)*	*b*	*C (MPa)*	*D (MPa)*	*M*	*m*
164 500	5,1	15,0	109,0	√	√	√	√	√	√

tableau 5.5 : Paramètres de la l` i de c` mp` rtement p` ur R20-12 à 300°C

Les comparaisons *simulation-expérience* sont présentées à la figure 5.49 pour l'essai d'écrouissage cyclique avec maintien en tension, à la figure 5.50 pour l'essai d'écrouissage cyclique et à la figure 5.51 pour l'essai de déformation progressive cyclique.

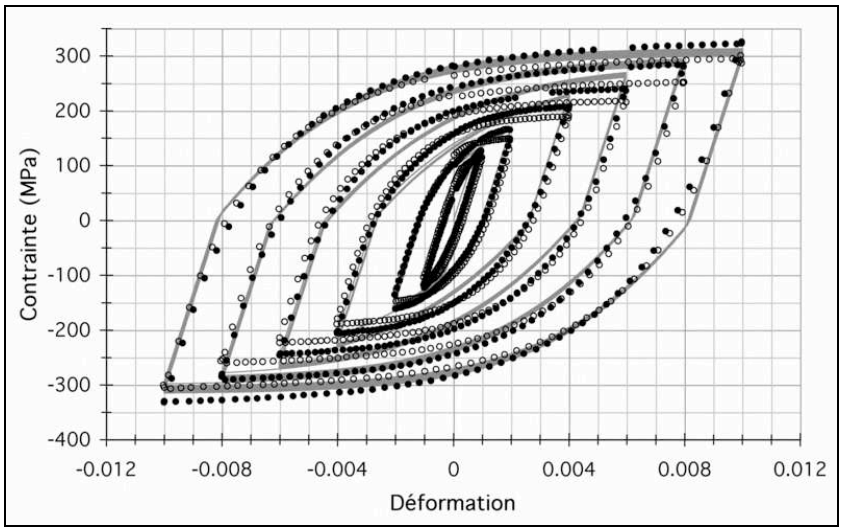


figure 5.49 : Simulati` n des b` ucles de c` mp` rtement en écr` uissage cyclique avec maintien en tensi` n et en c` mpressi` n, R20-12 à 300°C
- symboles évidés/pleins : premier/dernier cycle à l'amplitude considérée -

L'essai d'écrouissage cyclique est correctement simulé. Cependant, le modèle adopté n'est pas capable de reproduire le durcissement cyclique apparaissant à toutes les amplitudes de déformation de l'essai d'écrouissage cyclique avec maintien ni de suivre l'écrouissage de l'essai de déformation progressive cyclique.

Un compromis est donc choisi : reproduire au mieux l'écrouissage en déformation progressive cyclique lors des phases de déchargement (-0,2%) et le durcissement en écrouissage cyclique avec temps de maintien pour la plus forte amplitude de déformation (1%).

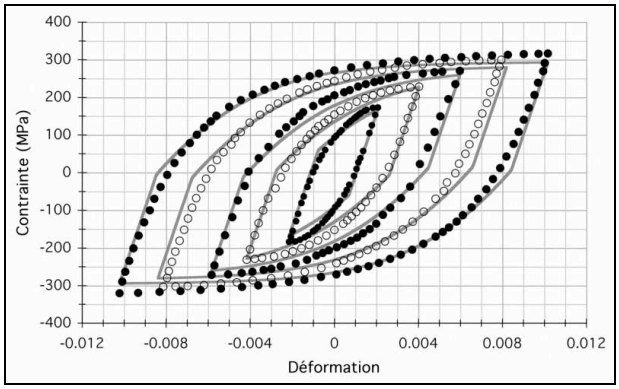


figure 5.50 : Simulati` n des b` ucles de c` mp` rtement en écr` uissage cyclique, R20-12 à 300°C, f=0,125Hz

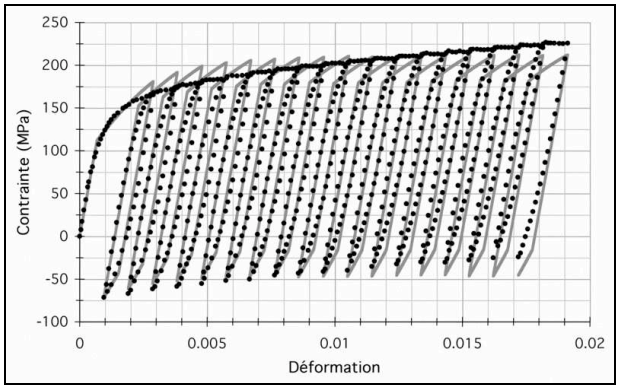


figure 5.51 : Simulati` n du c` mp` rtement en déf` rmati` n pr` gressive cyclique, R20-12 à 300°C

2.2.5. Identificati` n du c` mp` rtement du matériau R20-12 à 650°C

Seul un essai d'écrouissage cyclique avec temps de maintien en tension et en compression est réalisé à 650°C. Ne disposant que des derniers cycles avant incrémentation de la déformation, seuls les transitoires des cycles 10, 20, 30, 40 et 50 et les relaxations associées sont utilisés pour la procédure d'identification.

Il n'est pas possible de décrire à la fois l'écrouissage des boucles *contrainte-déformation* et la relaxation des contraintes avec une loi à sept paramètres viscoplastiques, c'est-à-dire la loi sans les effets de restauration. Ce n'est qu'avec l'addition des effets de la restauration (deux paramètres supplémentaires, *M* et *m*) qu'une bonne adéquation *simulation-expérience* est obtenue.

Quelques paramètres identifiés sont présentés au tableau 5.6.

E (MPa)	*K (MPa.s^{-1})*	*n*	*R_0 (MPa)*	*Q (MPa)*	*b*	*C (MPa)*	*D (MPa)*	*M*	*m*
146 500	√	11,5	77,5	√	1,06	√	√	2 400	3,02

tableau 5.6 : Paramètres de la l` i de c` mp` rtement p` ur R20-12 à 650°C

Les comparaisons *simulation-expérience* des paramètres retenus pour l'essai d'écrouissage cyclique avec maintien sont présentées aux figures 5.52 à 5.54. Les changements de pente des vitesses de déformation en relaxation aux différentes amplitudes sont parfaitement bien modélisés.

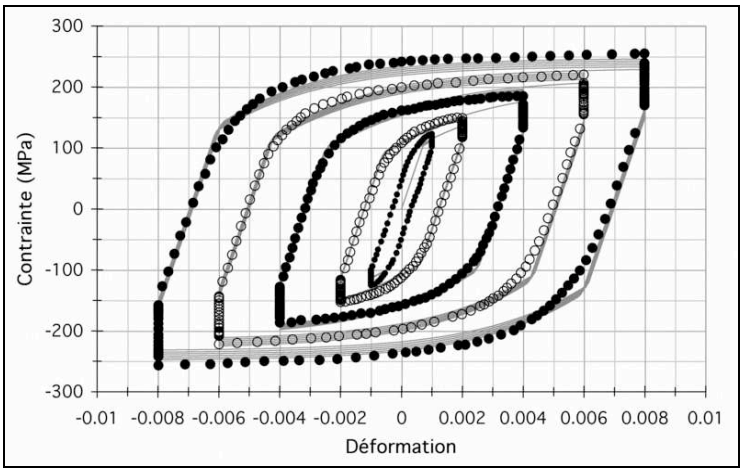


figure 5.52 : Simulati` n des b` ucles de c` mp` rtement en écr` uissage cyclique avec maintien en tensi` n et en c` mpressi` n, R20-12 à 650°C

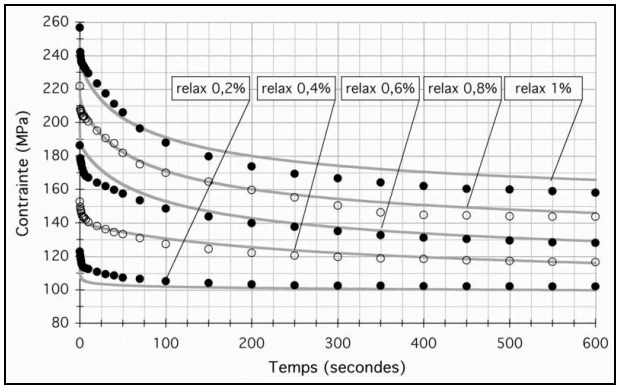


figure 5.53 : Simulati` n de la relaxati` n l` rs des maintiens en tensi` n, R20-12, écr` uissage cyclique avec maintien à 650°C

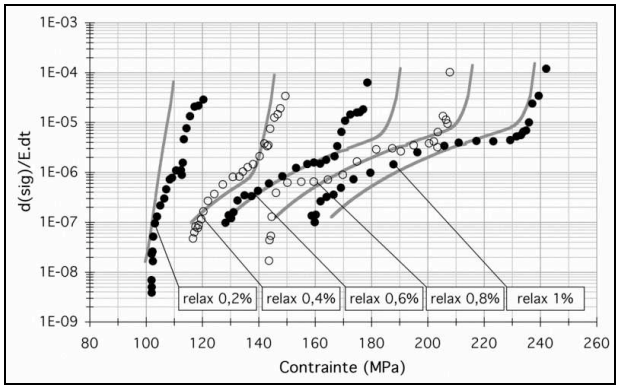


figure 5.54 : Simulati` n de la vitesse de relaxati` n l` rs des maintiens en tensi` n, écr` uissage cyclique avec maintien, R20-12 à 650°C

2.2.6. Identificati` n du c` mp` rtement du matériau R20-12 à 850°C

Tous les essais réalisés à 850°C servent de référence à l'identification du comportement isotherme du matériau R20-12.

Le durcissement de ce matériau étant très faible à 850°C, seules les dernières boucles avant incrément de la déformation des essais d'écrouissage cyclique sans et avec maintiens sont utilisées pour la procédure d'identification des paramètres de la loi de comportement. L'intégralité de l'essai de déformation progressive cyclique est utilisée. Les huit essais de fatigue oligocyclique sont également sélectionnés dans leur intégralité et c'est principalement à partir de ceux-ci que les paramètres relatifs au durcissement sont calés.

Quelques paramètres identifiés sont présentés au tableau 5.7.

E (MPa)	*K (MPa.s^{-1})*	*n*	*R_0 (MPa)*	*Q (MPa)*	*b*	*C (MPa)*	*D (MPa)*	*M*	*m*
112 000	√	6,1	4,0	6,9	√	15 000	√	√	√

tableau 5.7 : Paramètres de la l` i de c` mp` rtement p` ur R20-12 à 850°C

Les comparaisons *simulation-expérience* des paramètres retenus sont présentées aux figures 5.55 à 5.57 pour l'essai d'écrouissage cyclique avec maintien en tension, à la figure 5.58 pour l'essai d'écrouissage cyclique, aux figures 5.59 et 5.60 pour les essais de fatigue oligocyclique et à la figure 5.61 pour l'essai de déformation progressive cyclique. Les essais de fluage sont également comparés, à titre de validation, sans être utilisées dans la procédure d'identification (fig 5.62).

