



**HAL**  
open science

# Fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques - Influence de l'écrouissage sur l'endommagement intergranulaire

Quentin Auzoux

► **To cite this version:**

Quentin Auzoux. Fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques - Influence de l'écrouissage sur l'endommagement intergranulaire. Mécanique [physics.med-ph]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2004. Français. NNT: . tel-00273520

**HAL Id: tel-00273520**

**<https://pastel.hal.science/tel-00273520>**

Submitted on 15 Apr 2008

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

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



Cette thèse est dédiée à ma grand-tante Marie AUZOUX, décédée à quelques semaines de ma soutenance, à l'âge de 89 ans.  
« Nanie » avait dû interrompre sa thèse de doctorat en pharmacie à cause de la Seconde Guerre Mondiale.  
Elle m'a toujours encouragé à faire de la recherche et s'est montrée particulièrement attentive à mon travail.

## Résumé

La fissuration en relaxation se développe au voisinage de certaines soudures en acier inoxydable austénitique lorsque celles-ci sont réchauffées à des températures supérieures à 450°C. Cet endommagement intergranulaire intervient lorsque les zones affectées ne possèdent pas une ductilité suffisante pour relaxer les contraintes résiduelles liées au soudage.

L'analyse de zones affectées en acier 316 (17Cr-12Ni-2.5Mo) a montré que celles-ci étaient fortement écrouies lors du soudage et que les fissures intergranulaires résultaient de la coalescence de micro-cavités similaires à celles observées en fluage. Une microstructure équivalente à celle des zones affectées a été reproduite par laminage pour trois aciers de type 316 possédant des teneurs en carbone et en azote différentes (316L, 316L(N), 316H). Des essais de traction, de fluage et de relaxation ont été réalisés à 550°C et à 600°C sur des éprouvettes lisses, entaillées et pré-fissurées prélevées dans ces coupons laminés ainsi que dans des coupons vierges. L'écrouissage entraîne un fort durcissement lié à l'effet direct de l'augmentation de la densité de dislocations et une chute de la ductilité qui n'est pas due à un changement de mécanisme de rupture mais à une augmentation de la cinétique d'endommagement intergranulaire. Cette fragilisation par écrouissage est telle que l'on est parvenu à reproduire la propagation de fissure en relaxation sur matériau écroui alors qu'elle reste très limitée sur matériau vierge. L'importance de l'écrouissage sur la fissuration en relaxation, déjà évoquée par Chabaud-Reytier (1999) à propos d'un acier inoxydable stabilisé au titane de type 321 (18Cr-10Ni-0.5Ti), concerne donc également les aciers non stabilisés de type 316 quelle que soit leur teneur en éléments interstitiels.

A partir de mesures de la densité locale de micro-fissures et de calculs des champs mécaniques par éléments finis, un nouveau modèle d'endommagement intergranulaire a été identifié sur des éprouvettes entaillées en acier 316L(N) testées en fluage à 600°C. Ce modèle permet de rendre compte de l'effet fragilisant de l'écrouissage, en fluage comme en relaxation, et met en évidence l'importance du taux de triaxialité des contraintes sur la cinétique de l'endommagement intergranulaire. Le risque de fissuration en relaxation au voisinage d'une soudure peut alors être estimé à partir des champs de contraintes et de déformations résiduelles.

## Remerciements

Avant toute chose, je tiens à souligner que ce travail personnel a demandé la participation de nombreuses personnes que je tiens à remercier chaleureusement :

- André PINEAU : mon professeur à l'Ecole des Mines et mon directeur de thèse au Centre des Matériaux, un esprit libre. Il a su me faire profiter de ses qualités pédagogiques, de son enthousiasme et de sa culture. Je le remercie également pour la grande liberté qu'il m'a accordée ainsi que la grande disponibilité dont il a fait preuve à mon égard
- Lucien ALLAIS : mon responsable au Service de Recherches Métallurgiques Appliquées du CEA Saclay. Son pragmatisme m'a permis de maintenir l'équilibre entre l'intérêt industriel et l'intérêt scientifique de la thèse. De plus, il a toujours su mettre à ma disposition les moyens nécessaires à l'avancement de la thèse. Je le remercie aussi à titre personnel pour son accueil au SRMA
- Anne-Françoise GOURGUES-LORENZON : co-directeur de thèse au Centre de Matériaux, que je remercie pour sa relecture attentive du mémoire, son aide sur l'EBSD et pour avoir réussi à me faire respecter certains délais...
- Philippe BOMPARD, professeur à l'Ecole Centrale Paris, et Suzanne DEGALLAIX, professeur à l'Ecole Centrale Lille, qui ont accepté d'être rapporteurs de la thèse
- Claude ESCARAVAGE : ingénieur à Framatome-ANP, examinateur de la thèse qui a permis de confronter ce travail de thèse à la réalité industrielle
- Anne FALANGA : ancien chef du SRMA, qui a monté le financement de cette thèse par le CEA
- Christel CAES : technicienne exceptionnellement gentille, qui a réalisé au SRMA de nombreux essais mécaniques présentés ici, tout comme Véronique LEZAUD (fan, comme moi, de David BOWIE), Blaise GIRARD (qui, quoi qu'il en dise, ressemble bel et bien à Marcel GOTLIB) et Ivan TOURNIE (qui étudie chez lui la fissuration des structures maçonnées)
- Philippe DUBUISSON, Isabelle MONNET, Thierry VAN DEN BERGHE, et Marie-Pierre HUGON, les microscopistes électroniques en transmission du SRMA
- Véronique RABEAU et Annick BOUGAULT, les métallographes expertes du SRMA
- René LOCICERO, Anne LAURENT, Michel ROUSSELOT, Julie HEURTEL et Jérôme LABROUSSE, les techniciens de l'équipe MM (toutes générations confondues...)
- Eva HERIPRE et Philippe CARTIGNY, mes stagiaires dévoués et travailleurs, à qui je souhaite un avenir radieux
- Danielle AYRAULT, Franck GABRIEL, André FONTES et Olivier ASSERIN de l'Unité Technique d'Assemblage du CEA Saclay
- Michel BORNERT, Daniel CALDEMAISON et Jérôme CREPIN du Laboratoire de Mécanique des Solides de l'Ecole Polytechnique
- Mike W. SPINDLER, de British Energy
- Marie-Thérèse CABRILLAT et Bruno MICHEL, du CEA Cadarache

## Remerciements

---

- Jean-Loup STRUDEL, professeur à l'Ecole des Mines de Paris et grand spécialiste de la relaxation
- Lyliane POTIQUET, la dessinatrice du SRMA
- Michel MOTTOT et Michel "NONO", les infatigables footballeurs du labo de fatigue du SRMA
- Frédéric MIGNOT et Lionel GELEBART les ex-thésards du LMS que je remercie pour leur accueil chaleureux à l'X
- Bernard MARINI, du SRMA, grand expert de la métallurgie mécanique et de la musique rock en général
- Magali CHABAUD-REYTIER, ancienne thésarde du SRMA qui a affronté la fissuration en relaxation du 321
- Odile ADAM, la courageuse documentaliste du CdM
- Jo VALY et Alain NASLOT, les électriciens les plus sympas du CdM
- Mireille JOUAN, Sylvie COIGNARD, Liliane LOCICERO et Véronique DIAMANTINO, les secrétaires de choc du SRMA et du CdM
- Jacky HIVROZ et Pierre FORGET, les "jeunes et dynamiques" marins et marathoniens du SRMA
- Valérie MAILLOT et Fabien ONIMUS, les ex-thésards du SRMA, maintenant jeunes embauchés
- Les camarades thésards du CdM : Franck ALEXANDRE, Bruno BARLAS, Sylvain FLOURIOT, Thierry DILLARD, Laurent BUCHER, Nader HADDAR, Stéphane HERTZ-CLEMENT, Christian COLIN, Isabelle ROLLAND, Isabelle LECALLIER, Amine BENNANI, Vincent GAFFARD, Nicolas MARCHAL, Stéphanie GRAFF, Alexandra ASSERIN, Charlotte BOUCHET, Géraldine PERRIN, Alexandra MARIE-LOUISE, Khaled LAYOUNI, Mélanie CHALLIER, Rachid KABIRI, Luc LAM THANH, Benoît TANGUY et les autres
- Mes parents, grands-parents, oncles et frères
- Pierre GAVOILLE, mon meilleur ami, compagnon de galère et de joie depuis l'Ecole des Mines
- Alexandre MAZEL et Alexis BOURGEOIS, mes autres meilleurs amis
- Carlo COSSU, mon ami chercheur engagé du laboratoire d'hydrodynamique de l'X
- Anne LE TENEHUIC, mon amie qui est venue du Laos pour assister à la soutenance
- Didier WAMPAS, Elvis COSTELLO et les WHITE STRIPES pour leur soutien musical constant durant les trois ans de thèse
- ELLIOTTE, mon chat qui m'a beaucoup aidé lors de la rédaction de la thèse... en marchant sur le clavier
- Anne JOUAN, qui ensoleille ma vie
- Les oubliés de la liste auxquels je présente mes excuses...

# Table des matières

<b>Introduction</b>	<b>11</b>
<b>I Bibliographie</b>	<b>13</b>
<b>I.1 Métallurgie structurale et déformation des aciers inoxydables austénitiques</b>	<b>13</b>
<i>I.1.1 Généralités</i>	13
I.1.1.1 Métallurgie structurale	13
I.1.1.2 Déformation	17
<i>I.1.2 Précipitation des carbures et des carbo-nitrides</i>	18
I.1.2.1 Thermodynamique de la précipitation	18
I.1.2.2 Cinétique de la précipitation	20
<i>I.1.3 Zones affectées par le soudage</i>	22
I.1.3.1 Recristallisation	22
I.1.3.2 Ecrouissage	22
I.1.3.3 Remise en solution et précipitation des carbures et des carbo-nitrides	24
I.1.3.4 Cinétique de restauration de l'écrouissage	26
<i>I.1.4 Résumé du paragraphe I.1</i>	28
<b>I.2 Fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques</b>	<b>29</b>
<i>I.2.1 Expérience industrielle</i>	29
I.2.1.1 Identification de la fissuration en relaxation	29
I.2.1.2 Matériaux concernés et domaine de température	29
I.2.1.3 Facteurs influençant la fissuration en relaxation	31
I.2.1.4 Solutions proposées	32
<i>I.2.2 Fissuration en relaxation des aciers stabilisés</i>	32
I.2.2.1 Reproduction de la fissuration en relaxation	32
I.2.2.2 Mécanismes proposés	34
<i>I.2.3 Fissuration en relaxation des aciers non stabilisés</i>	37
I.2.3.1 Reproduction de la fissuration en relaxation	37
I.2.3.2 Ductilité en fluage des zones affectées	37
I.2.3.3 Mécanismes de fissuration	39
<i>I.2.4 Résumé du paragraphe I.2</i>	40
<b>I.3 Fluage des aciers inoxydables austénitiques</b>	<b>41</b>
<i>I.3.1 Comportement</i>	41
I.3.1.1 Aciers testés à l'état hypere trempé	41
I.3.1.2 Aciers testés à l'état écroui	45
<i>I.3.2 Endommagement et rupture</i>	52
I.3.2.1 Aciers testés à l'état hypere trempé	52
I.3.2.2 Aciers testés à l'état écroui	56
<i>I.3.3 Fluage des aciers inoxydables austénitiques stabilisés</i>	63
I.3.3.1 Aciers testés à l'état hypere trempé	63
I.3.3.2 Aciers testés à l'état écroui	65
<i>I.3.4 Résumé du paragraphe I.3</i>	68
<b>I.4 Conclusions</b>	<b>69</b>