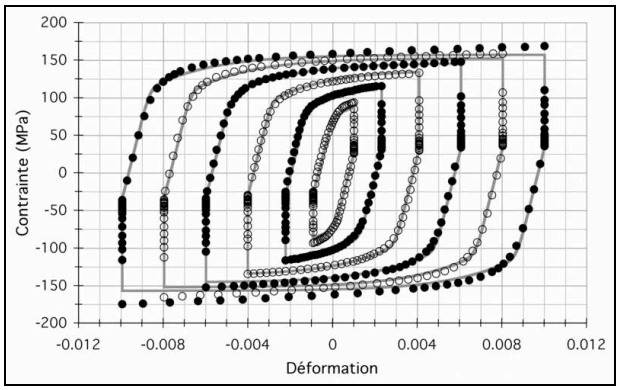


figure 5.55 : Simulati` n des b` ucles de c` mp` rtement en écr` uissage cyclique avec maintien en tensi` n et en c` mpressi` n, R20-12 à 850°C

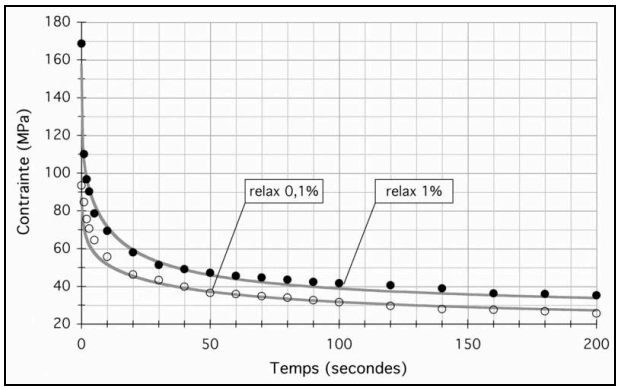


figure 5.56 : Simulati` n de la relaxati` n l` rs des maintiens en tensi` n, R20-12, écr` uissage cyclique avec maintien à 850°C

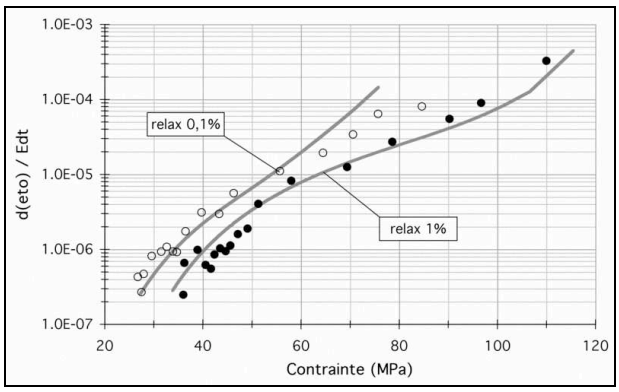


figure 5.57 : Simulati` n de la vitesse de relaxati` n l` rs des maintiens en tensi` n, écr` uissage cyclique avec maintien, R20-12 à 850°C

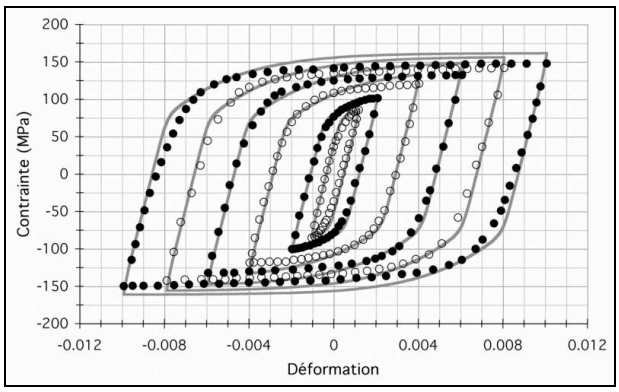


figure 5.58 : Simulati` n des b` ucles de c` mp` rtement en écr` uissage cyclique, R20-12 à 850°C, f=0,125Hz
- cycles avant incrément de la déformation -

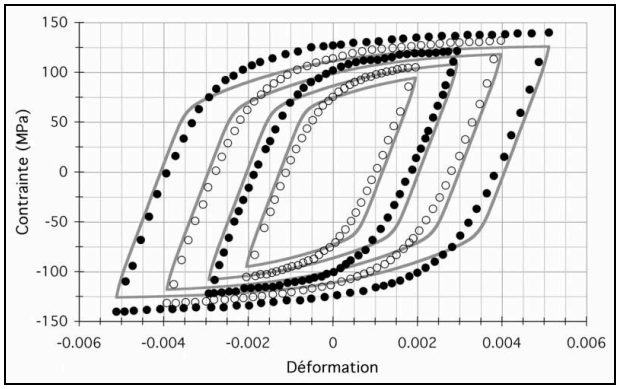


figure 5.59 : B` ucles de c` mp` rtement stabilisé en fatigue `lig` cyclique, R20-12 à 850°C, f=0,05Hz

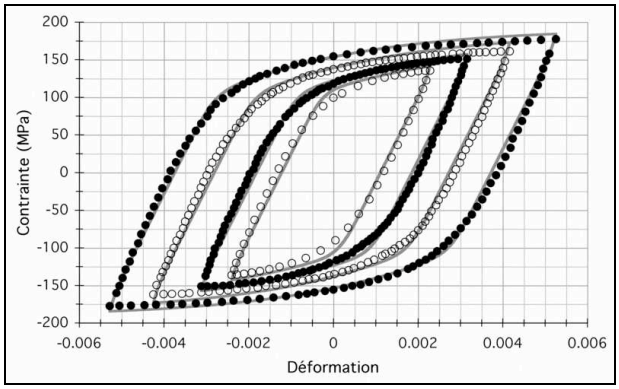


figure 5.60 : B` ucles de c` mp` rtement stabilisé en fatigue `lig` cyclique, R20-12 à 850°C, f=1Hz

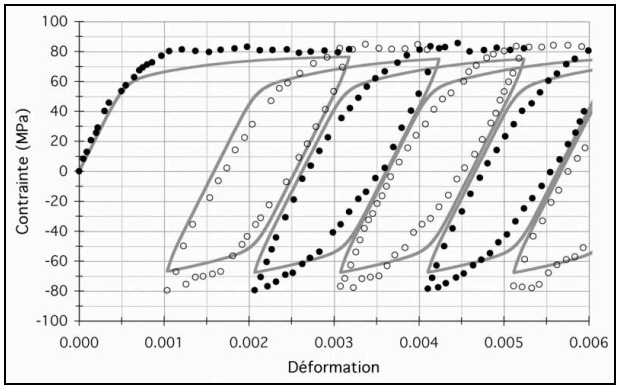


figure 5.61 : Simulati` n du c` mp` rtement en déf` rmati` n pr` gressive cyclique, R20-12 à 850°C

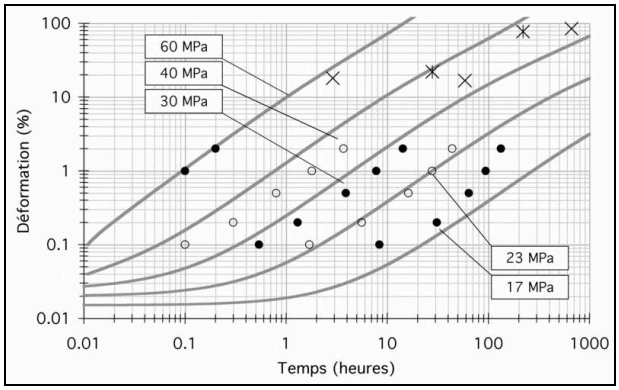


figure 5.62 : Simulati` n du c` mp` rtement en fluage, R20-12 à 850°C

Une très bonne adéquation est obtenue entre les essais mécaniques et les simulations.

2.2.7. Remarques

Pour chaque matériau, les valeurs des coefficients identifiés suivent une évolution physiquement réaliste avec la température.

Plus la température est élevée, plus la viscosité est prépondérante. Ainsi, le paramètre *K* augmente avec la température alors que la valeur de l'exposant *n* diminue. De même, plus la température est importante, plus l'écrouissage des matériaux étudiés est faible. Les valeurs de *C* sont ainsi d'autant plus faibles que la température est haute et leur évolution avec la température est semblable à la chute de valeurs du module d'élasticité.

Les valeurs du paramètre R_0 sont, à chaque température, très proches pour les deux matériaux. De manière similaire à la limite d'élasticité conventionnelle en traction $R_{P0,2\%}$, le paramètre R_0 est plus fort à 300°C pour le matériau F17TNb que pour l'acier R20-12 et plus faible aux températures 650 et 850°C. De plus, l'évolution de ce paramètre suit globalement celle de $R_{P0,2\%}$ pour chaque matériau à savoir qu'elle reste faible entre 300 et 650°C puis chute brutalement jusqu'à 850°C (cf *Partie 3*).

Les principaux défauts de modélisation concernent le fluage du matériau F17TNb à 850°C et le durcissement à 300°C pour R20-12 ainsi qu'à 650°C pour les deux matériaux et enfin quelques essais aux vitesses de déformation les plus lentes pour les deux matériaux.

Le fluage du matériau F17TNb étant à 850°C essentiellement de type tertiaire (cf *Partie 3*), il ne peut bien évidemment pas être simulé par une loi de type Norton qui décrit exclusivement le fluage secondaire.

A 650°C, seuls les comportements avant incrément de la déformation sont enregistrés. Bien que la déformation plastique cumulée soit calculable de manière approchée et permet alors de caler le seul coefficient actif *b*, des essais complémentaires seraient nécessaires à l'amélioration de l'identification des paramètres des lois de comportement.

Les essais à forte amplitude de déformation (les essais de déformation progressive cyclique à 300 et 850°C pour les deux matériaux) sont les moins bien simulés. Un unique écrouissage cinématique ne permet pas de décrire à la fois l'écrouissage aux grandes et aux faibles déformations. L'addition d'un second écrouissage X_2 (voire d'un troisième) améliorerait certainement cette description, mais deux paramètres supplémentaires C_2 et D_2 seraient alors nécessaires.

D'une manière générale, les comportements expérimentaux isothermes sont globalement bien modélisés avec une loi élasto-viscoplastique à sept paramètres viscoplastiques (F17TNb) ou neuf (R20-12). L'addition de paramètres amélioreraient les comparaisons *simlutation-expérience*, mais les lois présentées sont utilisables en *première approximation*.

2.3. Validation des lois de comportement - essais non isothermes

2.3.1. Méth`d`l`gie

Les lois de comportement identifiées en régime isotherme sont validées en régime non isotherme. Cette validation consiste simplement à simuler les essais thermomécaniques effectués sur les matériaux F17TNb et R20-12 puis à vérifier l'adéquation des comportements simulés avec les enregistrements expérimentaux.

Ne disposant que de lois identifiées à 300, 650 et 850°C, les évolutions des différents paramètres des modèles précédents sont supposées linéaires en régime non isotherme. Cette hypothèse est en accord avec l'évolution de la limite d'élasticité conventionnelle $R_{P0,2\%}$ des deux aciers F17TNb et R20-12 présentées en *Partie 3*.

Les valeurs des paramètres du modèle élasto-viscoplastique sont alors calculées par interpolations linéaires dans les intervalles [300°C ; 650°C] et [650°C ; 850°C] et par extrapolations linéaires des intervalles [300°C ; 650°C] et [650°C ; 850°C] respectivement pour les températures inférieures à 300°C et supérieures à 850°C (fig 5.63).

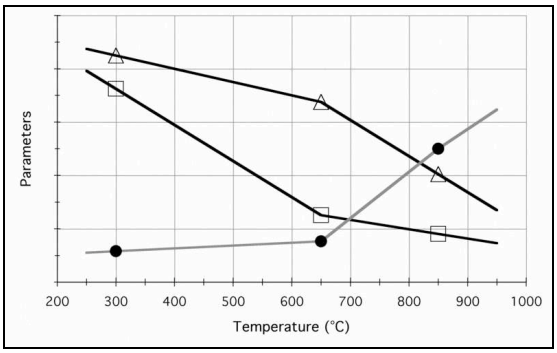


figure 5.63 : Schématisati` n des interp` lati` ns-extrap` lati` ns linéaires des paramètres

2.3.2. Validati` n des l` is de c` mp` rtement du matériau F17TNb

La loi de comportement obtenue par régressions linéaires des lois identifiées à 300, 650 et 850°C du matériau F17TNb ne permet pas une bonne description des comportements non isothermes 250-850°C. Lors des cycles successifs, le durcissement du matériau (observé expérimentalement à 300 et 650°C uniquement) conduit à une augmentation continuelle de l'amplitude de contrainte. Ce comportement n'est pas observé expérimentalement en régime non isotherme.