<b>II</b>	<b>Matériaux</b>	<b>70</b>
<b>II.1</b>	<b>Composition chimique et état de réception</b>	<b>70</b>
II.1.1	Acier 316L(N) à l'état de réception .....	71
II.1.2	Acier 316H à l'état de réception .....	72
II.1.3	Acier 316 L à l'état de réception .....	75
II.1.4	Résumé du paragraphe II.1.....	75
<b>II.2</b>	<b>Analyse de zones affectées réelles</b>	<b>76</b>
II.2.1	Fissures et zones affectées en acier 316H.....	76
II.2.1.1	Fissures de relaxation	76
II.2.1.2	Zones affectées	79
II.2.2	Zones affectées en acier 316L(N) et 316L .....	82
II.2.2.1	Présentation des soudures étudiées	82
II.2.2.2	Ecrouissage des zones affectées	83
II.2.2.3	Etude thermique et interprétation	89
II.2.3	Résumé du paragraphe II.2.....	92
<b>II.3</b>	<b>Analyse de zones affectées simulées</b>	<b>93</b>
II.3.1	Traitement thermo-mécanique de simulation .....	93
II.3.2	Zones affectées simulées non vieilles .....	95
II.3.2.1	Taille de grains	95
II.3.2.2	Dureté	95
II.3.2.3	Microstructure de dislocations et précipitation	96
II.3.2.4	Représentativité des zones affectées simulées non vieilles	98
II.3.3	Zones affectées simulées vieilles .....	99
II.3.3.1	Vieillisements de type fonctionnement en service	99
II.3.3.2	Vieillissement de type détensionnement des soudures	101
II.3.4	Résumé du paragraphe II.3.....	103
<b>II.4</b>	<b>Conclusions</b>	<b>104</b>

<b>III</b>	<b>Essais mécaniques et observations métallographiques</b>	<b>105</b>
<b>III.1</b>	<b>Comportement mécanique</b>	<b>106</b>
III.1.1	<i>Essais de traction sur éprouvettes lisses</i> .....	106
III.1.1.1	Conditions expérimentales et remarques préliminaires	106
III.1.1.2	Effet de l'écroissage par laminage	106
III.1.1.3	Effet de la vitesse de déformation	110
III.1.1.4	Effet du lieu et du sens de prélèvement des éprouvettes	111
III.1.1.5	Comparaison entre les différents aciers	112
III.1.2	<i>Essais de fluage sur éprouvettes lisses</i> .....	113
III.1.2.1	Conditions expérimentales et remarques préliminaires	113
III.1.2.2	Mise en charge	113
III.1.2.3	Effet de l'écroissage par laminage	114
III.1.2.4	Comparaison des différents aciers	117
III.1.3	<i>Essais de relaxation sur éprouvettes lisses</i> .....	118
III.1.3.1	Conditions expérimentales et remarques préliminaires	118
III.1.3.2	Mises en charge	118
III.1.3.3	Relaxation	120
III.1.4	<i>Mécanismes de déformation</i> .....	124
III.1.5	<i>Résumé du paragraphe III.1</i> .....	126
<b>III.2</b>	<b>Endommagement et rupture</b>	<b>127</b>
III.2.1	<i>Essais de relaxation sur éprouvettes CT</i> .....	127
III.2.1.1	Conditions expérimentales et remarques préliminaires	127
III.2.1.2	Reproduction de la fissuration en relaxation	128
III.2.1.3	Comparaison entre l'état écroui et l'état hyperecreu	134
III.2.1.4	Effet d'un pré-vieillissement	136
III.2.2	<i>Essais de traction et de fluage sur éprouvettes lisses</i> .....	137
III.2.2.1	Mesures	137
III.2.2.2	Observations	143
III.2.3	<i>Essais de fluage sur éprouvettes entaillées</i> .....	152
III.2.3.1	Conditions expérimentales et remarques préliminaires	152
III.2.3.2	Mesures	153
III.2.3.3	Observations	157
III.2.4	<i>Essais de traction lente sur éprouvettes CT</i> .....	162
III.2.4.1	Conditions expérimentales et remarques préliminaires	162
III.2.4.2	Mesures	163
III.2.4.3	Observations	169
III.2.5	<i>Résumé du paragraphe III.2</i> .....	175
<b>III.3</b>	<b>Conclusions</b>	<b>176</b>

<b>IV</b>	<b>Discussion</b>	<b>177</b>
<b>IV.1</b>	<b>Endommagement intergranulaire</b>	<b>177</b>
IV.1.1	<i>Transition de mécanisme d'endommagement avec la vitesse de déformation et la température</i>	177
IV.1.2	<i>Effet de l'écroissage sur l'endommagement intergranulaire</i>	181
IV.1.2.1	Aspects théoriques de l'endommagement intergranulaire	181
IV.1.2.2	Fragilisation par écroissage	184
IV.1.3	<i>Effet du taux de triaxialité des contraintes</i>	189
IV.1.4	<i>Effet de la température</i>	191
IV.1.5	<i>Autres paramètres</i>	192
IV.1.6	<i>Résumé du paragraphe IV.1</i>	192
<b>IV.2</b>	<b>Mécanismes de fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques</b>	<b>193</b>
IV.2.1	<i>Mécanisme de fissuration en relaxation des aciers non stabilisés</i>	193
IV.2.2	<i>Comparaison entre les aciers stabilisés et les aciers non stabilisés</i>	196
IV.2.3	<i>Résumé du paragraphe IV.2</i>	197
<b>IV.3</b>	<b>Conclusions</b>	<b>198</b>

<b>V</b>	<b>Modélisation</b>	<b>199</b>
<b>V.1</b>	<b>Modélisation du comportement</b>	<b>200</b>
V.1.1	<i>Présentation du modèle à deux déformations inélastiques</i>	200
V.1.1.1	Hypothèses simplificatrices	200
V.1.1.2	Présentation du modèle simplifié	201
V.1.2	<i>Identification et validation des paramètres du modèle</i>	202
V.1.2.1	Démarche suivie	202
V.1.2.2	Acier 316L(N) à l'état hypere trempé	205
V.1.2.3	Acier 316L(N) à l'état écroui	212
V.1.3	<i>Résumé du paragraphe V.1</i>	219
<b>V.2</b>	<b>Modélisation de l'endommagement intergranulaire</b>	<b>220</b>
V.2.1	<i>Définition du modèle d'endommagement intergranulaire</i>	220
V.2.1.1	Formulation générale	220
V.2.1.2	Méthode de mesure de l'endommagement	224
V.2.2	<i>Identification des paramètres du modèle</i>	228
V.2.2.1	Stratégie d'identification	228
V.2.2.2	Identification sur l'état écroui	228
V.2.2.3	Identification sur l'état hypere trempé	238
V.2.3	<i>Résumé du paragraphe V.2</i>	249
<b>V.3</b>	<b>Application du modèle d'endommagement</b>	<b>250</b>
V.3.1	<i>Essais sur éprouvettes lisses et calculs analytiques sur élément de volume</i>	250
V.3.1.1	Acier 316L(N) à l'état écroui	250
V.3.1.2	Acier 316L(N) à l'état hypere trempé	252
V.3.2	<i>Essais sur éprouvette CT</i>	254
V.3.2.1	Essais de relaxation	254
V.3.2.2	Essais de traction lente	259
V.3.2.3	Conclusions	262
V.3.3	<i>Résumé du paragraphe V.3</i>	262
<b>V.4</b>	<b>Conclusions</b>	<b>263</b>
<b>VI</b>	<b>Conclusions et perspectives</b>	<b>264</b>
<b>VI.1</b>	<b>Conclusions</b>	<b>264</b>
<b>VI.2</b>	<b>Perspectives</b>	<b>266</b>
VI.2.1	<i>Perspectives d'application</i>	266
VI.2.2	<i>Perspectives d'amélioration</i>	266
VI.2.3	<i>Nouvelles directions de recherche</i>	266
<b>VII</b>	<b>Références</b>	<b>267</b>

<b>VIII</b>	<b>Annexe A : Compléments de bibliographie</b>	<b>279</b>
<b>VIII.1</b>	<b>Données expérimentales complémentaires</b>	<b>279</b>
<i>VIII.1.1</i>	<i>Cinétique de précipitation</i>	279
<i>VIII.1.1.1</i>	<i>Précipitation dans les aciers non stabilisés</i>	279
<i>VIII.1.1.2</i>	<i>Précipitation dans les aciers stabilisés</i>	279
<i>VIII.1.2</i>	<i>Restauration de l'écroissage</i>	282
<i>VIII.1.2.1</i>	<i>Restauration des aciers non stabilisés</i>	282
<i>VIII.1.2.2</i>	<i>Restauration des aciers stabilisés</i>	282
<b>VIII.2</b>	<b>Fissuration en relaxation d'autres alliages</b>	<b>284</b>
<i>VIII.2.1</i>	<i>Fissuration en relaxation des aciers faiblement alliés</i>	284
<i>VIII.2.2</i>	<i>Fissuration en relaxation des alliages à base nickel</i>	285
<b>VIII.3</b>	<b>Mécanismes de fluage des aciers inoxydables austénitiques non stabilisés</b>	<b>287</b>
<i>VIII.3.1</i>	<i>Effet de solution solide</i>	287
<i>VIII.3.2</i>	<i>Effet des précipités</i>	291
<i>VIII.3.3</i>	<i>Effet de la densité de dislocations</i>	292
<b>VIII.4</b>	<b>Effet d'écroissage dans les alliages à base nickel</b>	<b>294</b>
<i>VIII.4.1</i>	<i>Nimonic 80</i>	294
<i>VIII.4.2</i>	<i>Astroloy</i>	295
<i>VIII.4.3</i>	<i>Conclusions</i>	296
<b>IX</b>	<b>Annexe B : Méthode de mesure de la densité de dislocations</b>	<b>297</b>
<b>X</b>	<b>Annexe C : Formation d'un filament métallique par oxydoréduction</b>	<b>298</b>

<b>XI</b>	<b>Annexe D : Plans des éprouvettes</b>	<b>306</b>
XI.1	Eprouvettes lisses de traction et de fluage	306
XI.2	Eprouvettes lisses de relaxation	306
XI.3	Eprouvettes de fluage entaillées	307
XI.4	Eprouvettes CT pré-fissurées	308
XI.5	Eprouvettes plates entaillées	308
<b>XII</b>	<b>Annexe E : Tableaux récapitulatifs des résultats d'essais mécaniques</b>	<b>309</b>
XII.1	Essais sur éprouvettes lisses	309
XII.1.1	Essais de traction	309
XII.1.2	Essais de fluage	310
XII.1.3	Essais de relaxation	312
XII.2	Essais de fluage sur éprouvettes entaillées	313
XII.3	Essais sur éprouvettes CT pré-fissurées	316
XII.3.1	Essais de traction lente	316
XII.3.2	Essais de relaxation	318
<b>XIII</b>	<b>Annexe F : Attaques chimiques</b>	<b>319</b>

## Introduction

Les aciers inoxydables austénitiques possèdent une bonne résistance à la corrosion, ainsi que de bonnes propriétés mécaniques depuis la température de l'azote liquide jusqu'à 650°C environ. Ils ont une forte capacité d'érouissage et sont ductiles. Par ailleurs, ils sont soudables par tous les procédés conventionnels. Ils constituent donc des matériaux de structure particulièrement intéressants et sont très largement employés dans l'industrie chimique et l'industrie de l'énergie. Les circuits de refroidissement des réacteurs nucléaires français, notamment, sont fabriqués en acier inoxydable austénitique. Dans les réacteurs à neutrons rapides comme la centrale « Phénix », ces circuits fonctionnent à des températures plus élevées que dans les réacteurs à eau sous pression exploités par EDF (550°C contre 320°C). A ces températures élevées, l'expérience industrielle internationale a révélé l'existence d'un risque de fissuration au voisinage des soudures pour des durées inférieures à la durée de vie prévue.

Comme ces fissures ne se développent pas pendant le processus de soudage, mais seulement lorsque le composant est réchauffé, ce type d'endommagement est souvent appelé fissuration au réchauffage (reheat cracking). On l'appelle également fissuration en relaxation (stress relaxation cracking ou stress relief cracking). En effet, ce type de fissuration se développe lorsque l'élévation de température permet la relaxation progressive des contraintes résiduelles induites par le soudage. La relaxation de ces contraintes ne nécessite pourtant qu'une faible déformation plastique, inférieure à 1%. La rupture, quand elle a lieu, est donc particulièrement fragile. Elle s'apparente à la rupture intergranulaire de fluage, si ce n'est qu'elle se développe à contrainte décroissante.

Ce type de fissuration a été identifié à la fin des années cinquante sur des aciers stabilisés au niobium. Un mécanisme de fragilisation des zones affectées par le soudage a alors été proposé, et des recommandations ont été émises pour s'affranchir du risque de fissuration en relaxation. Malgré cela, ce type de fissuration engendre encore à l'heure actuelle des problèmes aux exploitants, causant parfois même l'arrêt de certaines centrales. Les aciers non stabilisés, que l'on croyait insensibles à ce type de fissuration, se sont récemment révélés touchés. De plus, il convient de noter que les composants qui ont fissuré en service sont conformes à toutes les règles de dimensionnement. Aucune de leurs propriétés normalisées n'est particulièrement faible : limite d'élasticité, allongement à rupture, tenue au fluage, ténacité, résilience, etc. Il semble donc difficile, à l'heure actuelle de prévoir quantitativement les risques de fissuration en relaxation et par conséquent de s'en prémunir.

Les **objectifs** de la présente étude sont doubles :

- réexaminer les mécanismes de la fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques en s'intéressant au cas des aciers non stabilisés
- proposer un modèle permettant d'évaluer quantitativement, dès l'étape de la conception des structures soudées, les risques de fissuration en relaxation

Les trois matériaux étudiés sont exclusivement des aciers non stabilisés de type 316. Cependant nous insisterons dans l'étude bibliographique et la discussion sur les points communs et les différences existant entre ces aciers et les aciers stabilisés.

Voici la **démarche** que l'on a retenue :

- Caractérisation de zones affectées par le soudage et de fissures en relaxation
- Simulation par traitements thermomécaniques des zones affectées
- Reproduction en laboratoire du phénomène de fissuration en relaxation
- Etude expérimentale du comportement mécanique et de l'endommagement
- Modélisation numérique du comportement mécanique et de l'endommagement
- Validation des modèles à l'aide des essais de fissuration

Le présent mémoire est organisé selon le plan suivant :

- Dans **l'étude bibliographique** qui constitue la première partie, nous décrivons quelques éléments de métallurgie qui permettent de comprendre les phénomènes mis en jeu dans les zones affectées lors du soudage. Nous aborderons alors les études déjà réalisées sur la fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques. Enfin, nous décrivons les mécanismes de déformation et d'endommagement en fluage, car ils sont très proches de ceux qui interviennent dans la fissuration en relaxation.
- La deuxième partie est consacrée à la présentation des **matériaux** de l'étude : trois aciers de type 316 possédant des teneurs en carbone et en azote différentes (316L, 316L(N) et 316H). Nous observerons des fissures qui se sont développées en service, et nous caractériserons les zones affectées par le soudage. Nous verrons alors que l'on peut simuler ces zones affectées par un traitement thermomécanique.
- Dans la troisième partie nous rapporterons les résultats des **essais mécaniques** réalisés et les **observations métallographiques** qui les concernent. Nous montrerons, dans cette partie, comment on peut reproduire en laboratoire la fissuration en relaxation. Nous mesurerons ensuite l'effet du traitement de simulation de zone affectée sur le comportement mécanique et l'endommagement intergranulaire des trois aciers étudiés.
- La **discussion** concernant les mécanismes de fissuration en relaxation est détaillée dans la quatrième partie. Nous verrons alors quelles peuvent être les causes de la fissuration en relaxation des aciers non stabilisés et nous choisirons les éléments retenus pour la modélisation du phénomène.
- La description et la validation de la **modélisation du comportement et de l'endommagement** font l'objet de la cinquième et dernière partie du mémoire. Nous verrons alors comment l'approche locale de la rupture nous permet d'évaluer quantitativement les risques de fissuration en relaxation et par conséquent de nous en prémunir.
- Enfin nous exposerons les **conclusions** de l'étude et nous proposerons de nouvelles **perspectives** de recherche et de développement concernant la fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques.

- |  |
|--|
| <ul style="list-style-type: none"><li>• <i>Afin de faciliter la lecture, un résumé est inclus en fin de chaque sous-partie</i></li></ul> |
|--|

# I Bibliographie

L'objectif de cette partie est de faire le point sur l'état des connaissances concernant la fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques. Comme les propriétés mécaniques et le comportement à rupture dépendent fortement de la microstructure, on s'attachera dans le premier paragraphe à décrire quelques éléments de la métallurgie des aciers inoxydables et plus particulièrement de leurs zones affectées par le soudage. Dans un deuxième temps, on décrira la fissuration en relaxation et on verra quelles explications apportent industriels et chercheurs et quelles solutions ils proposent. Dans un troisième temps, on décrira les mécanismes de déformation et de rupture en fluage des aciers inoxydables austénitiques. Le fluage, beaucoup plus étudié que la relaxation, fournit en effet de nombreuses indications pouvant servir à l'étude de la fissuration en relaxation. Comme l'écrouissage des zones affectées pendant le soudage semble jouer un rôle important dans la fissuration en relaxation, on décrira en particulier l'effet d'un pré-écrouissage sur la tenue au fluage de ces matériaux. Dans ces trois parties, on insistera sur les similitudes et les différences entre les aciers stabilisés et les aciers non stabilisés.

La fissuration en relaxation est un phénomène complexe couplant métallurgie et mécanique. Son étude requiert de déterminer l'effet du soudage sur la microstructure et l'effet de ces changements microstructuraux sur les propriétés de déformation et de rupture. Chacun des phénomènes mis en jeu constitue un champ de recherche à part entière – qui a le plus souvent déjà été très largement étudié. Pour faciliter la lecture nous avons donc choisi de nous limiter à l'essentiel et de placer en **Annexe A** des compléments de bibliographie qui permettront au lecteur d'approfondir l'étude de certains points particuliers.

## I.1 Métallurgie structurale et déformation des aciers inoxydables austénitiques

### I.1.1 Généralités

#### I.1.1.1 Métallurgie structurale

Les aciers inoxydables austénitiques ont deux caractéristiques métallurgiques principales : ils contiennent suffisamment de chrome pour leur conférer un caractère inoxydable, et suffisamment d'éléments gammagènes, comme le nickel, pour leur conférer leur structure cubique à faces centrées. Ils s'agit de solutions solides obtenues par hypertrempe depuis une température de l'ordre de 1100°C.

Les matériaux que nous avons étudiés sont de type AISI 316, mais nous serons amenés à évoquer d'autres nuances d'aciers. Le Tableau 1 récapitule les compositions chimiques de différentes nuances d'aciers inoxydables austénitiques. La nuance 316 se différencie de la nuance 304 par l'ajout de 2.5% de molybdène. Cet ajout permet d'augmenter les caractéristiques mécaniques ainsi que la résistance à la corrosion. Les nuances 321 et 347 sont stabilisées par des éléments carburigènes (voir § I.1.2). Le sous type L signifie « low carbon » et indique que l'acier contient moins de 0.03% de carbone. Le sous type L(N) signifie de plus que la teneur en azote est contrôlée et donc supérieure à celle des aciers bas carbone simples. Par opposition aux aciers bas carbone, on notera parfois H « high carbon » un acier qui possède une teneur en carbone supérieure à 0.03%.

On peut utiliser la notion de chrome et de nickel équivalents pour placer ces aciers dans les diagrammes de phase pseudo-ternaires Fe-Cr-Ni. Harries (1981) propose les formules suivantes (en pourcentages massiques):

$$Ni_{eq} = Ni + 0.5 Mn + 30 C + 0.3 Cu + 25 N$$

$$Cr_{eq} = Cr + 2 Si + 1.5 Mo + 5 V + 5.5 Al + 1.75 Nb + 1.5 Ti + 0.75 W$$

On obtient :

$$Ni_{eq} \in [11;19] \text{ pour le 316 et } Ni_{eq} \in [10;18] \text{ pour le 304}$$

$$Cr_{eq} \in [19;25] \text{ pour le 316 et } Cr_{eq} \in [17;22] \text{ pour le 304}$$

On constate alors sur les diagrammes isothermes de la Figure 1 et les coupes de diagramme ternaire de la Figure 2, qu'à l'équilibre thermodynamique, ces alliages se trouvent au voisinage du domaine biphasé austénite-ferrite entre 1000°C et 1300°C. Comme ils sont obtenus par hypertrempe depuis ce domaine de température, on comprend ainsi pourquoi ils contiennent souvent un faible pourcentage de ferrite. On peut évaluer ce pourcentage à partir de la composition chimique en utilisant le diagramme empirique de Delong (1974) présenté sur la Figure 3. Ce diagramme ne tient pas compte de la vitesse de refroidissement ni de la température d'hypertrempe, car ces paramètres influencent peu la teneur en ferrite en comparaison de la composition chimique.

En dessous d'une température notée  $M_s$ , l'austénite peut se transformer spontanément en deux types de martensite :  $\epsilon$ , de structure hexagonale compacte non magnétique et  $\alpha'$ , de structure cubique centrée magnétique. Harries (1981) indique que l'on peut évaluer  $M_s$  en fonction de la composition chimique des alliages par la formule suivante (en pourcentages massiques) :

$$M_s (\text{°C}) = 1302 - 42 \text{ Cr} - 61 \text{ Ni} - 33 \text{ Mn} - 28 \text{ Si} - 1667 (\text{C+N})$$

Les aciers 304, 316, 321 et 347 ont par conséquent des températures de transition bien inférieures à la température ambiante (de l'ordre de  $-100^\circ\text{C}$ ). Cependant, l'austénite est également susceptible de se transformer sous l'effet d'une déformation plastique. La température  $Md_{30}$  correspond à la température à laquelle 30% de déformation plastique transforme 50% de l'austénite en martensite. On peut l'évaluer à l'aide de la formule suivante :

$$Md_{30} (\text{°C}) = 413 - 462 (\text{C+N}) - 0.2 \text{ Si} - 8.1 \text{ Mn} - 13.7 \text{ Cr} - 0.5 \text{ Ni} - 18.5 \text{ Mo}$$

Cette température est donc comprise entre 50°C et 150°C pour les alliages de l'étude, ce qui signifie qu'une déformation à température ambiante peut vraisemblablement conduire à la formation de quelques pour cent de martensite.

	C	N	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Cu	Ti	Nb	S	P
	max	max	min-max	min-max	min-max	max	max	max	min-max	min-max	max	max
<b>304</b>	0.080		17-20	9-12		2	1	1			0.030	0.040
<b>304 L</b>	0.030		17-20	9-12		2	1	1			0.030	0.040
<b>304 L(N)</b>	0.035	0.080	18.5-20	9-10		2	1	1			0.030	0.040
<b>316</b>	0.080		16-19	10-14	2.25-2.75	2	1	1			0.030	0.040
<b>316L</b>	0.030		16-19	10-14	2.25-2.75	2	1	1			0.030	0.040
<b>316L(N)</b>	0.035	0.080	17-18.2	11.5-12.5	2.25-2.75	2	1	1			0.030	0.040
<b>347</b>	0.080		17-20	9-13		2	1	1		8%C-1.00	0.030	0.040
<b>321</b>	0.100		17-20	9-13		2	1	1	5%C-0.75		0.030	0.040

Tableau 1 : Composition chimique massique de quelques aciers inoxydables austénitiques d'après le RCCM (1988)

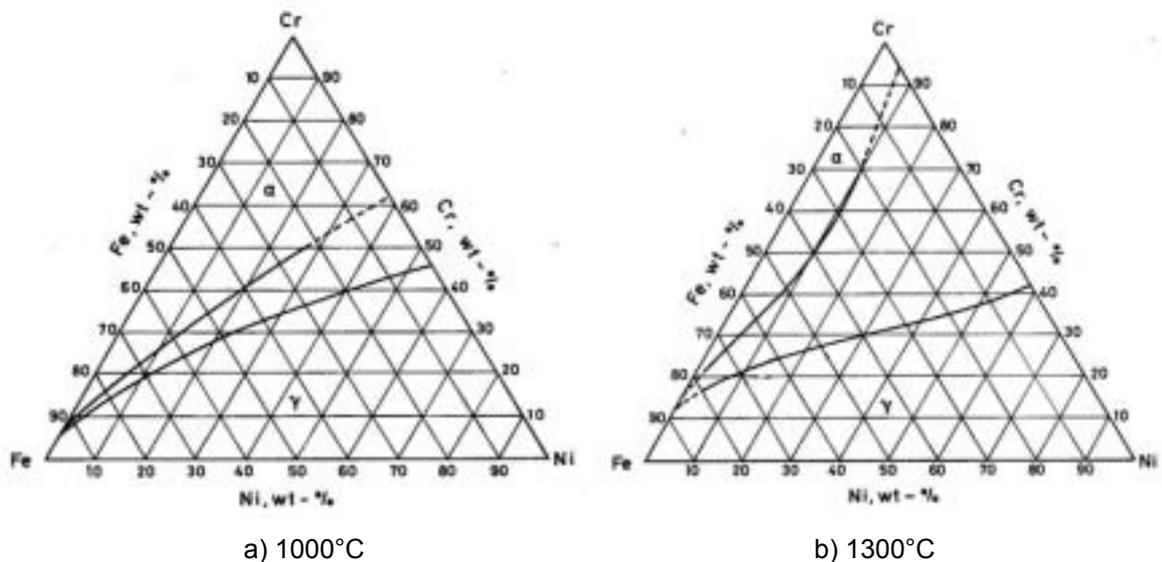


Figure 1 : Diagramme ternaire Fe-Cr-Ni à 1000°C et 1300°C, d'après Marshall (1984)