En supposant alors qu'aucun durcissement ne puisse avoir lieu en régime non isotherme, c'est-à-dire en imposant $Q=0$ à toutes les températures, le comportement non isotherme de l'acier F17TNb est alors correctement décrit en dépit des hypothèses simplificatrices émises : trois températures d'identification et variations linéaires des paramètres (fig 5.64 et 5.65).

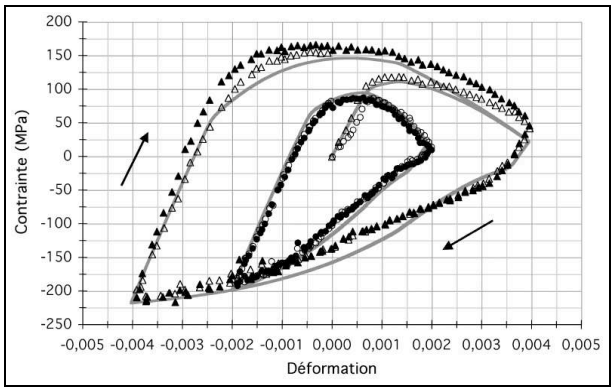


figure 5.64 : Simulati` n du c` mp` rtement s` us s` llicitati` n en phase 250-850°C, F17TNb,
- cycles 1, symboles évidés / cycles 20, symboles pleins -

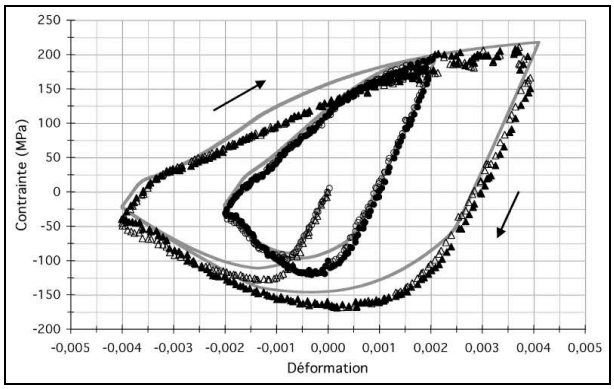


figure 5.65 : Simulati` n du c` mp` rtement s` us s` llicitati` n h` rs phase 250-850°C, F17TNb
- cycles 1, symboles évidés / cycles 20, symboles pleins -

Ainsi, lors de ces essais non isothermes, la restauration se produisant à haute température apparaît suffisamment rapide pour entièrement restaurer la microstructure. Aucun paramètre relatif aux effets de la restauration n'est alors nécessaire dans la loi de comportement de l'acier F17TNb.

Des essais thermomécaniques de type *diamant* sont également réalisés sur la nuance F17TNb dans l'intervalle 250-900°C (contrairement à 250-850°C précédemment). Ces essais complémentaires sont utilisés pour validations supplémentaires de la loi de comportement non isotherme de ce matériau. Ils sollicitent en particulier fortement la composante visqueuse de la déformation.

Le premier essai de type *diamant* correspond à un cycle 250-900°C (fig. 5.66 et 5.67). Les enregistrements obtenus et les résultats de simulation (*Q=0*) sont présentés aux figures 5.68 à 5.71.

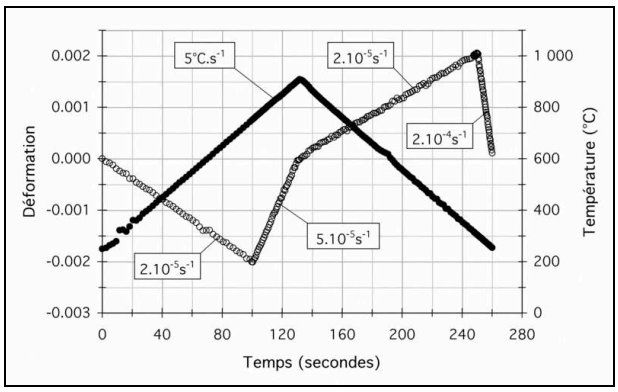


figure 5.66 : Chargement déf` rmati` n-température-temps, cycle diamant, F17TNb

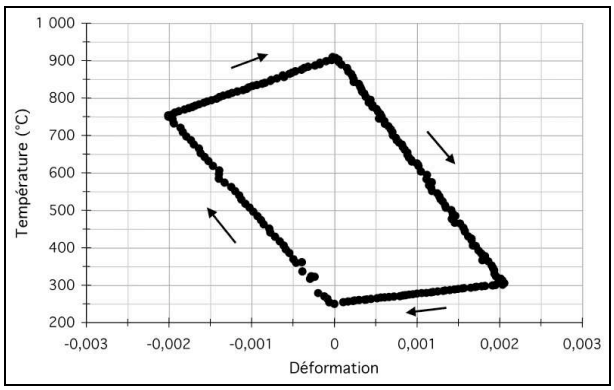


figure 5.67 : Chargement température-déf` rmati` n, cycle diamant, F17TNb

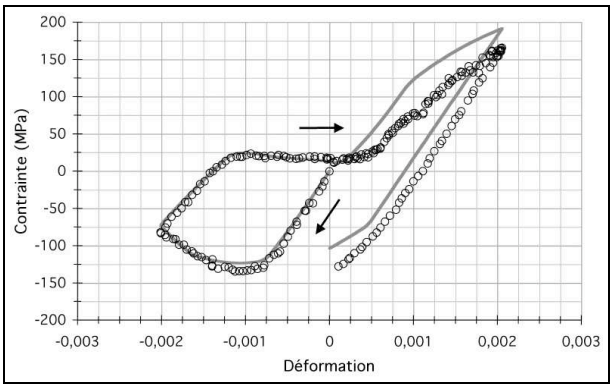


figure 5.68 : C` mparais` n expenrience-simulati` n, b` ucle c` ntrainte-déf` rmati` n, cycle diamant, F17TNb, premier cycle

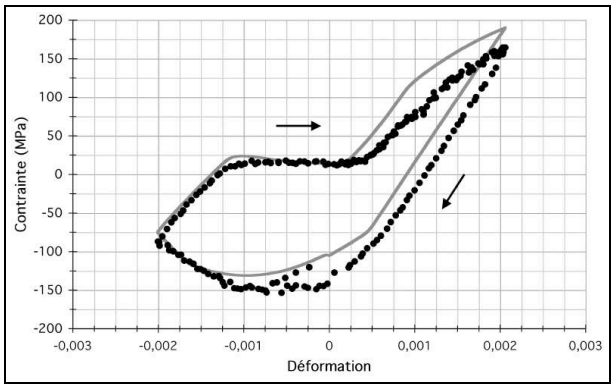


figure 5.69 : C` mparais` n expenrience-simulati` n, b` ucle c` ntrainte-déf` rmati` n, cycle diamant, F17TNb, cycle 20

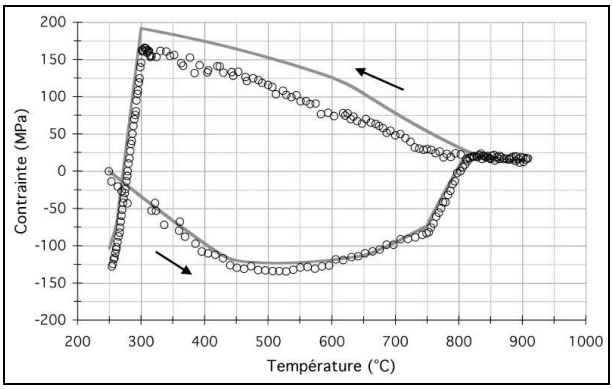


figure 5.70 : C` mparais` n expérience-simulati` n, b` ucle c` ntrainte-température, cycle diamant, F17TNb, premier cycle

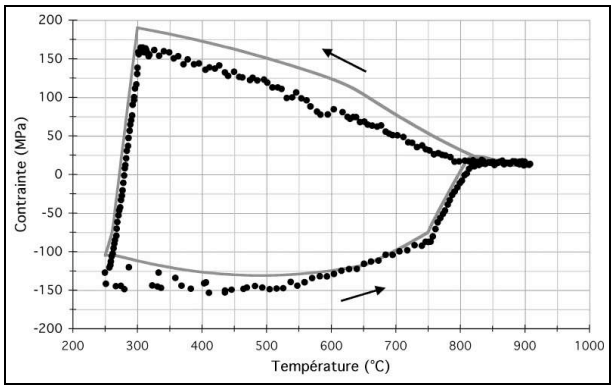


figure 5.71 : C` mparais` n expérience -simulati` n, b` ucle c` ntrainte-température, cycle diamant, F17TNb, cycle 20

Comme lors des essais non isothermes *en phase* et *hors phase* 250-850°C, les boucles expérimentales *contrainte-déformation* enregistrées lors de cet essai *diamant* ne présentent aucun durcissement. Le comportement thermomécanique est stable dès le premier cycle. En conservant un coefficient *Q* nul à toutes les températures, un très bon accord entre la simulation et l'expérience est à nouveau observé.

Le second essai de type *diamant*, également réalisé dans l'intervalle 250-900°C, correspond à un essai d'écrouissage cyclique où l'amplitude de déformation est successivement incrémentée de 0,05% tous les dix cycles depuis 0,1% jusqu'à 0,35% de déformation.

La sollicitation *déformation mécanique* (rapportée à l'unité) et *température* en fonction du *temps* sont présentées à la figure 5.72 et le cycle *déformation-température* à la figure 5.73. Les diverses boucles expérimentales et simulées sont présentées à la figure 5.74 sous une représentation *contrainte-déformation* et à la figure 5.75 sous une représentation *contrainte-température*.

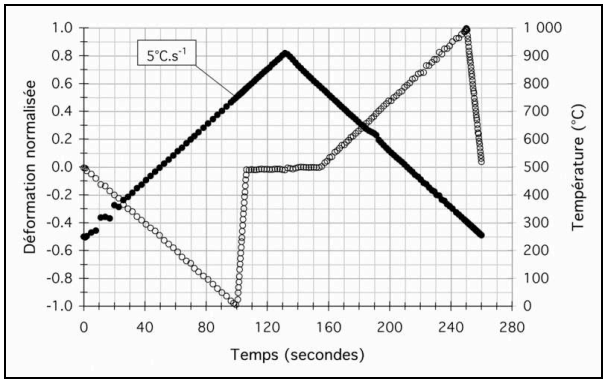


figure 5.72 : Chargement déf` rmati` n-température-temps, écr` uissage cyclique diamant, F17TNb

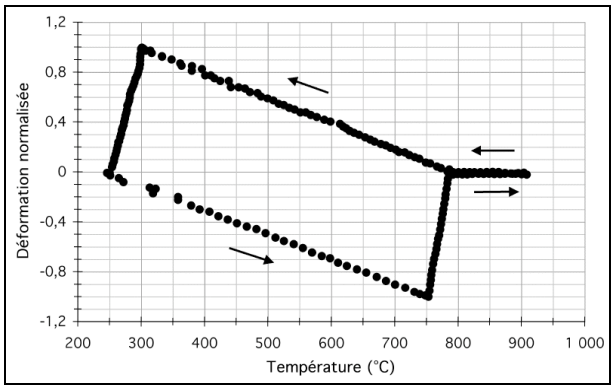


figure 5.73 : Chargement déf` rmati` n-température, écr` uissage cyclique diamant, F17TNb

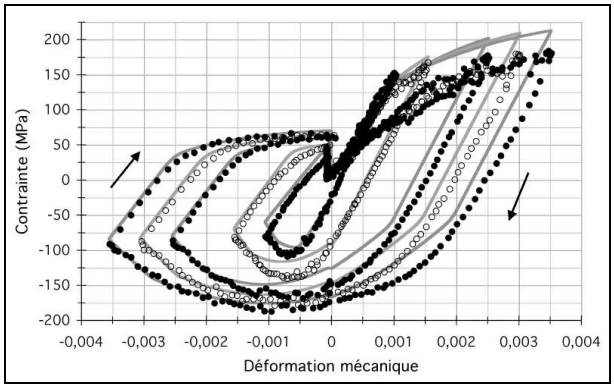


figure 5.74 : C` mparais` n expenrience-simulati` n, b` ucle c` ntrainte-déf` rmati` n, écr` uissage cyclique diamant, F17TNb

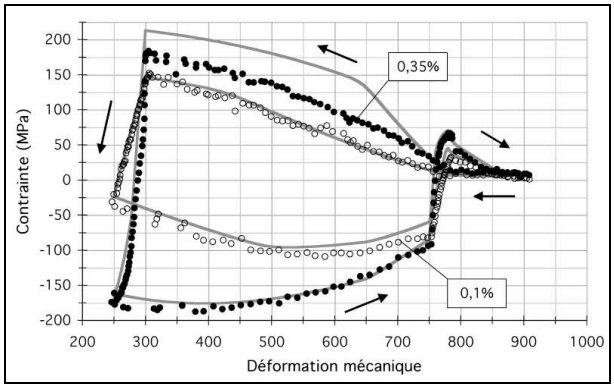


figure 5.75 : C` mparais` n expenrience-simulati` n, b` ucle c` ntrainte-température, écr` uissage cyclique diamant, F17TNb

Comme précédemment, le comportement apparaît stable dès le premier cycle de sollicitation thermomécanique à chaque amplitude de déformation. La comparaison *simulation-expérience* révèle à nouveau la très bonne adéquation obtenue à condition de conserver un coefficient Q nul à toutes les températures.

Les coefficients de la loi de comportement élasto-viscoplastique du matériau F17TNb identifiés à 300, 650 et 850°C puis interpolés et extrapolés sur un intervalle 250-900°C, sont ainsi validés en régime non isotherme 250-850°C et 250-900°C si la restriction $Q=O$ est imposée à toutes les températures.

Cependant, afin de parfaitement modéliser les comportements isothermes et non isothermes simultanément, une loi de comportement élasto-viscoplastique du matériau F17TNb qui tienne compte des effets de la restauration sur l'écrouissage cinématique, voire également sur l'écrouissage isotrope, serait nécessaire et permettrait de s'affranchir de la restriction $Q=0$ à haute température.

Toutefois, cela conduirait à une loi à 9 ou 11 paramètres viscoplastiques, compliquant aussi bien l'identification que l'intégration de cette loi et augmentant considérablement les temps de calculs. Il s'agit là une voie d'amélioration du modèle pour le matériau F17TNb.

2.3.2. Validati` n des l` is de c` mp` rtement du matériau R20-12

Comme pour la nuance ferritique, les boucles de comportement non isotherme *en phase* et *hors phase* obtenues pour la nuance R20-12 sont comparées à la simulation numérique de ces chargements. Ces comparaisons sont présentées aux figures 5.76 et 5.77 pour la sollicitation *en phase* et aux figures 5.78 et 5.79 pour la sollicitation *hors phase*.

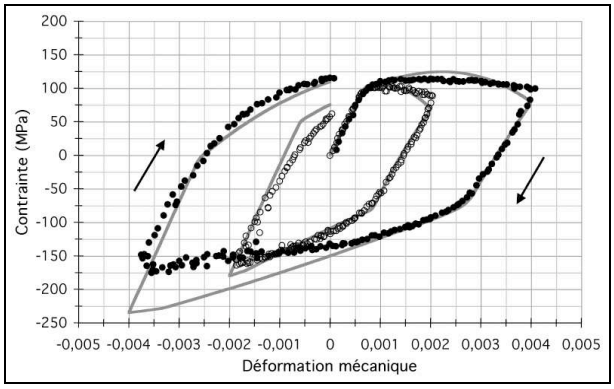


figure 5.76 : Simulati` n du c` mp` rtement s` us s` llicitati` n en phase 250-850°C, R20-12, premiers cycles

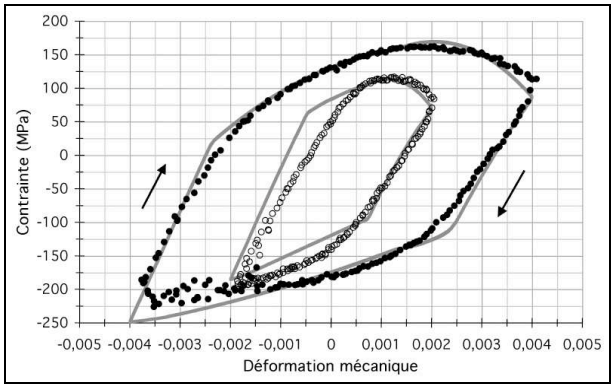


figure 5.77 : Simulati` n du c` mp` rtement s` us s` llicitati` n en phase 250-850°C, R20-12, cycles 20

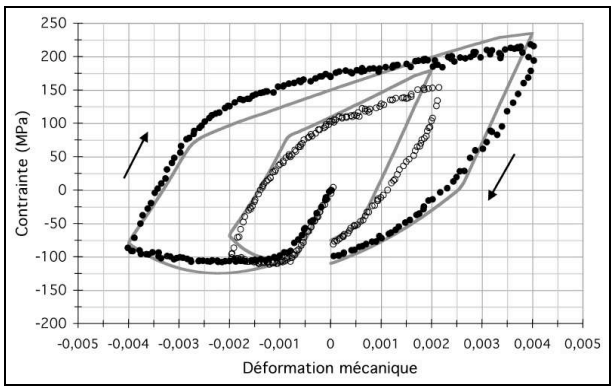


figure 5.78 : Simulati` n du c` mp` rtement s` us s` llicitati` n h` rs phase 250-850°C, R20-12, premiers cycles

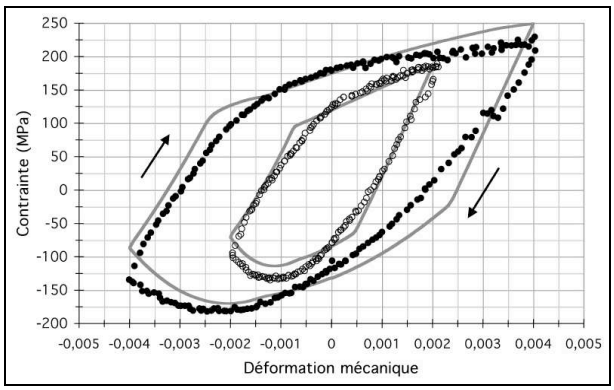


figure 5.79 : Simulati` n du c` mp` rtement s` us s` llicitati` n h` rs phase 250-850°C, R20-12, cycles 20

Globalement, les comportements simulés se révèlent en bonne adéquation avec les résultats expérimentaux. Le durcissement du matériau est particulièrement bien simulé, quelle que soit la sollicitation thermomécanique. Il apparaît cependant que les valeurs du module d'élasticité de la loi de comportement sont surestimées aux basses températures en comparaison aux expériences non isothermes.

Les jeux de coefficients identifiés aux températures de 300, 650 et 850°C, interpolés et extrapolés sur un intervalle de température 250-850°C, sont ainsi validés pour l'acier R20-12.

3. Calculs de structure pour la nuance F17TNb

3.1. Modélisation de l'essai de fatigue thermique

3.1.1. Calcul par éléments finis

La loi de comportement du matériau F17TNb identifiée en régime isotherme et validée en régime non isotherme permet de déterminer l'état de contrainte et de déformation au sein de l'éprouvette de fatigue thermique. Pour cela, un calcul par éléments finis est effectué par Ugine & ALZ. Après maillage de l'éprouvette, le calcul de structure est réalisé en deux étapes, un premier calcul thermique suivi d'un second calcul mécanique [4].

Compte tenu des symétries, seul le quart de l'éprouvette est maillé (fig 5.80). Les dimensions du maillage correspondent aux dimensions réelles de l'éprouvette de fatigue thermique, 82mm d'écartement entre les mors de bridage, épaisseur de 2mm, etc (cf *Partie 4*). Le maillage est constitué de dix découpages dans le sens de l'épaisseur de l'éprouvette et celui-ci est plus fin dans les zones coudées.

La première étape consiste à calculer la distribution de la température dans l'éprouvette à chaque incrément de temps avec le logiciel ABAQUS (fig 5.81). Il s'agit d'un calcul thermique qui tient compte des flux convectifs et du rayonnement avec l'air ainsi que de l'échange par convection avec les mors de bridage refroidis. Durant chaque cycle, l'évolution de la température calculée au point extrados est semblable à celle enregistrée expérimentalement par le thermocouple placé au sommet de l'éprouvette.

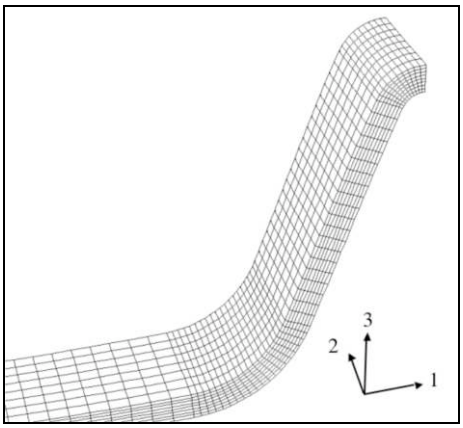


figure 5.80 : Maillage du quart de l'épr` uvette de fatigue thermique

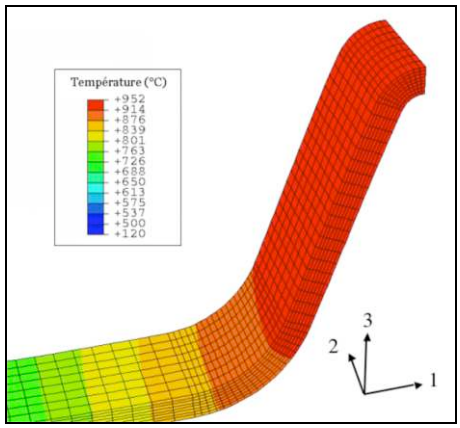


figure 5.81 : Distributi` n de la température dans l'épr` uvette (chauffage maximal)

Lors de la seconde étape, la distribution de la température sert de chargement au calcul mécanique à chaque incrément de temps. Le logiciel ABAQUS ne disposant pas de la loi élasto-viscoplastique dans sa librairie de lois de comportement, le calcul mécanique est réalisé en couplant l'algorithme de calcul d'ABAQUS à la librairie de lois de comportement du logiciel ZéBuLoN disposant de cette loi. L'échange de données entre ces deux logiciels a été optimisé au *Centre des Matériaux*.

Quatre cycles de *chauffage-refroidissement* sont calculés pour l'intervalle 250-950°C. Le premier cycle débute à température ambiante. Les tenseurs de déformation plastique et élastique ainsi que le tenseur des contraintes selon les directions principales sont récupérés à deux points de Gauss. Le premier point correspond au milieu de l'éprouvette de fatigue thermique en zone intrados et le second au milieu de la région extrados de l'éprouvette. Ces points d'intégration sont donc sur des surfaces libres.

3.1.2. Résultats

L'effort de bridage est tout d'abord calculé en post-traitement du calcul par éléments finis dans l'intervalle 250-950°C. La comparaison entre les efforts de bridage calculé et enregistré expérimentalement est présentée à la figure 5.82.