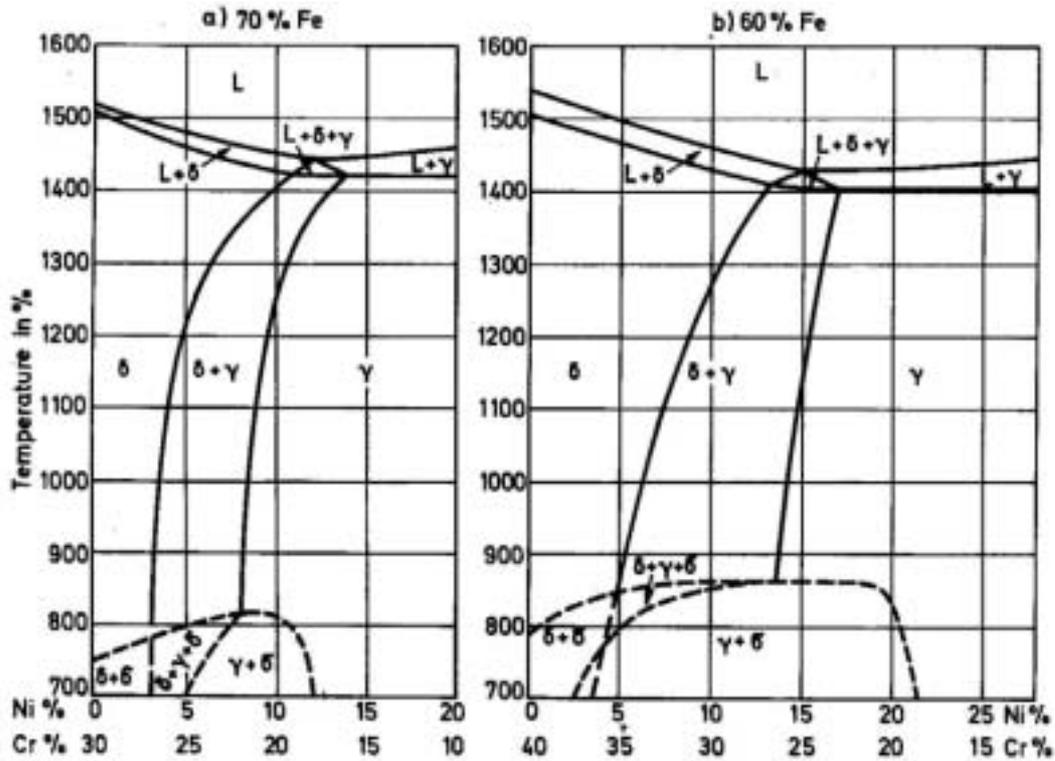


Figure 2 : Coupe du diagramme ternaire Fe-Ni-Cr pour a) 70% de fer et b) 60% de fer, d'après Folkhard (1988)

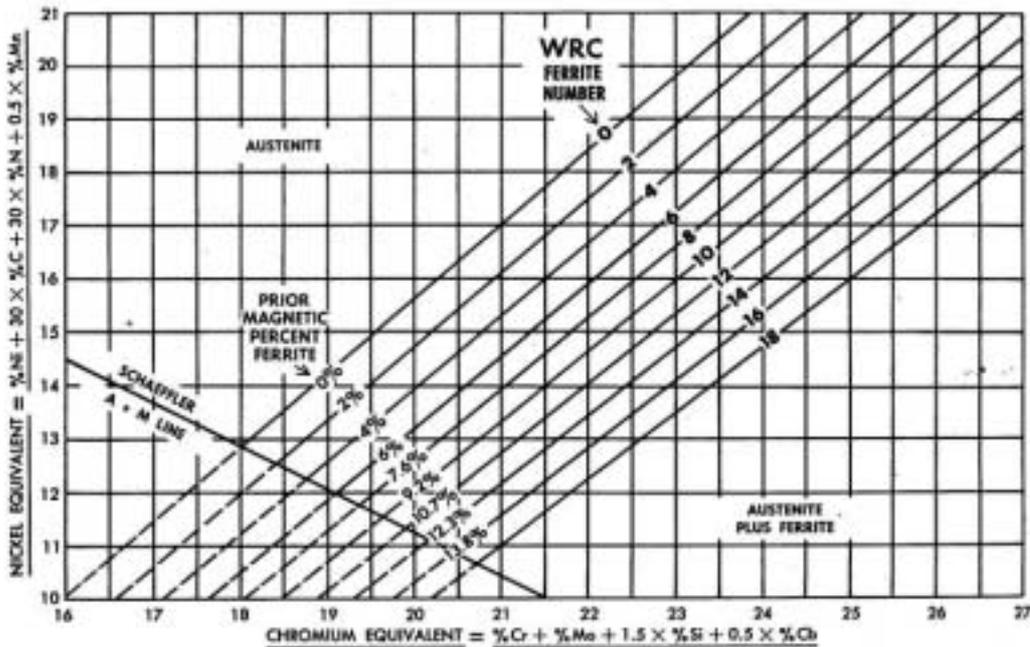


Figure 3 : Diagramme de DeLong (1974) pour évaluer la teneur en ferrite résiduelle des aciers inoxydables austénitiques d'après leur composition chimique

### I.1.1.2 Déformation

Comme pour tous les alliages en solution solide de structure cubique à faces centrées, le paramètre déterminant en ce qui concerne les mécanismes de déformation est l'énergie de faute d'empilement (EFE). Cette énergie est relativement faible pour les aciers inoxydables austénitiques – de l'ordre de  $20 \text{ mJ/m}^2$  à la température ambiante (Lacombe et al. 1990). Le maclage est donc relativement favorisé et les dislocations peuvent se dissocier facilement en deux partielles. L'EFE augmente avec la température et varie nettement avec la teneur en éléments d'alliage. En se basant sur des observations de microscopie électronique en transmission, Lacombe et al. (1990) décrivent les mécanismes de déformation des aciers inoxydables austénitiques de la façon suivante :

- *A très basse température (EFE <  $20 \text{ mJ/m}^2$ )* : Le glissement de dislocations partielles de type  $1/6\langle 112 \rangle$  crée des défauts d'empilement qui forment ensuite des microbandes de phase  $\epsilon$ . Enfin, la martensite  $\alpha'$  germe et croît aux dépens de la phase  $\epsilon$
- *Au voisinage de la température  $Md_{30}$  (EFE  $\approx 20 \text{ mJ/m}^2$ )* : Les dislocations sont peu dissociées. On observe la formation de phase  $\epsilon$  et/ou du micromaclage
- *Au dessus de la température  $Md_{30}$  (EFE >  $20 \text{ mJ/m}^2$ )* : Le glissement des dislocations non dissociées conduit à la formation de bandes de glissement puis de cellules
- *Pour des températures proches de  $T_f/2$*  : Les phénomènes liés à la diffusion prennent de l'importance. Les dislocations peuvent désormais monter sous l'effet de la contrainte et de la diffusion des lacunes. Le réseau de dislocations peut donc se restaurer partiellement. De plus, la précipitation se développe. On reviendra sur ces mécanismes dans la suite du texte car la fissuration en relaxation intervient dans ce domaine de température.

La capacité d'écroûissage des aciers inoxydables est particulièrement importante à basse température lorsque la déformation conduit à la formation de martensite. Cependant, à plus haute température, même lorsqu'il n'y a pas de formation de martensite, cette capacité d'écroûissage reste relativement élevée. En effet, autour de  $400^\circ\text{C}$ , on observe un effet de vieillissement dynamique car les solutés interagissent avec les dislocations (Barnby 1965). A cet effet Cottrell (1948), s'ajoute semble-t-il un effet Suzuki : certains solutés comme le chrome et le carbone seraient susceptibles de ségréger sur les fautes d'empilement entre deux dislocations partielles (Fujita et al. 1994 et Kaneko et al. 1995). Cet effet contrebalance la baisse de l'EFE qui intervient lorsque la température augmente, et contribue donc sans doute à limiter le glissement dévié et les cinétiques de restauration.

### 1.1.2 Précipitation des carbures et des carbo-nitrures

Les aciers inoxydables austénitiques sont susceptibles de connaître des évolutions microstructurales en fonction des traitements thermiques. Sourmail (2001) a effectué une revue bibliographique de ces phénomènes. En ce qui concerne notre étude, l'évolution microstructurale importante est la précipitation des carbures et des carbo-nitrures.

Les aciers non stabilisés comme le 304 et le 316 subissent une précipitation de carbures riches en chrome (du type  $M_{23}C_6$ ) lors de vieillissements entre 500°C et 900°C. Comme cette précipitation s'effectue préférentiellement aux joints de grains, elle conduit à la chute de la teneur en chrome au voisinage des joints. Cet appauvrissement local en chrome appelé « sensibilisation » conduit au phénomène bien connu de corrosion intergranulaire. Pour éviter ce problème, les nuances stabilisées et les nuances bas carbone ont été successivement introduites. Les nuances stabilisées contiennent des éléments qui ont une forte affinité avec le carbone (titane pour la nuance 321 et niobium pour la nuance 347). La précipitation de carbures de titane ou de niobium limite la précipitation des carbures de chrome et limite donc également l'abaissement local de la teneur en chrome.

#### 1.1.2.1 Thermodynamique de la précipitation

La limite de solubilité des carbures de chrome dans un acier de type 316 a été mesurée par Deighton (1970) :

$$\log [C, \text{ppm}] = 7771 - 6272 / T^{\circ}\text{K}$$

Cette équation, tracée sur le graphique de la Figure 4, montre qu'à l'équilibre thermodynamique tout le carbone (0.08% au maximum) est remis en solution dès 1020°C. La température d'hypertrempe n'aura donc pas d'influence sur la teneur en soluté, contrairement au cas des aciers stabilisés.

Pour les aciers stabilisés, les limites de solubilité sont données (en pourcentages massiques) par Marshall (1984) :

$$\log ([Ti].[C]) = - 6780 / T^{\circ}\text{K} + 2.97$$

$$\log ([Nb].[C]) = - 9350 / T^{\circ}\text{K} + 4.55$$

Etant donné que l'azote se substitue facilement au carbone dans les précipités TiC et NbC, Harries (1981) rappelle qu'il faut effectuer les calculs de solubilité en prenant  $[C + 6/7 N]$  à la place de [C]. Notons par ailleurs que l'azote ne se substitue pas au carbone des carbures du type  $M_{23}C_6$ , (Marshall 1984).

Pour ces aciers stabilisés, il peut exister une population de précipités primaires qui ne sont pas remis en solution par le traitement d'hypertrempe. La Figure 5 illustre le cas des aciers stabilisés au niobium. Le cas des aciers stabilisés au titane est tout à fait similaire. La température de l'hypertrempe pourra donc modifier la quantité d'éléments en solution susceptibles de précipiter lors d'un vieillissement ultérieur. Ces nouveaux précipités, généralement plus fins, sont appelés « secondaires ». Par ailleurs, Wadsworth et al. (1976) insistent sur le fait qu'un faible écart à la stœchiométrie peut modifier considérablement la quantité de carbo-nitrures primaires remis en solution à une température donnée.

Ces quelques données thermodynamiques nous permettent de comprendre le choix de la gamme 840-900°C pour le traitement thermique de quelques heures que subissent les aciers stabilisés afin d'éviter la corrosion intergranulaire (Sourmail 2001). Dans cette gamme de température la limite de solubilité des carbo-nitrures est suffisamment basse pour que la majorité du carbone soit piégé par les éléments stabilisants, et la limite de solubilité des carbures de chrome est suffisamment élevée pour qu'ils ne précipitent pas.

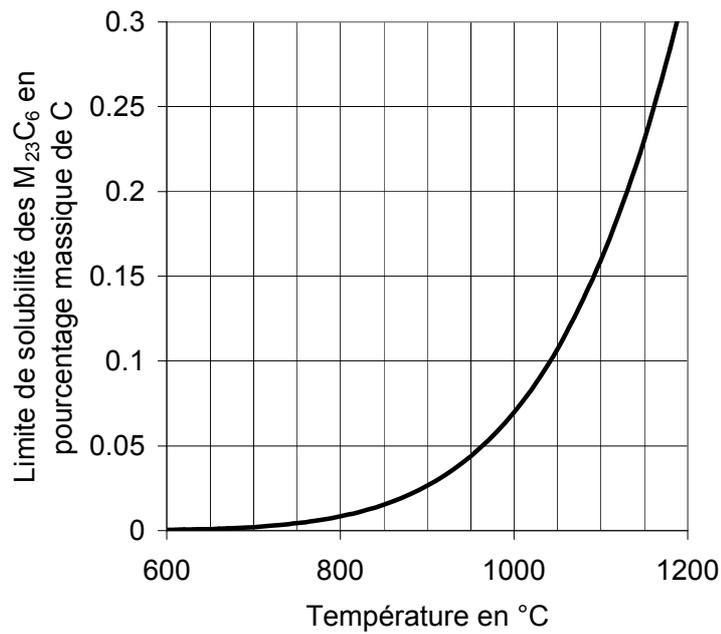


Figure 4 : Solubilité des carbures de chrome dans un acier 316, d'après Deighton (1970)

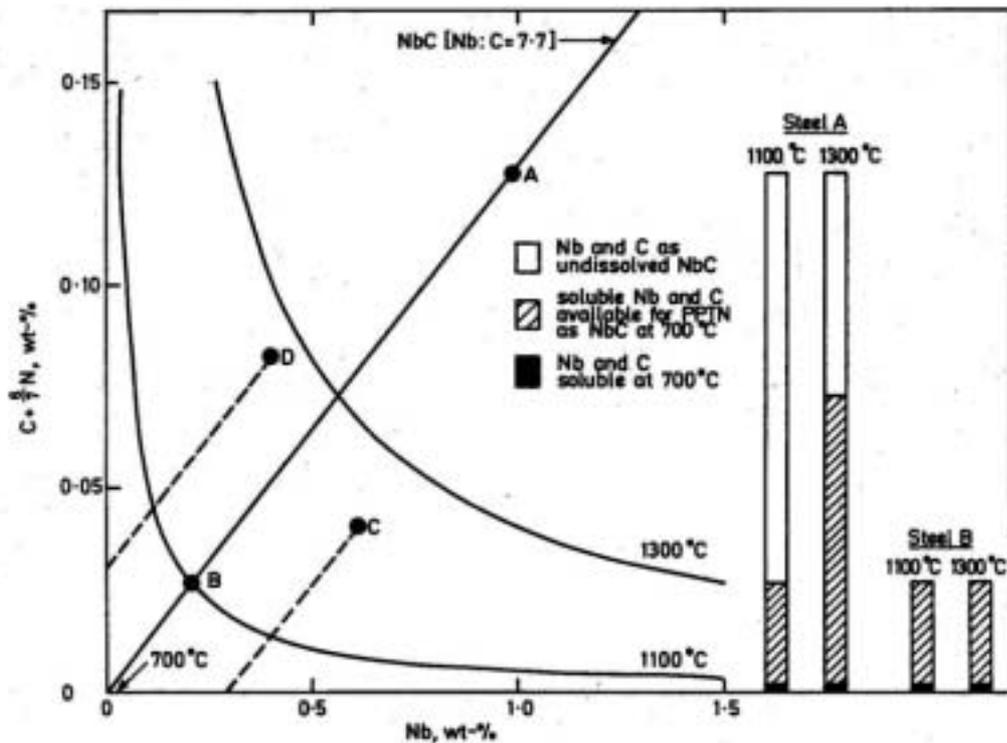


Figure 5 : Solubilité des carbo-nitrides de niobium en fonction de la température, d'après Harries (1981). Les aciers A et B sont stœchiométriques. La teneur en carbone de l'acier B est suffisamment faible pour que tous les précipités soient dissous dès 1100°C, en revanche l'acier A conservera des carbo-nitrides primaires même s'il est porté à 1300°C. Les aciers C et D sont respectivement hyper- et hypo-stœchiométriques.

### I.1.2.2 Cinétique de la précipitation

De nombreuses études concernent les cinétiques de précipitation dans les aciers inoxydables austénitiques car la précipitation est susceptible de modifier les propriétés mécaniques, le mode de rupture ou la résistance à la corrosion. Nous ne présentons ici que les tendances fondamentales. Mais nous avons placé en **Annexe A**, au paragraphe VIII.1.1, des références et des données complémentaires qui permettent de mieux quantifier ces tendances.

#### *a) Précipitation dans les aciers non stabilisés :*

La Figure 6, tirée de Weiss et Stickler (1972), montre la séquence de précipitation dans un acier 316 L. On constate que la précipitation intragranulaire intervient environ deux décades plus tard que la précipitation intergranulaire. Conformément à ce qu'indique cette figure pour un acier 316, Trillo et Murr (1999) montrent que les joints de macles cohérents  $\Sigma 3$  résistent particulièrement bien à la précipitation intergranulaire dans des aciers 304. L'étude de Weiss et Stickler (1972) montre également que la précipitation de carbures de chrome est accélérée lorsque la teneur en carbone est augmentée ou lorsque le vieillissement est précédé par un écrouissage réalisé à température ambiante. Ce dernier point s'explique par le fait que d'une part les dislocations et les défauts d'empilement constituent des sites de germination pour la précipitation intragranulaire et que d'autre part les micromarches intergranulaires issues de l'intersection des bandes de glissement et des joints de grains constituent des sites de germination intergranulaires (Murr et al. 1990).

Degallaix et Foct (1987) indiquent que l'effet de l'azote sur la cinétique de précipitation est controversée. Pour les teneurs en azote usuelles ( $< 0.1\%$ ), l'effet semble faible en comparaison de celui de la teneur en carbone et du pré-écrouissage.

#### *b) Précipitation dans les aciers stabilisés :*

A notre connaissance, il n'existe pas d'étude de la cinétique de précipitation des carbures de niobium dans les aciers stabilisés par observation directe des précipités. Cependant, Younger et al. (1963) montrent indirectement l'effet de l'écrouissage sur la précipitation intragranulaire des carbures de niobium secondaires dans un acier 347 en mesurant l'évolution de la dureté en fonction du temps de vieillissement, après écrouissage de 1, 3 et 5%. La Figure 7 montre qu'un pré-écrouissage renforce le durcissement par précipitation. Chabaud-Reytier (1999) s'appuyant sur des observations en MET précise que sur un acier stabilisé au titane, le pré-écrouissage conduit à une précipitation plus fine et plus dense de carbures secondaires, car les dislocations servent de sites de germination. Cela explique le fait que le durcissement par précipitation soit accentué par le pré-écrouissage.

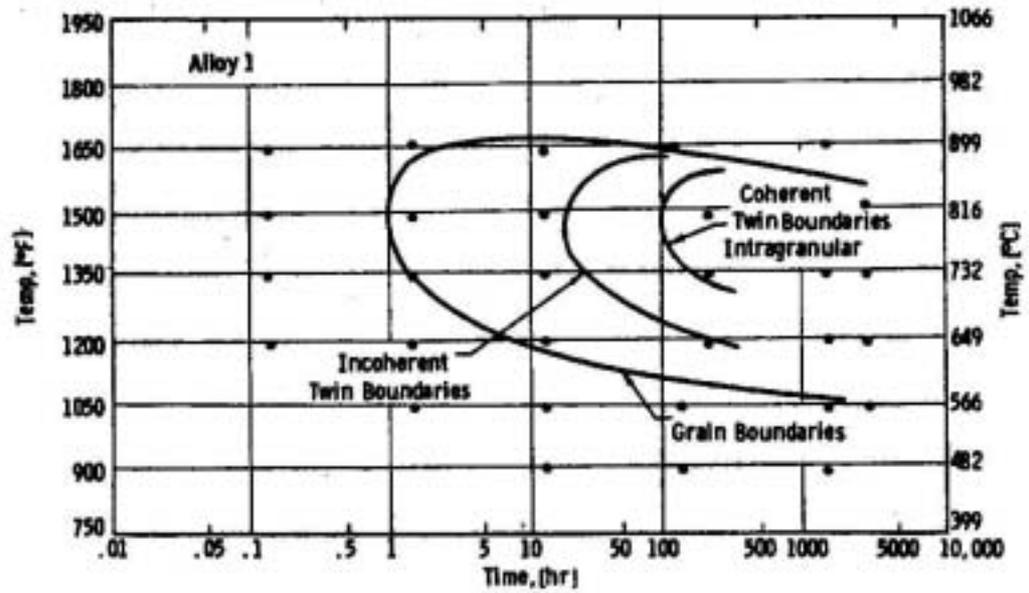


Figure 6 : Localisation de la précipitation dans un acier 316 à 0.023% de carbone, d'après Weiss et Stickler (1972)

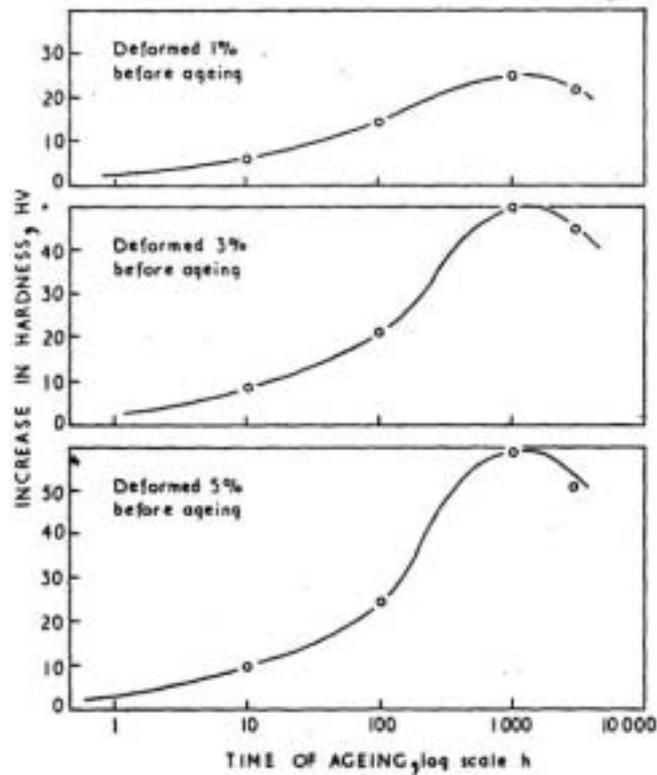


Figure 7 : Durcissement par précipitation de carbo-nitrides de niobium dans un acier 347 à 0.06% de carbone et 1% de niobium, hypertrempé 3 minutes à 1300°C, en fonction de la durée de vieillissement à 650°C et du niveau de pré-écrouissage, d'après Younger (1963)

### I.1.3 Zones affectées par le soudage

Comme on l'a vu dans les deux paragraphes précédents, les aciers inoxydables austénitiques sont obtenus par hypertrempe depuis des températures relativement élevées : 1100°C environ. Les zones affectées par le soudage peuvent connaître des températures supérieures et des temps de refroidissement non contrôlés. De plus, étant donné le fort coefficient de dilatation thermique de l'austénite, il se peut que les cycles de soudage engendrent des contraintes d'origine thermique qui conduisent à des déformations plastiques non négligeables. Nous allons voir quelles conséquences ces traitements thermomécaniques peuvent avoir sur la microstructure des zones affectées.

#### I.1.3.1 Recristallisation

Les aciers inoxydables austénitiques peuvent recristalliser dans la zone affectée par le soudage. Cela entraîne parfois un grossissement de grain sur une largeur d'environ 0.3 mm le long de la zone fondue, comme on peut le voir sur la Figure 8, d'où le nom de « zone à gros grains » pour désigner cette partie de la zone affectée.

#### I.1.3.2 Ecrouissage

Etienne et al. (1980) ont réalisé des mesures de dureté dans les zones affectées par le soudage de tôles de 50 mm d'épaisseur en acier de type 316. On peut voir sur la Figure 9 que la zone affectée (HAZ) est plus dure que le métal de base. Les microstructures de dislocations de la Figure 10 montrent que la zone affectée est fortement déformée. Younger et al. (1963) ont réalisé des observations par microscopie électronique en transmission sur des lames minces prélevées dans la zone affectée d'un acier de type 347. Ils montrent ainsi la présence d'une forte densité de dislocations et de sous-joints à 0.25 mm de la zone fondue, signes d'une déformation plastique à relativement haute température.