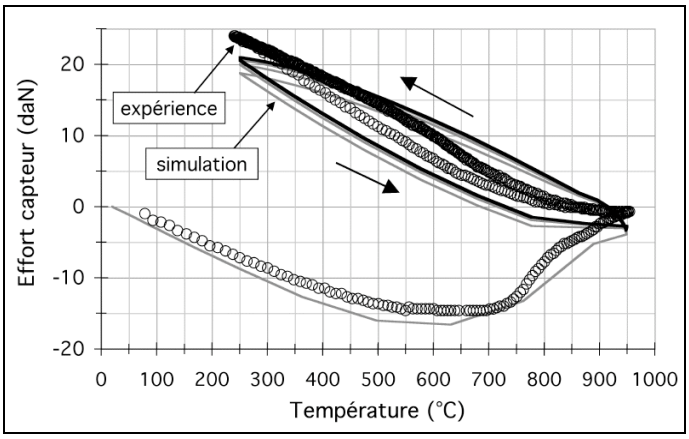


figure 5.82 : Eff` rts de bridage mesuré et calculé, F17TNb, 250-950°C

Bien que le calcul par éléments finis de l'éprouvette ne tienne pas en compte l'écrouissage initial du matériau, les efforts de bridage calculé et simulé sont en bon accord. La force maximale calculée est toutefois légèrement sous-estimée et les boucles simulées sont plus ouvertes que l'enregistrement expérimental.

Les évolutions des contraintes principales et de la pression hydrostatique au point intrados sont présentées à la figure 5.83 et au point extrados à la figure 5.84. La direction 11 correspond au sens long de l'éprouvette, la direction 22 à sa largueur et la direction 33 à son épaisseur (hauteur).

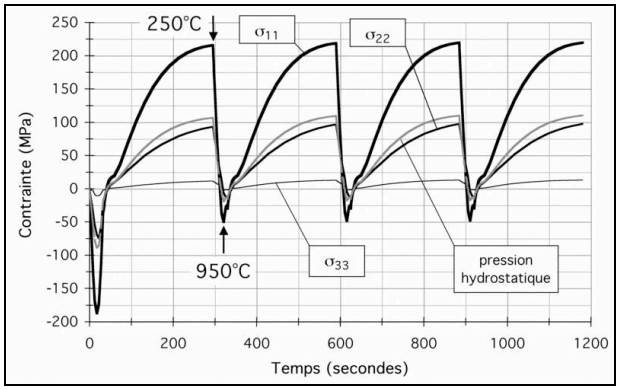


figure 5.83 : Ev` luti` n des c` ntraintes en intrad` s, F17TNb, 250-950°C

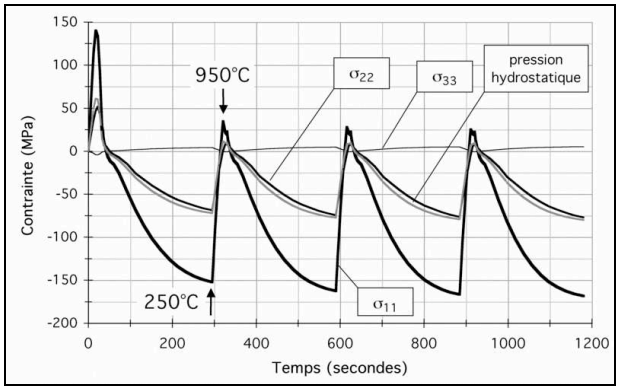


figure 5.84 : Ev` luti` n des c` ntraintes en extrad` s, F17TNb, 250-950°C

Aux deux points d'intégration étudiés, les contraintes les plus fortes apparaissent à la température basse des cycles thermiques successifs. Hormis lors du premier chauffage qui constitue un cycle d'accommodation pour l'éprouvette, l'évolution des contraintes est similaire d'un cycle à l'autre respectivement aux points intrados et extrados.

Les points de Gauss étant situés aux surfaces libres, les contraintes σ_{33} sont quasi nulles. En ces deux points, les contraintes σ_{22} sont du même ordre que la pression hydrostatique. Les contraintes σ_{11} sont ainsi les contraintes les plus importantes. L'amplitude des contraintes au point intrados est plus élevée qu'au point extrados et les contraintes (ainsi que la pression hydrostatique) y sont très majoritairement positives.

La contrainte prépondérante est la contrainte σ_{11} au point intrados de l'éprouvette. Cette contrainte est normale à l'ouverture des fissures observée dans l'éprouvette de fatigue thermique. Une analyse simplifiée en mode I suivant la direction 11 (sens de la longueur de l'éprouvette) est alors justifiée.

Les boucles de comportement *contrainte-déformation* calculées suivant la direction 11 pour les quatre premiers cycles thermiques sont présentées aux figures 5.85 et 5.86 respectivement pour les points intrados et extrados. Des graphiques *contrainte-température* aux points intrados (fig 5.87) et extrados (fig 5.88) complètent ces représentations.

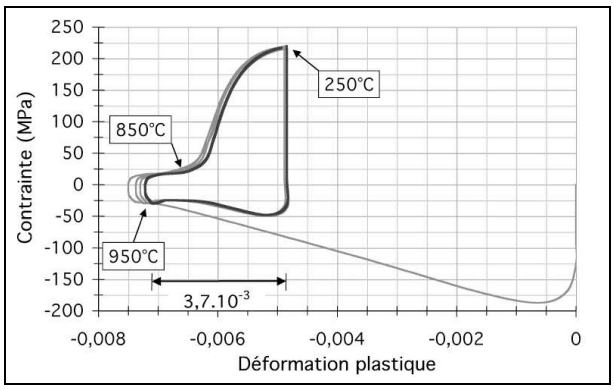


figure 5.85 : B` ucles c` ntrainte-déf` rmati` n plastique calculées, F17TNb intrad` s, 4 cycles 250-950°C

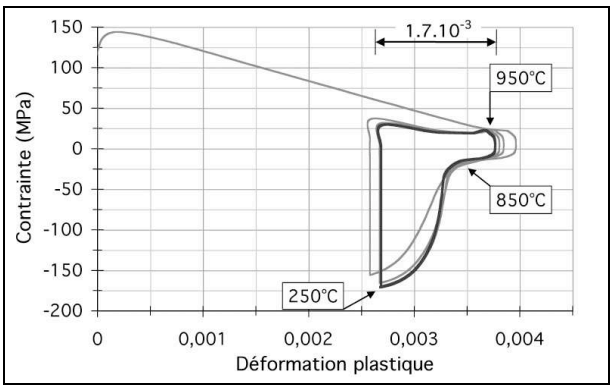


figure 5.86 : B` ucles c` ntrainte-déf` rmati` n plastique calculées, F17TNb extrad` s, 4 cycles 250-950°C

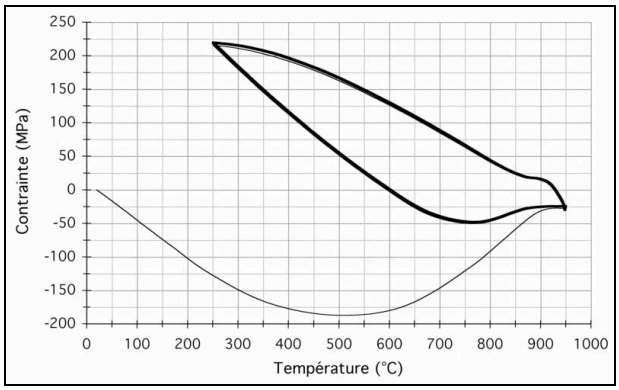


figure 5.87 : B` ucles c` ntrainte-température calculées, F17TNb intrad` s, 4 cycles 250-950°C

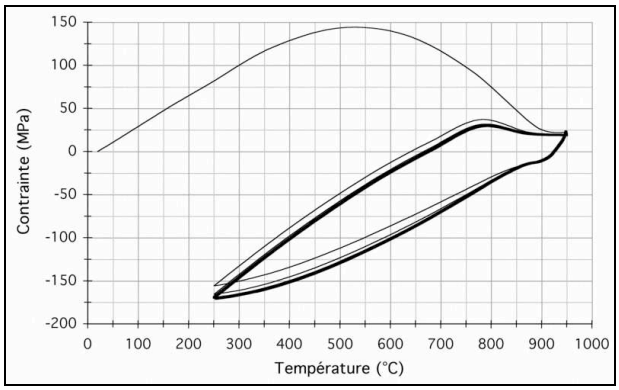


figure 5.88 : B` ucles c` ntrainte-température calculées, F17TNb extrad` s, 4 cycles 250-950°C

Après le premier chauffage, depuis la température ambiante jusqu'à 950°C, l'amplitude de la déformation plastique est de $7{,}6.10^{-3}$ au point intrados et de $3{,}6.10^{-3}$ au point extrados. Ensuite, lors des phases de *chauffage-refroidissement* successives, l'amplitude de déformation est de l'ordre de $3{,}7.10^{-3}$ en intrados et de $1{,}7.10^{-3}$ en extrados. La sollicitation thermomécanique calculée au point intrados est ainsi plus sévère qu'au point extrados.

Le calcul de structure de l'éprouvette de fatigue thermique confirme les analyses expérimentales présentées en *Partie 4*. La zone intrados est sollicitée *hors phase* et la région extrados est sollicitée *en phase*.

En intrados, la période de tension s'étend au refroidissement de 600°C à la température basse du cycle thermique (250°C) et lors du chauffage depuis cette température jusqu'à 950°C. Le maximum de la contrainte se situe à la température basse du cycle thermique et correspond à 220MPa environ. Durant la phase de compression, la contrainte est faible, 50MPa au maximum. Au point extrados, l'effort de tension est limitée à la période de chauffe de l'éprouvette, dans l'intervalle 650-950°C. La contrainte de compression maximale est atteinte à la température basse du cycle thermique et correspond à -170MPa.

En dépit de l'absence de tout durcissement dans la loi de comportement non isotherme du matériau F17TNb ($Q=0$ à toutes températures), le comportement n'est pas totalement stabilisé aux cours des quatre premiers cycles thermiques. Il s'agit vraisemblablement d'un effet de structure. D'autre part, le calcul de structure met en évidence une importante période de déformation par fluage. Au dessus de 850°C environ, la déformation est parfaitement visqueuse.

L'endommagement de la nuance ferritique observée expérimentalement (cf *Partie 4*) se situe au point intrados. La simulation numérique montre qu'à chaque cycle, l'amplitude de déformation de la sollicitation *hors phase* de l'intrados est deux fois plus sévère que celle de la sollicitation *en phase* de la région extrados.

D'autre part, la région intrados est presque uniquement sollicitée en tension, ce qui permet la propagation de fissures. Les déformations à forte composante visqueuse se produisant aux hautes températures conduisent à l'émoussement des fissures. La sollicitation thermomécanique de la région extrados est principalement en compression et explique la formation de bourrelets en cette zone.

Une bonne adéquation entre les comportements thermomécaniques calculés aux points intrados et extrados et les observations expérimentales de l'endommagement en fatigue thermique de l'éprouvette (cf *Partie 4*) est ainsi obtenue. De même, l'évolution de l'effort de bridage avec la température est correctement simulée.

3.1.3. Remarques c` ncernant le calcul par éléments finis

Le calcul par éléments finis précédent n'est pas exempt de critiques.

La loi de comportement non isotherme est identifiée à partir d'essais réalisés sur des éprouvettes dans l'état métallurgique *train à bandes*. Pour la nuance F17TNb, la taille des grains est deux fois supérieure dans cet état à celle du *produit fini*, état dans lequel est l'éprouvette de fatigue thermique. La loi de comportement identifiée ne tient pas compte de cette différence de taille de grains. La valeur de R_0 notamment, relative en première approximation à la limite d'élasticité, est ainsi trop élevée d'après le postulat de Hall et Petch.