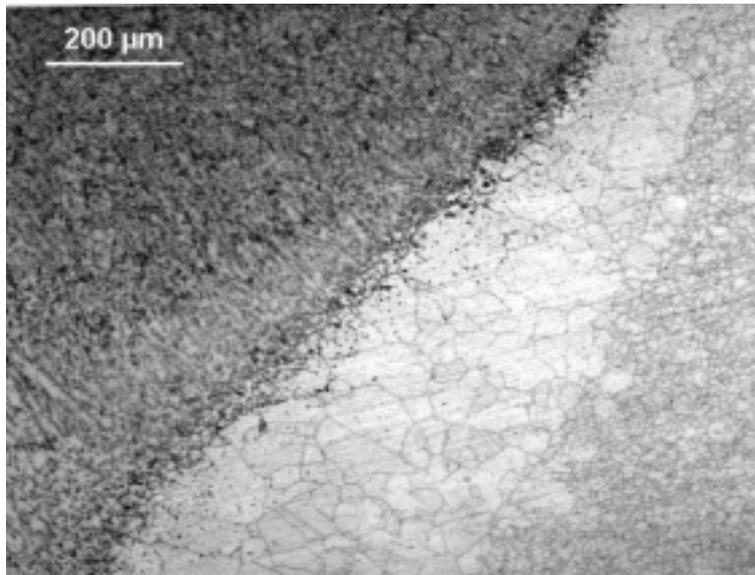


Figure 8 : Coupe métallographique d'une soudure en acier 321 réalisée par le procédé TIG, en haut à gauche : métal fondu, en bas à droite : zone affectée sans grossissement de grains, entre les deux : zone à gros grains, d'après Chabaud-Reytier (1999)

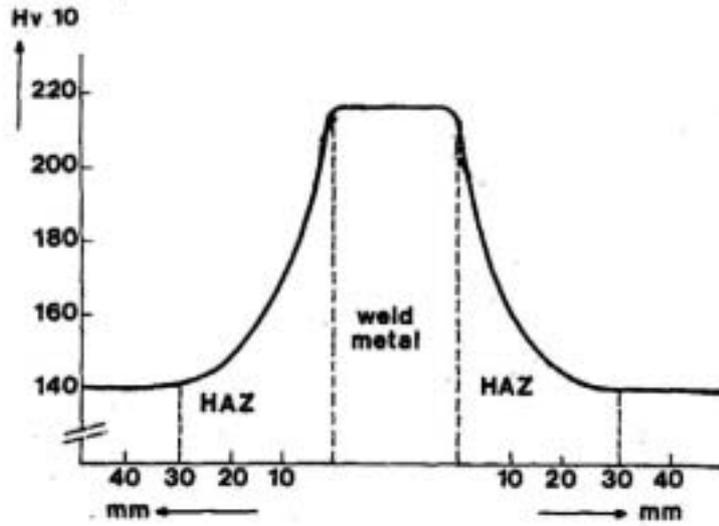
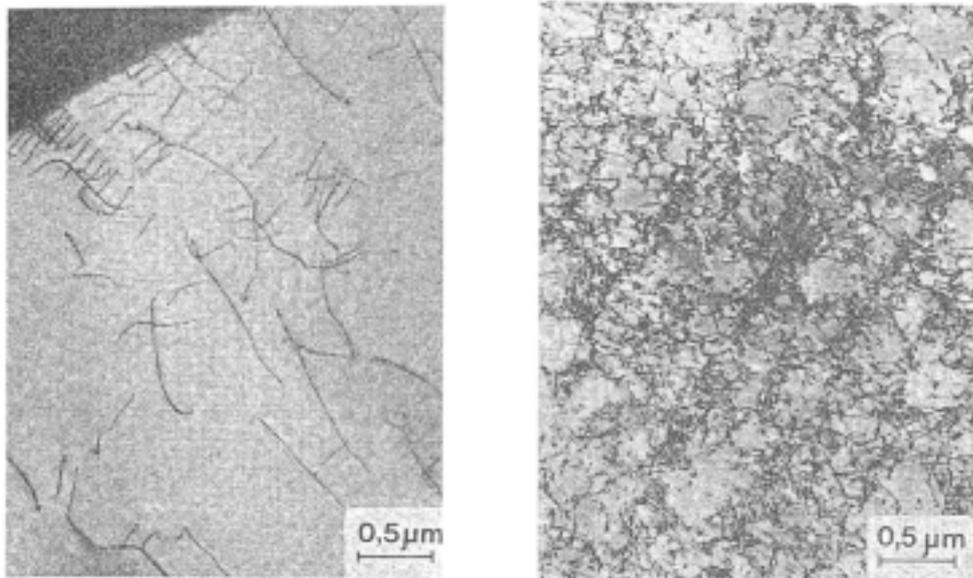


Figure 9 : Dureté au voisinage d'une soudure d'acier 316, d'après Etienne (1980)



a) métal de base

b) zone affectée par le soudage

Figure 10 : Microstructure de dislocations au voisinage d'une soudure d'acier 316, d'après Etienne (1980)

### I.1.3.3 Remise en solution et précipitation des carbures et des carbo-nitrides

Dans les zones affectées la température peut être suffisamment élevée pour que les carbo-nitrides primaires des aciers stabilisés soient remis en solution. Pour les aciers non stabilisés cette teneur reste inchangée lors du chauffage puisque tout le carbone est déjà en solution. En fonction de la vitesse de refroidissement, de la teneur en carbone et de l'état d'écroûissage de la zone affectée, la précipitation des carbures intergranulaires peut intervenir lors du refroidissement. Ce phénomène conduit à la sensibilisation des zones affectées à la corrosion intergranulaire. Examinons successivement le cas des aciers non stabilisés et celui des aciers stabilisés.

#### a) *Précipitation dans les aciers non stabilisés :*

Kokawa et Kuwana (1992) ont étudié la précipitation au voisinage de soudures dans des aciers 304 H et 304 L. Ils montrent que la zone de précipitation intergranulaire n'est pas adjacente à la zone fondue, mais située au-delà de la zone à gros grains. D'après leurs observations, la baisse de la teneur en carbone limite la quantité de carbures intergranulaires, et joue par conséquent sur le niveau de la déchromisation locale, mais ne supprime pas la zone de précipitation.

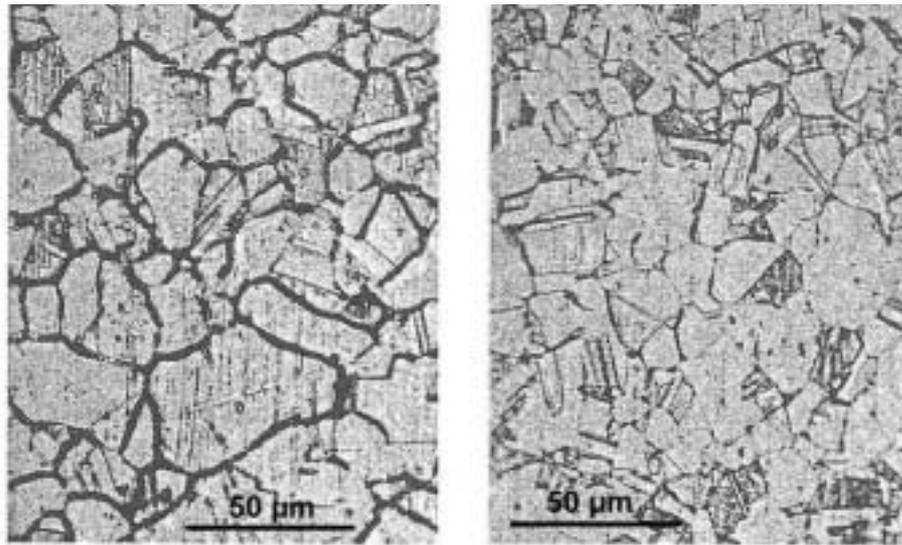
Solomon (1978) a étudié l'effet d'une déformation imposée pendant le cycle thermique de soudage sur la précipitation intergranulaire d'aciers 304 par l'intermédiaire de l'essai Strauss modifié. La Figure 11 montre que la sensibilisation d'un échantillon subissant des cycles thermiques de soudage augmente fortement si celui-ci est « bridé » pendant les périodes de refroidissement. Le bridage signifie que les extrémités de l'échantillon sont maintenues fixes lors du refroidissement, ce qui produit une déformation plastique de l'ordre de 2%. Cet effet était attendu, car on a vu que l'écroûissage favorisait la précipitation.

#### b) *Remise en solution et précipitation dans les aciers stabilisés*

Folkhard (1988) rappelle qu'une partie importante des carbo-nitrides primaires peut être remise en solution lors de traitements thermiques courts mais à température élevée. Si le refroidissement est rapide, ce carbone libre ne reprécipite que partiellement, ce qui peut entraîner une perte de l'effet stabilisateur du niobium ou du titane. En effet, Folkhard indique que, lors d'un vieillissement ultérieur entre 500°C et 650°C, ce sont préférentiellement des carbures de chrome du type  $M_{23}C_6$  qui précipiteront au niveau des joints, causant éventuellement des problèmes de corrosion intergranulaire. Comme cette sensibilisation se produit uniquement dans les zones qui ont connu des températures suffisamment élevées ( $T > 1200^\circ\text{C}$ ), seul un fin liseré parallèle à la zone fondue de la soudure est concerné. Ce type de figure de corrosion est appelé pour cette raison : « corrosion en lame de couteau ».

Les carbures de chrome peuvent également précipiter pendant les cycles thermiques de soudage, comme dans les aciers non stabilisés. Dans ce cas, la sensibilisation est effective dès la fin du soudage, un vieillissement ultérieur dans le domaine de précipitation n'est pas nécessaire. C'est ce qu'il semble s'être produit dans certains réacteurs nucléaires à eau bouillante allemands. Erve et al. (1997) rappellent que de nombreux cas de corrosion intergranulaire sous contrainte ont été détectés au voisinage des soudures d'aciers stabilisés au titane, après utilisation entre 200°C et 300°C. L'analyse statistique des défauts montre qu'ils concernent avant tout des aciers à relativement bas rapport de stabilisation (Ti/C entre 6 et 9), et à teneur en carbone relativement haute (0.05-0.06%). Par ailleurs, ils ont mis en évidence dans le premier millimètre de la zone affectée une précipitation intergranulaire de carbures de chrome, associée à une perte de la résistance à la corrosion. La Figure 12 montre les mesures électrochimiques de sensibilité à la corrosion qu'ils ont réalisées au voisinage d'une soudure fissurée en service.

Folkhard (1988) indique qu'on peut limiter les risques de sensibilisation des aciers stabilisés au voisinage des soudures en diminuant la teneur en carbone en dessous de 0.04% et en augmentant le rapport de stabilisation (Ti/C > 8 et Nb/C > 15).



a) avec bridage

b) sans bridage

Figure 11 : Corrosion intergranulaire dans un acier 304 à 0.08% de carbone, après précipitation intergranulaire de carbures de chrome, lors d'une série de 7 cycles de soudage différents, d'après Solomon (1978)

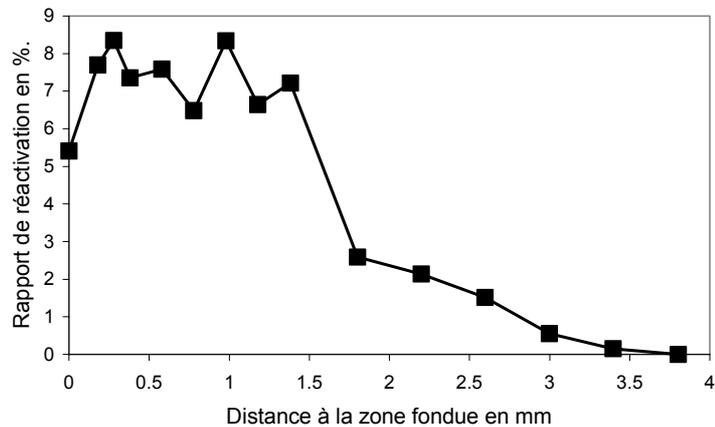


Figure 12 : Sensibilisation de la zone affectée d'un acier stabilisé au titane, le rapport de réactivation correspond au rapport entre le courant mesuré à l'activation et celui mesuré à la réactivation, d'après Erve et al. (1997)

#### I.1.3.4 Cinétique de restauration de l'écrouissage

Les zones affectées par le soudage peuvent présenter un écrouissage résiduel. Or la fissuration en relaxation intervient lors d'un traitement de détensionnement ou lors de la mise en service. Il faut donc s'intéresser à l'évolution de la microstructure de dislocations des zones affectées lorsque celles-ci sont réchauffées. Quelques études de la littérature concernent la restauration de l'écrouissage introduit initialement par déformation à l'ambiante. Nous en présentons l'essentiel dans ce paragraphe ; davantage de données expérimentales sur ce sujet sont présentées en **Annexe A**, au paragraphe VIII.1.2.2.

Comme on l'a vu précédemment, un réchauffage au-dessus de 500°C des aciers inoxydables austénitiques peut entraîner la précipitation de carbures et de carbo-nitrides. Or ceux-ci limitent la restauration du réseau de dislocations. La Figure 13, tirée de Williams (1980), montre qu'après hypertrempe à 1100°C et écrouissage à l'ambiante de 20% l'acier stabilisé résiste bien mieux à la restauration que l'acier non stabilisé. L'auteur explique ce résultat par l'épinglage des dislocations par les fins carbures de niobium qui serait plus efficace que l'épinglage par les carbures de chrome plus grossiers. Une étude complémentaire de Boothby et al. (1985) présente des mesures de la cinétique de restauration de trois aciers : un acier non stabilisé de type 316 à 0.05% de carbone, et deux aciers stabilisés au niobium à 0.02% et 0.10% de carbone. Ils confirment le fait que les carbures de niobium secondaires retardent la restauration, mais insistent sur le rôle des carbures primaires. Seul l'acier stabilisé à haut carbone présente des carbures primaires, or celui-ci recristallise pour une température plus faible que l'acier stabilisé à bas carbone. Les auteurs pensent donc que les carbures primaires favorisent la recristallisation, en augmentant le nombre de sites de germination.

La Figure 14, tirée de Chabaud-Reytier (1999) montre l'évolution de la dureté d'un acier stabilisé au titane hypertrempe à 1200°C en fonction du vieillissement et du niveau d'écrouissage imposé. Des examens de microscopie électronique en transmission permettent d'interpréter les mesures de la façon suivante. L'adoucissement de l'état écroui 40% est lié à la recristallisation rapide. En revanche, l'état écroui 15% ne recristallise pas et conserve une dureté élevée tout au long du vieillissement du fait de la précipitation des carbures de titane sur les dislocations. Cette précipitation conduit par ailleurs au durcissement des états peu écrouis. On peut également remarquer que l'écrouissage renforce le durcissement par précipitation comme dans la Figure 7 tirée de Younger (1963). La Figure 14 permet également de se rendre compte de la forte capacité de durcissement par écrouissage des aciers inoxydables austénitiques en comparaison du durcissement par précipitation.

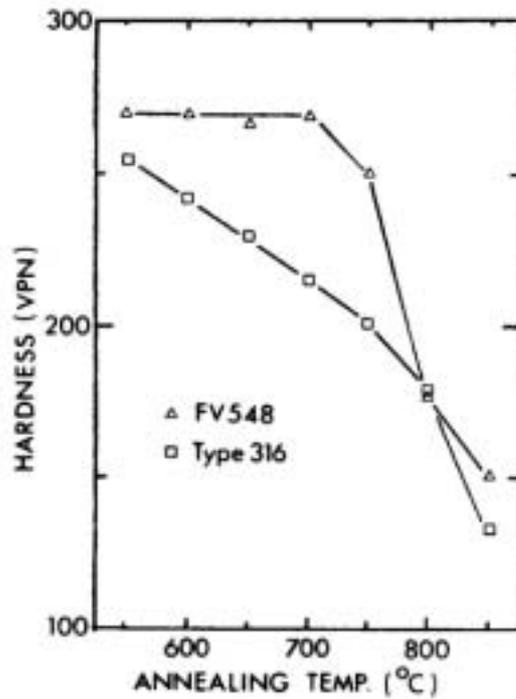


Figure 13 : Evolution de la dureté Vickers après 100 heures de vieillissement en fonction de la température, pour un acier 316 non stabilisé à 0.04% de carbone et un acier de type FV548 stabilisé à 0.11% de carbone et 0.92% de niobium hypertrempés à 1100°C (C en solution 0.02% d'après les calculs de solubilité), d'après Williams (1980)

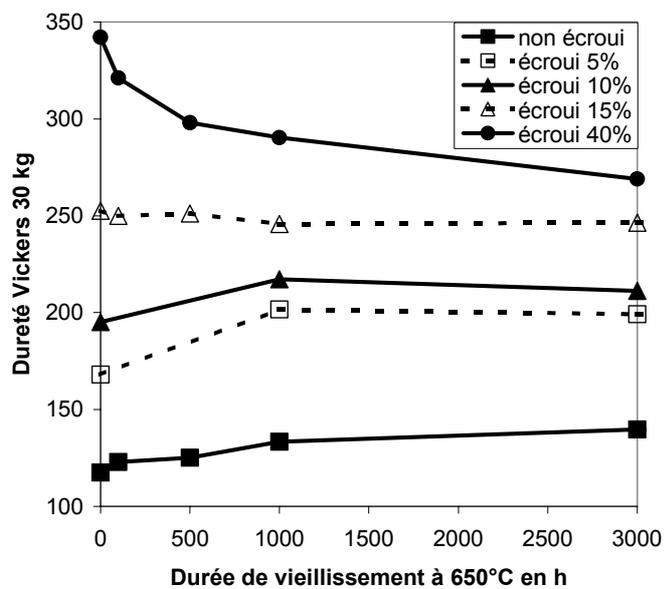


Figure 14 : Evolution de la dureté d'un acier 321 à 0.06% de carbone et 0.6% de titane, hypertrempé à 1200°C, en fonction du temps de vieillissement et du niveau d'écrouissage initial, d'après Chabaud-Reytier (1999)

#### **I.1.4 Résumé du paragraphe I.1**

##### *Métallurgie structurale et déformation des aciers inoxydables austénitiques*

- *les aciers inoxydables austénitiques sont des solutions solides de structure cubique à faces centrées possédant une forte capacité d'écrouissage liée à leur faible énergie de faute d'empilement*
- *les aciers non stabilisés sont soumis à la précipitation de carbures de chrome entre 500°C et 900°C, le nez de la courbe Temps-Température-Transformation étant situé vers 800°C*
- *les aciers stabilisés peuvent contenir des carbo-nitrures primaires (non remis en solution par le traitement d'hypertrempe) et des carbo-nitrures secondaires (précipités lors de vieillissements ultérieurs)*
- *une forte teneur en carbone et un pré-écrouissage favorisent la précipitation*
- *la précipitation secondaire conduit à l'augmentation de la dureté des aciers peu ou pas écrouis, et limite la restauration des aciers écrouis*
- *les précipités primaires ont, au contraire, tendance à favoriser la recristallisation*
- *les zones affectées par le soudage, partiellement recristallisées, présentent un écrouissage résiduel et une précipitation intergranulaire de carbures de chrome qui peut sensibiliser la zone affectée à la corrosion intergranulaire*
- *les carbo-nitrures primaires des aciers stabilisés peuvent être remis en solution dans les zones affectées, augmentant ainsi la quantité d'éléments disponibles pour une éventuelle précipitation ultérieure*

## I.2 Fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques

Dans ce paragraphe, nous rappelons l'expérience industrielle de la fissuration en relaxation telle qu'elle est rapportée dans la littérature ouverte. Ensuite nous évoquerons les nombreuses études de laboratoire concernant la détermination des mécanismes physiques à l'origine de la fissuration en relaxation des aciers stabilisés. Enfin nous nous intéresserons au cas des aciers non stabilisés, qui a été très peu étudié.

Notre étude se limite aux aciers inoxydables austénitiques, cependant nous avons inclus en **Annexe A**, au paragraphe VIII.2, quelques données concernant les aciers faiblement alliés et les alliages base nickel. En effet, certaines analogies peuvent être faites entre ces différents alliages et les aciers inoxydables austénitiques.

### I.2.1 *Expérience industrielle*

#### I.2.1.1 Identification de la fissuration en relaxation

En 1957, Curran et Rankin décrivent les premiers cas de fissuration en relaxation identifiés sur des aciers de type 347 utilisés entre 550°C et 600°C. Ils invoquent trois raisons pour la fissuration. Premièrement, les contraintes résiduelles qui se relaxent lentement car le matériau ne flue pas vite à ces températures d'utilisation (en comparaison des aciers ferritiques employés à cette époque). Ensuite les concentrations de contraintes dues à la présence de congés de faible rayon. Enfin les contraintes d'origine thermique, qui sont plus élevées dans les aciers austénitiques que dans les aciers ferritiques, étant donné leur coefficient de dilatation plus élevé.

La même année, Emerson et Jackson réalisent les premiers essais de relaxation en laboratoire sur des composants soudés en acier de type 347. Ils reproduisent ainsi les ruptures observées en service et donnent la définition de la fissuration en relaxation : il s'agit d'une rupture intergranulaire, similaire à la rupture par fluage, qui intervient au réchauffage, lorsque le matériau des zones affectées ne possède pas une ductilité suffisante pour relaxer les contraintes résiduelles liées au soudage. La rupture sera, par conséquent, d'autant plus rapide que le niveau de contraintes initial sera élevé.

Depuis lors, cette définition n'a pas été remise en cause. En revanche, le débat scientifique concernant les raisons de la faible ductilité des zones affectées par le soudage n'est pas clos, et la fissuration en relaxation constitue encore un problème industriel d'actualité.

#### I.2.1.2 Matériaux concernés et domaine de température

Le Tableau 2 récapitule différentes conditions de fissuration en relaxation identifiées en service. On constate que les aciers stabilisés et les aciers non stabilisés sont concernés. Mais si la fissuration des aciers stabilisés a été découverte dans les années cinquante, ce n'est que très récemment que les aciers non stabilisés comme le 316 et le 304 ont été reconnus comme sensibles à la fissuration en relaxation. Les durées d'utilisation sont très variables, certaines pièces en aciers stabilisés ont parfois fissuré lors de traitements de détensionnement, avant même leur mise en service.

Aucun cas de fissuration en relaxation n'a été rapporté pour des températures inférieures à 500°C. Il semble raisonnable d'affirmer qu'en dessous de la température de fluage significatif (RCC-MR 1996), soit environ 450°C pour les aciers de l'étude, la fissuration en relaxation n'intervient pas car la diffusion nécessaire au développement de l'endommagement intergranulaire est trop faible. Suite à des études de laboratoire, Van Wortel (1998) indique (Tableau 3) les domaines de température les plus dangereux pour les quatre matériaux qu'il a testés.

Il n'est pas évident de déterminer les sensibilités relatives des différents matériaux touchés. En effet, la vitesse de fissuration sur un composant soudé dépend non seulement de la température et du matériau mais aussi du niveau de contraintes résiduelles, qui lui-même

dépend du matériau, de la géométrie et des conditions de soudage. De plus, il n'existe pas d'essai mécanique normalisé pour mesurer la résistance d'un matériau à la fissuration en relaxation. Par ailleurs, il faut tenir compte de l'évolution historique de la composition des aciers. Dhooge (1998) signale à ce propos que les nouveaux aciers de type 347 pour l'industrie nucléaire comportent des teneurs en carbone et en niobium bien plus faibles que les aciers des années cinquante, tout en ayant des rapports de stabilisation élevés (Nb/C>13). Cela leur conférerait une meilleure résistance à la fissuration en relaxation.