Ensuite, la loi de comportement impose un coefficient Q nul à toutes les températures. Si aucun durcissement n'est effectivement observé lors des essais mécaniques à 850°C et des essais non isothermes réalisés (250-850°C et 250-900°C), toutes les zones de l'éprouvette ne sont pas exposées à des températures suffisamment élevées pour entraîner la restauration totale de la microstructure. Les zones exposées à moyenne température devraient ainsi présenter un durcissement lors de cycles successifs, ce qui n'est pas le cas. L'introduction de paramètres de restauration dans la loi de comportement du matériaux F17TNb permettrait de s'affranchir de cette difficulté mais cela augmenterait à la fois la difficulté d'identification des coefficients et la complexité d'intégration (temps de calcul).

Enfin, les mesures de dureté Vickers de l'éprouvette de fatigue thermique montrent une hétérogénéité importante suite à sa mise en forme à froid. Le niveau de dureté aux points intrados et extrados est deux fois plus important que dans le métal de base (cf *Partie 4*). L'éprouvette de fatigue thermique est ainsi initialement dans un état microstructurale hétérogène mais le calcul par éléments finis n'en tient pas compte et suppose un état microstructural homogène.

3.2. Modélisation d'un collecteur d'échappement

A titre d'exemple d'application industrielle, le calcul par éléments finis d'un collecteur d'échappement est réalisé. Ugine & ALZ dispose du maillage et de la cartographie thermique d'un collecteur client de nuance F17TNb (fig 5.89 et 5.90). Un calcul thermomécanique est réalisé au *Centre des Matériaux* suivant le protocole précédent, la cartographie thermique étant l'origine du chargement dans le collecteur. Le calcul est effectué en mode coque pour quatre cycles de *chauffage-refroidissement*.

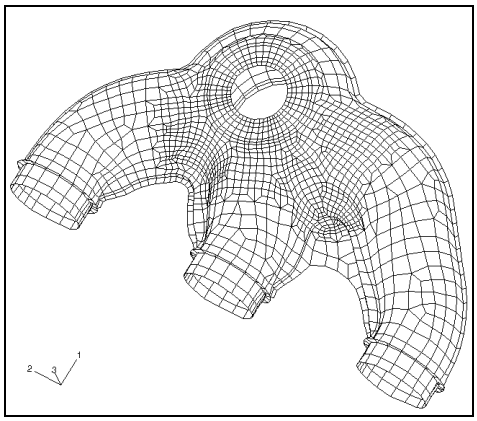


figure 5.89 : Maillage d'un c` llecteur client

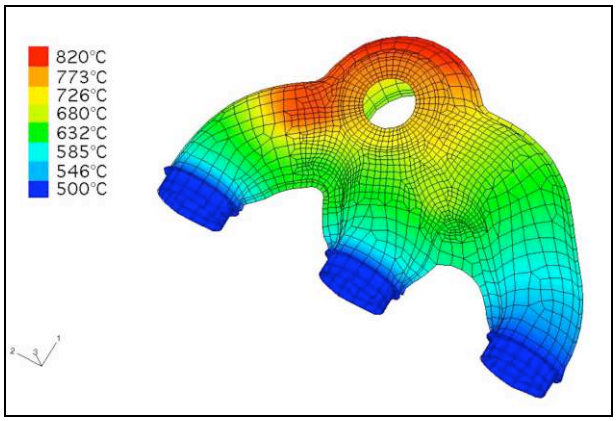


figure 5.90 : Distributi` n de la température en fin de chauffe

Les distributions des contraintes au sens de Von Mises et de la déformation viscoplastique cumulée dans le collecteur après le quatrième refroidissement sont présentées respectivement aux figures 5.91 et 5.92.

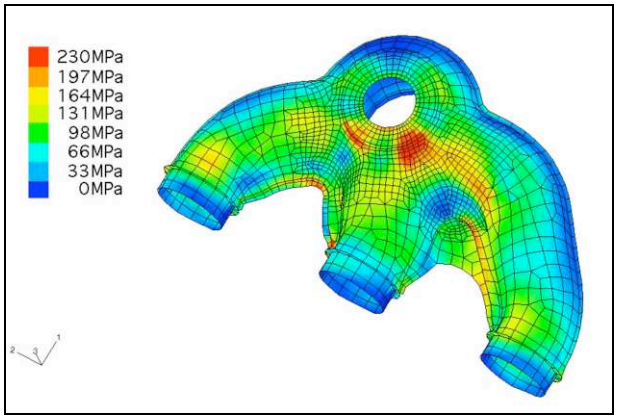


figure 5.91 : C` ntrainte de V` n Mises au 4è refr` idissement

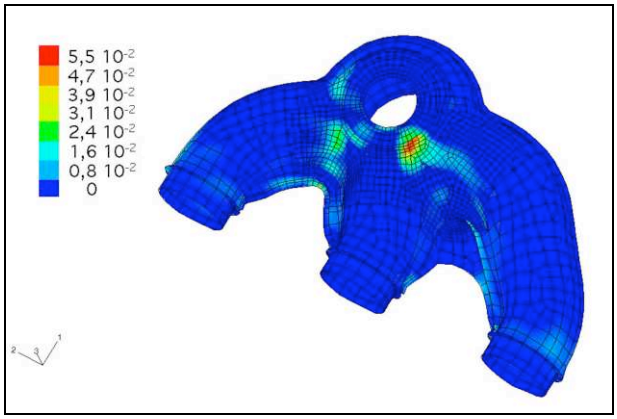


figure 5.92 : Déf` rmati` n plastique cumulée au 4è refr` idissement

D'après le calcul par éléments finis, les contraintes maximales apparaissent à la température basse du cycle thermique, comme lors de l'essai de fatigue thermique. Les contraintes les plus fortes et la déformation viscoplastique cumulée la plus élevée sont toutes deux localisées aux deux pontages des trois tubes. Il s'agit des zones critiques observées sur collecteurs réels testés sur banc moteur (cf *Partie 3*).

La simulation numérique d'un collecteur d'échappement est donc réaliste. Il est alors possible d'optimiser les niveaux de contrainte et de déformation cumulée ainsi que leur localisation en faisant varier la géométrie du collecteur. Ces simulations se révèlent être des outils précieux pour le bureau d'études.

4. Discussion de la définition d'un critère de ruine

4.1. Durées de vie et instabilités géométriques

Les essais thermomécaniques *en phase* et *hors phase* suivant 250-850°C ainsi que la majorité des essais de fatigue oligocyclique à 850°C réalisés ne permettent pas d'avoir d'accès à des durées de vie.

Pour la nuance F17TNb, aucun essai de fatigue oligocyclique n'a pu être conduit jusqu'à rupture. En effet, des instabilités géométriques de l'éprouvette sont constatées et des flambements ou de fortes indentations des couteaux de l'extensomètre ne permettent plus de contrôler l'essai mécanique. Les faibles propriétés mécaniques à haute température de la nuance F17TNb additionnée à une composante visqueuse importante semblent être responsables de ces instabilités.

Le matériau R20-12 présentent à 850°C des propriétés mécaniques plus élevées que l'acier ferritique et les instabilités géométriques précédentes n'apparaissent pas lors des essais isothermes. Cependant, seuls quatre essais de fatigue oligocyclique sont validés (rupture par propagation d'une fissure en zone utile) et correspondent aux essais pratiqués aux amplitudes de déformation les plus grandes - 0,4 et 0,5% à 0,05 et 1HZ - (tab 5.8). Les essais réalisés à 0,2 et 0,3% de déformation présentent des durées de vie sous-estimées, chaque rupture s'étant amorcée sous l'un des couteaux de l'extensomètre.

	1Hz		***0,05Hz***	
amplitude de déformation	***0,5%***	***0,4%***	***0,5%***	***0,4%***
cycle à rupture	700	2100	1050	2000

tableau 5.8 : Cycles à rupture valides en fatigue `lig` cyclique, R20-12 à 850°C

En régime non isotherme 250-850°C, les deux matériaux sont également sujets à des instabilités. En dépit de propriétés mécaniques très différentes à haute température, les instabilités constatées sont identiques pour les deux matériaux étudiés. Sous sollicitation *en phase*, l'instabilité apparaît par une forte striction de la zone utile (fig 5.93). Sous sollicitation *hors phase*, l'instabilité se traduit par une *mise en tonneau* de l'éprouvette (fig 5.94).

figure 5.93 : exemple d'instabilité en stricti` n - F17TNb, 250-850°C en phase -

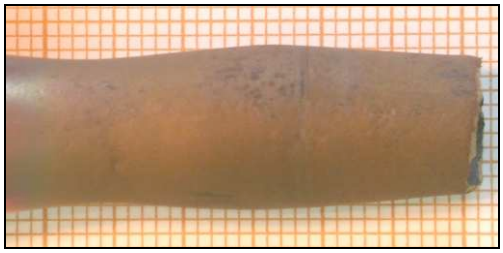


figure 5.94 : exemple d'instabilité mise en t` nneau - R20-12, 250-850°C h` rs phase -

Ces types d'instabilités ont déjà été rencontrés et discutés par Scheffler [5] et Coffin [6] en 1976 pour une grande variété de matériaux (alliage de tantale, cuivre, acier inoxydable AISI 304…). Il semble s'agir d'un phénomène générique aux matériaux ayant une grande sensibilité à la vitesse de déformation ou une forte réduction de la contrainte d'écoulement à haute température. Ces auteurs associent ces phénomènes à un gradient de propriétés mécaniques ou de distribution de la température le long de la zone utile des éprouvettes.

Plus récemment, la mise en tonneau sous sollicitation thermomécanique *hors phase* est également constatée par Barlas lors de sa thèse de doctorat portant sur des alliages d'aluminium [7]. Pour cet auteur, la cause de cette instabilité est uniquement le gradient thermique régnant en zone utile, entraînant alors un gradient de propriétés mécaniques le long de celle-ci (vieillissement hétérogène). Un élégant calcul de structure avec une loi de comportement sensible au vieillissement du matériau permet d'ailleurs d'obtenir progressivement la *mise en tonneau* observée expérimentalement.

4.2. Critère de ruine

Ugine & ALZ utilise un critère de ruine basé sur le modèle de Taira [8]. La durée de vie d'une éprouvette de fatigue thermique y est fonction de la déformation viscoplastique cumulée au point intrados (nuances ferritiques) ou extrados (nuances austénitiques) et de la température maximale du cycle thermique. Il est proposé de s'orienter vers un modèle s'approchant davantage de la réalité physique.

La ruine des éprouvettes de fatigue thermique s'effectue suivant un mécanisme de fissuration. La longueur des fissures en fonction du nombre de cycles thermiques est très bien décrite par une régression logarithmique (fig 4.26 et 4.36). Un modèle de propagation de fissures semble alors adéquat et sa formulation empirique s'écrit [9] :

$$\frac{da}{dN} = Ba^{Q}$$

avec *da/dN* la propagation d'une fissure de longueur *a* par cycle, *B* et *Q* deux constantes. Suivant cette formulation, l'amorçage de la fissure se produit dès le premier cycle.

Ne disposant d'aucune durée de vie sous sollicitation mécanique simple pour la nuance F17TNb et de juste quatre nombres de cycles à rupture en régime isotherme pour la nuance R20-12 (deux par fréquence de sollicitation), il n'est évidemment pas possible de caler un critère de ruine en fatigue thermique à partir des résultats expérimentaux obtenus dans cette étude.

Les durées de vie obtenues antérieurement par Ugine & ALZ en fatigue oligocyclique à 300°C et 850°C pour la nuance F17TNb sont alors utilisées [10] ainsi que les résultats du calcul par éléments finis de l'éprouvette de fatigue thermique de cette même nuance dans l'intervalle 250-950°C. Dans cette première approche, les résultats de la *note technique* de fatigue oligocyclique d'Ugine & ALZ sont pris tels quels en dépit des instabilités géométriques des éprouvettes apparaissant à chaud.

Un modèle de microfissuration de type Tomkins est essayé. Ce modèle s'écrit en fonction des amplitudes de déformation plastique $\Delta\varepsilon_p$ et de contrainte $\Delta\sigma$ [11] :

$$\frac{da}{dN} = \Delta\varepsilon_p\, a \left(\frac{1}{\cos\frac{\pi}{2}\frac{\Delta\sigma}{2T}} - 1 \right)$$

soit, avec les développements limités $\cos u = 1 - \frac{u^2}{2}$ et $\frac{1}{1-u} = 1 + u$,

$$\frac{da}{a} = \frac{\pi^2}{32}\frac{(\Delta\sigma)^2}{T^2}\Delta\varepsilon_p\, dN$$

Cette formulation est du type

$$\log(a) = \log(a_0) + B^{*}.N \quad \text{avec} \quad B^{*} = \frac{\pi^2}{32}\frac{(\Delta\sigma)^2}{T^2}\Delta\varepsilon_p \quad \text{et} \quad Q = 1$$

Le paramètre *T* est compris entre la limite d'élasticité et la résistance mécanique [11]. Il est supposé que la valeur de ce paramètre *T* est celle de la résistance mécanique.

Le calcul du produit *B** est effectué dans le cas de la nuance F17TNb pour chaque essai de fatigue oligocyclique (300 et 850°C) et de l'essai fatigue thermique au point intrados. Chaque valeur du produit *B** est reportée à la durée de vie expérimentale correspondante suivant une représentation logarithmique (fig 5.95).

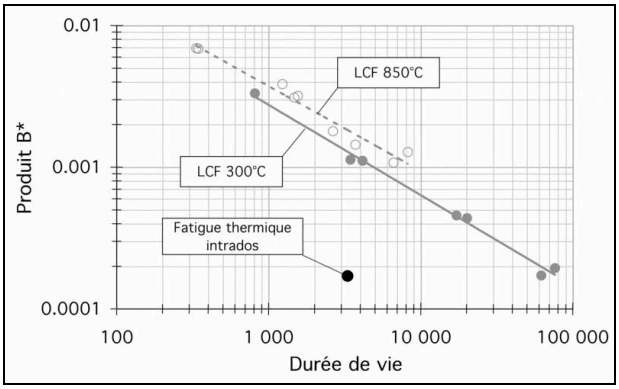


figure 5.95 : *Produit « Tomkins » - durée de vie* ***en fatigue oligocyclique (300 et 850°C) et thermique (250-950°C) pour la nuance F17TNb***

Les points correspondant aux différentes conditions expérimentales n'étant pas alignés sur une droite unique (sensibilité à la température) et, de plus, les pentes des courbes *produit B* - durée de vie* de fatigue oligocyclique étant différentes de -1 sur cette représentation logarithmique, le modèle de Tomkins *standard* n'est pas applicable.

Une autre démarche est de raisonner, pour le terme *B**, sur la densité d'énergie plastique dissipée par unité volumique.

En fatigue oligocyclique, l'énergie plastique dissipée correspond à l'aire de chaque boucle *déformation plastique - contrainte*. En fatigue thermique, le mode d'ouverture des éprouvettes est le plus endommageant et le raisonnement énergétique se limite alors à la composante d'ouverture suivant la direction 1 de plus grande contrainte nominale (énergie $= \int \sigma_{11} d(\varepsilon_{11})_p$). Seules les contraintes positives, permettant la propagation des fissures, sont considérées.

Le calcul de la composante d'ouverture de l'énergie en fonction des durées de vie respectives est présenté à la figure 5.96 suivant une représentation logarithmique.

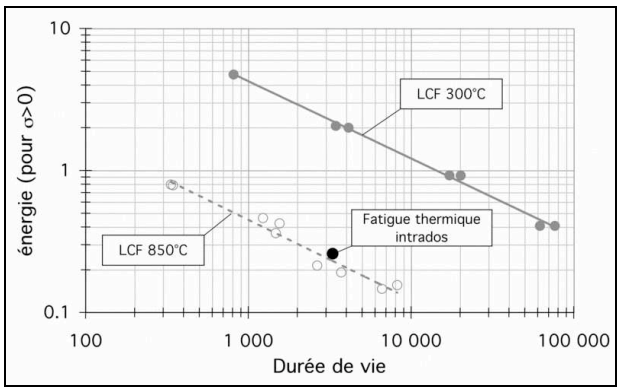


figure 5.96 : *Energie plastique - durée de vie* ***en fatigue oligocyclique (300 et 850°C) et thermique (250-950°C) pour la nuance F17TNb***

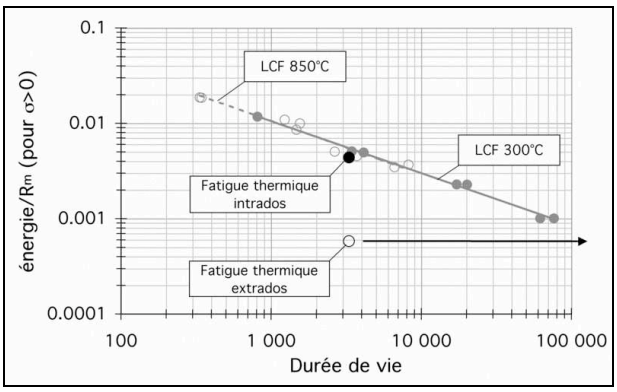


figure 5.97 : *Energie plastique normalisée par la résistance mécanique - durée de vie* ***en fatigue oligocyclique (300 et 850°C) et thermique (250-950°C) pour la nuance F17TNb***

Sur cette représentation (fig 5.96), les différents points ne sont à nouveau pas tous alignés, ce qui ne permet pas de formuler un critère de ruine applicable à tous les essais. Cependant, en normalisant la densité d'énergie par la résistance mécanique en traction aux températures considérées, une bonne corrélation empirique est obtenue et permet alors de s'affranchir de l'effet de la température (fig 5.97).

Pour l'acier F17TNb, la durée de vie en fatigue thermique au point intrados correspond à la droite moyenne des durées de vie obtenues en fatigue oligocyclique suivant la composante d'ouverture de l'énergie normalisée par la résistance mécanique. La durée de vie au point extrados serait, suivant ce raisonnement, de 204 000 cycles soit plus de 60 fois plus élevée.

Ainsi, un modèle de microfissuration fonction de l'énergie plastique dissipée à l'ouverture normalisée par la résistance mécanique pourrait être formulé, la propagation des fissures s'effectuant suivant un mécanisme faisant appel au concept de COD (*crack opening displacement*). Des essais de fissuration pourraient être réalisés à basse température pour caler ce modèle suivant des conditions où les éprouvettes d'essai demeurent stables.

La nuance R20-12 est particulièrement sensible à l'oxydation aux températures les plus élevées. Les essais de fissuration proposés pourraient alors être composés de phases d'exposition à haute température pour favoriser l'oxydation. Ces phases pourraient être réalisées à contrainte nulle pour conserver la stabilité des éprouvettes. Il serait ainsi possible d'avoir accès au comportement en fissuration à froid de matériaux oxydés. La sensibilité à l'oxydation pourrait également être formulée par différentes équations issues de modèles d'écaillage par exemple.

Le modèle ainsi formulé consisterait en la propagation de fissures à basse température couplée à l'oxydation avec une force motrice énergétique. Il serait traité en post-traitement du calcul par éléments finis de l'éprouvette de fatigue thermique et permettrait alors de déterminer la durée de vie de la structure. L'adéquation entre la longueur des fissures calculées et celles mesurées expérimentalement en fatigue thermique 250-950°C permettraient de valider ce modèle.

5. Conclusions

Des essais mécaniques uniaxiaux sont réalisés à 300, 650 et 850°C sur des éprouvettes de type *élément de volume* de nuances F17TNb et R20-12. Aux deux premières températures, les deux matériaux présentent des comportements relativement similaires. Cependant, contrairement à la nuance ferritique, aucune relaxation des contraintes n'est observée à 300°C pour l'acier R20-12. D'autre part, un phénomène de restauration partielle de la microstructure du matériau R20-12 est observé à 650°C et se traduit principalement par une relaxation des contraintes plus complexe que la relaxation de type logarithmique de la nuance F17TNb.

A 850°C, les propriétés mécaniques de l'acier F17TNb sont très faibles. La limite d'élasticité et la consolidation de ce matériau sont particulièrement limitées et aucun durcissement n'est observé. A l'opposé, l'acier inoxydable R20-12 présente des propriétés mécaniques plus élevées permettant atteindre à cette température et pour tous les essais mécaniques réalisés des niveaux de contraintes trois fois supérieurs.

Des essais mécaniques non isothermes sont également effectués sur les deux nuances, principalement suivant les sollicitations *en phase* et *hors phase* dans l'intervalle 250-850°C. L'acier inoxydable F17TNb ne présente à nouveau aucun durcissement. Au cours de ces essais, des instabilités géométriques apparaissent à grand nombre de cycles, quelle que soit la nuance, et ne permettent pas de déterminer des durées de vie.

Une modélisation du comportement est réalisée pour chaque matériau. Un modèle élasto-viscoplastique est choisi compte tenu des comportements mécaniques particulièrement visqueux des deux matériaux aux hautes températures. Ce modèle requiert sept paramètres viscoplastiques pour la nuance ferritique et deux paramètres supplémentaires sont nécessaires à la modélisation du comportement du matériau R20-12 pour tenir compte des effets de la restauration.

Ces deux modèles sont identifiés à partir des essais expérimentaux isothermes puis validés en régime non isotherme. De très bonnes adéquations entre les comportements expérimentaux et simulés sont obtenues pour les deux matériaux selon les régimes isotherme et non isotherme. Les lois de comportements déterminées sont applicables à des calculs de structure.

Toutefois, une restauration complète de la microstructure semble se produire à haute température dans le cas de l'acier F17TNb. Celle-ci apparaît suffisamment rapide pour qu'il ne soit pas nécessaire de l'introduire dans la loi de comportement de ce matériau. Il convient alors d'imposer un coefficient Q nul à toutes les températures pour qu'aucun durcissement ne puissent se produire lors des transitoires non isothermes. Cette simplification est utilisable en première approximation.

Un calcul de structure de l'éprouvette de fatigue thermique est réalisé pour la nuance F17TNb. Les résultats de ce calcul montrent notamment que la sollicitation thermomécanique au point intrados est plus sévère que celle au point extrados de la dite structure. Ce résultat est en bon accord avec les observations expérimentales d'éprouvettes de fatigue thermique. D'autre part, le calcul par éléments finis d'un collecteur d'échappement est également effectué. Les niveaux de contraintes les plus élevés ainsi que les localisations de la déformation viscoplastique cumulée maximale se situent aux pontages des tubes d'échappement, soit aux zones critiques également observées expérimentalement.

Lors des essais mécaniques pratiqués aux températures les plus élevées en régimes isotherme et non isotherme, des instabilités géométriques ou l'amorçage de fissures sous les couteaux de l'extensomètres ne permettent pas d'accéder aux durées de vie des matériaux F17TNb et R20-12. Il n'est alors pas possible d'identifier un critère de ruine. Une méthodologie basée sur un mécanisme de fissuration à basse température, éventuellement couplé à des expositions à haute température pour oxyder le matériau, est alors proposée pour contourner ces difficultés expérimentales.

Références de la Partie 5

[1] M.J. Manjoine, *Stress relaxation characteristics of type 304 stainless steel*, Creep and fatigue in elevated temperature application, London, UK (1974)

[2] R. Sandström, B.G. Ivarsson and P.J. Henderson, *Thermo-mechanical fatigue of the austenitic stainless steel 253MA*, Applications of stainless steel '92, Stockholm, Sweden (1992)

[3] J. Lemaître et J.L. Chaboche, *Mécanique des matériaux solides*, Dunod (1985)

[4] I. Evenepoel et P.O. Santacreu, *Simulation de l'essai de fatigue thermique Ugine avec ABAQUS,* Note technique Ugine, p1-25 (2000)

[5] K.D. Sheffler, *Vaccum Thermal-Mechanical Fatigue Behavior of Two Iron-Base Alloys,* Thermal Fatigue of Materials and Components, ASTM STP 612, p214-226 (1976)

[6] L.F. Coffin, *Instability Effects in Thermal Fatigue,* Thermal Fatigue of Materials and Components, ASTM STP 612 p227-238 (1976)

[7] B. Barlas, *Etude du comportement et de l'endommagement en fatigue d'alliages d'aluminium de fonderie*, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (2004)

[8] S. Taira, ASTM STP 520, p80-101 (1973)

[9] R.P. Skelton, *Low Cycle Fatigue and Life Prediction,* ASTM STP 770, p337-381 (1982)

[10] B. Proult, *Caractérisation en fatigue oligocyclique du F17TNb (1.4509) à 20°C, 300°C, 650°C et 850°C,* Note technique Ugine, p1-14 (2001)

[11] B. Tomkins, *Fatigue Crack Propagation - An Analysis,* Philosolical Magazine, p1041-1066 (1968)

Conclusion générale et perspectives

L'utilisation de tôles d'aciers inoxydables constitue un nouvel axe de développement pour l'application *collecteur d'échappement* des véhicules automobiles. Les propriétés mécaniques et de résistance à l'oxydation de ces matériaux sont supérieures à celles des fontes classiquement utilisées pour la fabrication de ces pièces, ce qui permet des gains de poids intéressants et en font des matériaux plus fiables. Seul leur coût limite encore leur généralisation à tous les véhicules.

Les aciers inoxydables F17TNb et R20-12 sont des aciers formulés pour des applications à haute température. La forte teneur en chrome de ces matériaux assure une bonne tenue à l'oxydation alors que la teneur en carbone est très basse afin de limiter les risques de précipitation de carbures de chrome. Cette propriété est renforcée dans le cas du matériau F17TNb par une double stabilisation au titane et au niobium.

Les résistances à l'oxydation continue de ces matériaux sont similaires sur un large intervalle de température et très supérieure à celles des nuances plus classiques telle que l'AISI 304. Toutefois, la résistance à l'oxydation cyclique du matériau R20-12 est plus faible que celle de l'acier F17TNb aux températures élevées et aux temps longs.

Les comportements mécaniques des aciers inoxydables F17TNb et R20-12 sont globalement du même ordre aux températures de 300 et 650°C. Au-delà, la viscoplasticité devient prépondérante et les propriétés mécaniques s'effondrent rapidement avec l'augmentation de température. Dès 750°C, la consolidation de la nuance F17TNb est quasi nulle et le fluage est principalement de nature tertiaire. A contrario, l'acier R20-12 présente dans cette gamme de températures des propriétés mécaniques bien supérieures.

Si un durcissement cyclique de la nuance F17TNb est constaté lors des essais mécaniques à 300 et 650°C, aucun durcissement n'est observé lors des essais isothermes à 850°C et des essais non isothermes 250-850°C et 250-900°C. Il apparaît ainsi un phénomène de restauration totale de la microstructure de l'acier F17TNb lorsque ce matériau est porté à des températures suffisamment élevées. A l'opposé, une restauration partielle du matériau R20-12 est observée à 650°C.

L'essai de fatigue thermique développé par Ugine & ALZ est peu onéreux et facile à mettre en œuvre. L'endommagement des éprouvettes testées suivant cet essai apparaît représentatif de l'endommagement observé sur collecteurs réels. Cependant, l'instrumentation sommaire de cet essai, qui d'ailleurs lui confère sa simplicité de réalisation, se révèle insuffisante pour déterminer les états de contrainte et de déformation aux diverses régions des éprouvettes. Une simulation numérique est pour cela nécessaire.

Si les faciès de ruptures des nuances F17TNb et R20-12 testées en fatigue thermique suivant le cycle thermique 250-950°C sont très différents, l'endommagement de ces matériaux est dans un premier temps identique. La sollicitation *hors phase* de la zone inférieure du coude de l'éprouvette est plus sévère que la sollicitation thermomécanique *en phase* au sommet du coude et conduit à l'amorçage puis la propagation des premières fissures.

Dans le cas du matériau F17TNb, cet endommagement se poursuit jusqu'à la ruine de la structure. L'endommagement de la nuance R20-12 est plus complexe, un couplage entre l'oxydation et la déformation se produisant aux zones supérieures du coude de l'éprouvette au cours de l'essai de fatigue thermique. Pour des cycles thermiques 250-900°C et 250-950°C, ce couplage conduit à la ruine de la structure. Avec une température maximale moindre (850°C), l'endommagement induit par ce couplage est plus faible et le mécanisme de ruine de la structure austénitique est alors similaire à celui de la nuance ferritique.

Le comportement mécanique des matériaux étudiés est bien modélisé par une loi élasto-viscoplastique. Outre les paramètres élastiques module d'élasticité et coefficient de Poisson, cette loi nécessite deux coefficients caractéristiques de la viscosité du matériau, trois pour l'écrouissage isotrope et deux pour l'écrouissage cinématique. Dans le cas du matériau austénitique R20-12, deux paramètres supplémentaires sont nécessaires à la bonne description des comportements expérimentaux afin de prendre en compte les effets de la restauration.

Ces lois, identifiées à partir des essais mécaniques isothermes puis validées en régimes non isothermes, sont en très bonne adéquation avec les comportements expérimentaux. Elles sont applicables à des calculs de structures. Les calculs aux éléments finis de l'essai de fatigue thermique et d'un collecteur d'échappement, tous deux de nuance F17TNb, donnent des résultats réalistes. Cependant, la loi de comportement du matériau F17TNb ainsi formulée ne peut tenir compte en régime non isotherme à la fois du durcissement observé à 300 et 650°C et de la restauration totale de la microstructure apparaissant lors des essais mécaniques portés à des températures de l'ordre de 850°C. Des paramètres supplémentaires seraient nécessaires.

Compte tenu des faibles propriétés mécaniques de ces matériaux à très haute température, les essais mécaniques les plus chauds (850°C) sont particulièrement délicats à réaliser. Des instabilités géométriques sont constatées et ne permettent pas de déterminer des durées de vie. Il n'est pas possible d'identifier un critère de ruine. Une méthodologie basée sur des essais de fissuration à froid est alors proposée.

Les propriétés prépondérantes d'un matériau résistant à l'essai de fatigue thermique sont un coefficient de dilatation thermique faible, une forte résistance à l'oxydation ainsi qu'une résistance à la fissuration (amorçage et propagation) élevée et une stabilité microstructurale sur un large intervalle de températures.

Des différentes nuances d'aciers inoxydables, les nuances ferritiques semblent présenter le meilleur compromis pour l'application *collecteur d'échappement.* Moins onéreuses que les nuances austénitiques (moins d'éléments d'addition et notamment de nickel), les nuances ferritiques ont une expansion thermique moins importante. Les amplitudes de déformation engendrées pour un cycle thermique donné sont ainsi plus faibles que pour les nuances austénitiques, sollicitant moins le matériau et sa couche d'oxydes. Ainsi, en dépit de propriétés mécaniques plus faibles à chaud, il s'agit des nuances les plus avantageuses pour l'application *collecteur d'échappement*.

Des travaux complémentaires à cette étude pourraient être envisagées.

L'importance du couplage *déformation-oxydation* observé en fatigue thermique pour la nuance R20-12 est fonction de la température maximale du cycle thermique appliqué. Ce couplage apparaît suffisamment fort lors des cycles thermiques 250-900°C et 250-950°C pour conduire à la ruine de la structure. Une caractérisation plus avancée de ce couplage est indispensable à la compréhension de l'influence de la température maximale du cycle thermique sur l'endommagement en fatigue thermique de la nuance austénitique R20-12.

Les simulations des comportements isothermes et non isothermes des matériaux F17TNb et R20-12 sont en bonne adéquation avec les résultats expérimentaux. Cependant, seules trois températures servent de références à l'identification de ces lois. Il peut tout d'abord être proposé d'effectuer quelques essais supplémentaires à 650°C pour améliorer la base de données d'identification du comportement à cette température. Ensuite, des essais mécaniques réalisés aux températures intermédiaires (notamment à 750°C) et à basse température (à l'ambiante par exemple) permettraient d'améliorer et d'étendre la description du comportement non isotherme des nuances F17TNb et R20-12.

Enfin, des essais de fissuration sont proposés afin d'identifier un critère de ruine en fatigue thermique. Ce critère pourrait être traité en post-traitement du calcul par éléments finis d'une structure. Toutefois, l'application de ce critère paraît plus complexe dans le cas du matériau R20-12 compte tenu de la sensibilité de son endommagement à la température maximale du cycle thermique appliqué.

Résumé

Les collecteurs d'échappement des véhicules automobiles sont des pièces sollicitées en fatigue thermique de manière prépondérante. Pour la fabrication de ces pièces, les aciers inoxydables viennent aujourd'hui concurrencer la fonte traditionnellement utilisée.

Afin de qualifier les différentes nuances de sa gamme vis-à-vis de cette application, la société Ugine & ALZ, fabriquant d'aciers inoxydables, a développé un essai original de fatigue thermique. Si cet essai apparaît représentatif des sollicitations thermomécaniques subies par les collecteurs en zones critiques, différents mécanismes de ruine sont observés entre les nuances ferritiques et austénitiques.

Le sujet de la présente thèse concerne l'endommagement en fatigue thermique d'aciers inoxydables pour l'application automobile *collecteur d'échappement*. Deux aciers inoxydables sont étudiés : une nuance ferritique nommée F17TNb (17%Cr stabilisé Ti et Nb) et une nuance austénitique nommée R20-12 (20%Cr et 12%Ni).

Le premier objectif est de comprendre la différence d'endommagement apparaissant en fatigue thermique entre les nuances ferritiques et austénitiques. Le second objectif est de développer un outil de dimensionnement des structures sollicitées en fatigue thermique.

Mots clés

Fatigue thermique, collecteur d'échappement, acier inoxydable, observation métallurgique, essais mécaniques isothermes et non isothermes, loi de comportement élasto-viscoplastique.

Abstract

Thermal cycling is the main cause of fatigue failure in automobile exhaust manifolds for which the use of stainless steel now rivals that of cast iron which has been traditionally used.

An original fatigue test has been developed by Ugine & ALZ, a stainless steel producer, so as to be able to compare different grades of stainless steel alloys. This test is representative of the thermal conditions encountered in the critical zones of exhaust manifolds. However, it has revealed significant differences in damage processes in the ferritic and austenitic grades tested.

The subject of this thesis is the damage processes induced by thermal fatigue in stainless steels used for automotive exhaust manifolds. Two stainless steels were studied : a ferritic grade, F17TNb (17%Cr and stabilized with Ti and Nb), and an austenitic grade, R20-12, containing 20% Cr and 12% Ni.

The first objective was to understand the different damage processes induced by thermal fatigue in the ferritic and austenitic grades. The second was to develop a numerical design tool of the thermally tested structures.

Key words

Thermomechanical fatigue, exhaust manifold, stainless steel, metallurgical observation, isothermal and non isothermal mechanical tests, elasto-viscoplatic model.