Matériau	Température en °C	Durée d'utilisation	Source
347 ZA	560	6-18 mois	Emmerson (1957)
347 ZA	600-700	15 jours	Dhooge (1998)
347 ZA	<600	20 ans	Dhooge (1998)
347 ZA	Pendant le détensionnement		Dhooge (1998)
316 H ZA	510-550	1-5 ans	Coleman (1998)
316 ZA	520	11 ans	Dhooge (1998)
316 ZA	560-570	non précisée	Dhooge (1998)
304 H ZA	550	10 ans	Cabrillat (2001)
321 ZA	Pendant le détensionnement : 2 heures entre 850°C et 900°C		Dhooge (1998)
321 ZA	500	3 ans	Dhooge (1998)
321 EC	600-650	1 mois	Dhooge (1998)
800 H ZA	600	2 ans	Dhooge (1998)
800 H ZA	790	2 ans	Dhooge (1998)
Abréviations :	ZA : zones affectées par le soudage		
	EC : écroui à température ambiante		

Tableau 2 : Conditions de fissuration en relaxation identifiées en service

Matériau	Température en °C
321 H	525-600
304 H	525-600
800 H (30Ni, 20Cr, Al, Ti)	550-650
617 (22Cr, 11Co, 9Mo, base Ni)	550-700

Tableau 3 : Domaine de température pour lequel le risque de fissuration en relaxation est maximal, en fonction du type de matériau, d'après Van Wortel (1998)

### **I.2.1.3 Facteurs influençant la fissuration en relaxation**

#### ***Épaisseur du composant***

L'épaisseur des composants soudés est citée par tous les auteurs comme un facteur aggravant le risque de fissuration en relaxation. Younger (1960) rapporte que les composants en 347 qui ont fissuré en service étaient souvent plus épais que 19 mm. Thomas (1984) indique que la fissuration en relaxation n'est que rarement constatée pour des épaisseurs inférieures à 13 mm. Coleman et al. (1998) distinguent deux niveaux de risque en fonction de l'épaisseur : faible si celle-ci est inférieure à 15 mm et fort si celle-ci est supérieure à 25 mm. Meitzer (1975) pense que l'épaisseur augmente le risque de fissuration, car le retrait lors du soudage serait lui-même augmenté, ce qui élèverait le niveau des contraintes résiduelles. Une autre conséquence de l'épaisseur des composants est un niveau plus élevé de triaxialité des contraintes ce qui diminue généralement la ductilité des matériaux, voir notamment Spindler (2001).

#### ***Taille de grain***

Van Wortel (1998) affirme qu'une taille de grain importante augmente le risque de fissuration en relaxation. Thomas (1984) et Dhooge (1998) conseillent également de limiter la taille de grain des aciers austénitiques à l'indice ASTM 3-4, afin de se prémunir contre la fissuration en relaxation. Ces recommandations se fondent sur leur expérience de la fissuration en relaxation. Les auteurs ne donnent pas d'explication physique à cet effet de taille de grains, mais on peut sans doute établir un lien entre leur remarque et le fait que la ductilité en fluage diminue lorsque la taille de grain augmente (voir § I.3.2).

#### ***Dureté***

Van Wortel (1995) note que la dureté semble être un bon indicateur du risque de fissuration en relaxation. D'après lui, une dureté Vickers supérieure à 200 signifie que le risque existe. Les matériaux qui durcissent par précipitation (aciers stabilisés et alliages base nickel) sont d'ailleurs cités par tous les auteurs comme les plus sensibles à la fissuration en relaxation. Rappelons également que l'écrouissage des zones affectées lors du soudage peut également engendrer une dureté supérieure à 200 HV (Figure 9).

#### ***Concentration de contraintes***

Meitzer (1975) constate que les fissures de relaxation se développent le plus souvent sur des concentrations de contraintes : raccordement entre tubes d'épaisseurs différentes par exemple. Comme les contraintes résiduelles sont le moteur de la fissuration en relaxation, il paraît naturel que toute concentration de contraintes soit néfaste. Une forme particulière de concentration de contraintes est causée par la « fissuration à chaud » des aciers inoxydables austénitiques. Ce type d'endommagement se développe pendant le soudage et peut engendrer de petites fissures dans le métal fondu ou dans la zone affectée très proche de la ligne de fusion. Ces fissures ou autres défauts de soudage servent de sites d'amorçage préférentiels pour la fissuration en relaxation. Cependant, Younger et Baker (1960) montrent que la fissuration en relaxation peut se développer même en l'absence de fissuration à chaud.

Toutes ces tendances sont exprimées en termes qualitatifs. Les industriels ont pourtant besoin de données quantitatives pour déterminer la fréquence des inspections et décider du remplacement ou de la réparation de certains composants soudés. Coleman et al. (1998) décrivent la stratégie adoptée par British Energy pour l'acier 316H. Cette démarche repose sur une évaluation du risque de fissuration en fonction de la température de fonctionnement, de l'épaisseur du composant et des traitements thermiques éventuels.

#### 1.2.1.4 Solutions proposées

Une solution au problème de la fissuration en relaxation est le traitement thermique après soudage, bien qu'il existe un risque de fissuration pendant le traitement lui-même. Dans ce cas, le traitement idéal est bien sûr l'hypertrempe vers 1050°C (Dhooge 1998 et Coleman et al. 1998). Ce traitement conduit à la recristallisation de la zone affectée. Il efface par conséquent l'écrouissage résiduel, et les contraintes résiduelles. Cependant, le traitement d'hypertrempe n'est pas toujours réalisable en pratique. C'est pourquoi Coleman et al. (1998) proposent pour le 316 un traitement de deux heures à 750°C. Il nous faut rappeler que la phase sigma fragilisante se forme rapidement à cette température à partir de la ferrite (Thomas et Keown 1981). Comme les aciers inoxydables austénitiques contiennent peu de ferrite, cela n'est pas forcément critique pour la tenue des composants. Cependant, le métal d'apport des soudures contient souvent de 5 à 10% en ferrite car cette phase permet d'éviter la fissuration à chaud (i.e. pendant le soudage). Un tel traitement thermique est donc susceptible de fragiliser les jonctions soudées.

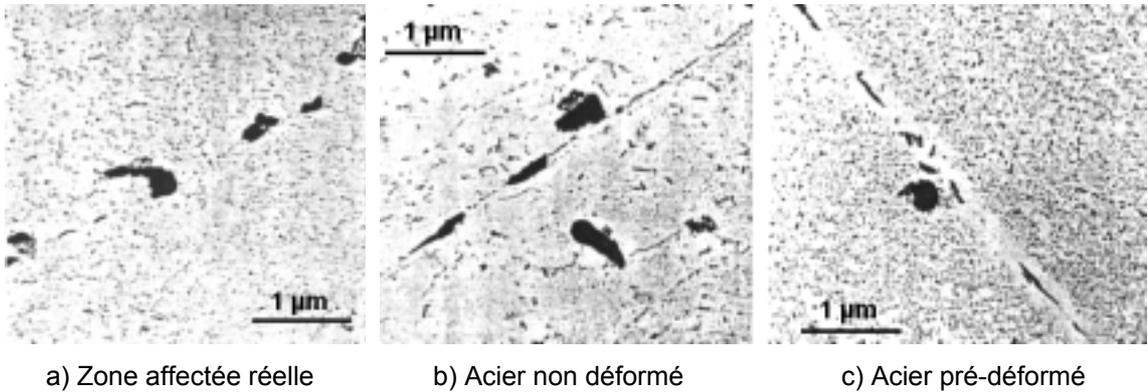
On peut aussi chercher à éviter le risque de fissuration en relaxation dès la conception des composants. Thomas (1984) conseille d'utiliser les aciers non stabilisés qui sont moins sensibles que les aciers stabilisés. Dhooge (1998) conseille d'imposer une taille de grain inférieure à 100 µm. Il convient également d'araser les soudures avant de pratiquer un traitement de détensionnement, afin d'éviter les concentrations de contraintes locales dues à la géométrie du cordon et à un éventuel défaut de soudage (Younger et Backer 1961). Il s'agit également de limiter les concentrations de contraintes liées à la géométrie globale de la pièce comme les raccordements entre tubes d'épaisseurs différentes, ou les faibles rayons de courbure (Emmerson et Jackson 1957).

### 1.2.2 Fissuration en relaxation des aciers stabilisés

#### 1.2.2.1 Reproduction de la fissuration en relaxation

Younger et Backer (1960) ont reproduit la fissuration en relaxation en réchauffant pendant 100 heures à 750°C un assemblage soudé en acier 347 à 0.085% de carbone et 0.87% de niobium. La géométrie de l'assemblage est rapportée dans leur étude. Il s'agit d'un piquage circulaire soudé sur une plaque épaisse. Cet essai est appelé « Borland ». Ils observent ensuite la microstructure des zones fissurées, et remarquent (Figure 15.a) une précipitation fine et intense de carbo-nitrides de niobium secondaires. Comme on l'a vu au paragraphe 1.1.3, les zones affectées par le soudage peuvent présenter un écrouissage résiduel. Suite à ces observations, Younger et Backer (1961) ont eu l'idée de simuler les zones affectées par un cycle thermique de soudage ( $T_{\max}=1300^{\circ}\text{C}$ ) destiné à remettre en solution une partie des précipités primaires, suivi d'une déformation à température ambiante. Ils observent ensuite l'état de précipitation obtenu après vieillissement de 100 heures à 750°C. La Figure 15 montre que la fine précipitation de carbo-nitrides de niobium secondaires, observée dans la zone affectée réelle, n'est correctement reproduite que si le vieillissement est précédé d'une déformation plastique. Les auteurs ajoutent qu'une déformation de 3% est suffisante pour produire cette fine précipitation. Younger et al. (1963) ont également réalisé des observations par microscopie en transmission qui montrent que la précipitation des carbo-nitrides de niobium s'effectue sur les dislocations. Rappelons que cette précipitation induite par écrouissage conduit à l'augmentation du niveau de dureté (Figure 7).

Irvin et al. (1960) ont étudié les relations entre l'état de précipitation et la ductilité d'aciers de type 347 contenant au moins 0.06% de carbone. La Figure 16 montre que pour des essais de fluage entre 550°C et 700°C, la ductilité présente un minimum (de l'ordre de 5%) lorsque la contrainte de fluage correspond approximativement à la limite d'élasticité. Les examens de répliques extractives réalisées sur ces éprouvettes montrent que ce minimum de ductilité correspond à la précipitation intragranulaire de fins carbo-nitrides de niobium. D'un côté, lorsque la contrainte est très élevée, la précipitation n'a pas le temps de se développer sur les dislocations. De l'autre côté, lorsque la contrainte est inférieure à la limite d'élasticité la précipitation est moins fine car il y a trop peu de dislocations pour favoriser leur germination intragranulaire.



a) Zone affectée réelle      b) Acier non déformé      c) Acier pré-déformé

Figure 15 : Etat de précipitation observé sur répliques après vieillissement de 100 heures à 750°C d'un acier de type 347, NbC intragranulaires et  $M_{23}C_6$  intergranulaires, d'après Younger et Backer (1961)

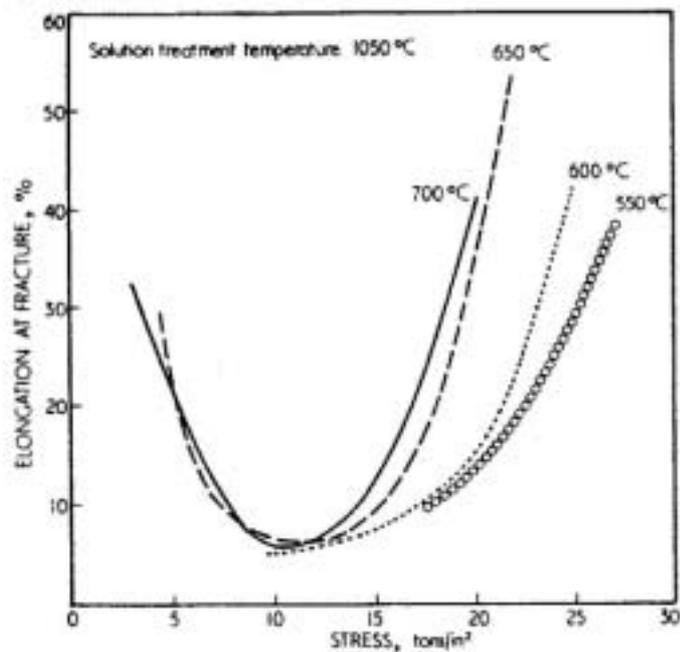


Figure 16 : Relation entre l'allongement à rupture et la contrainte nominale lors d'essais de fluage réalisés à différentes températures sur des aciers de type 347, hypertrempés à 1050°C et possédant une teneur en carbone comprise entre 0.06% et 0.12% et une teneur en niobium comprise entre 0.80% et 1.33%, 1 ton/in<sup>2</sup>=15.2 MPa, d'après Irvin et al. (1960)

### 1.2.2.2 Mécanismes proposés

Suite à ces constatations, les auteurs des publications mentionnées ci-dessus semblent s'accorder pour proposer un mécanisme de fragilisation intergranulaire lié à un durcissement intragranulaire provoqué par la précipitation induite par écrouissage lors du maintien en température après soudage. L'hypothèse selon laquelle le niveau de dureté est un bon indicateur de la sensibilité à la fissuration en relaxation conduit d'ailleurs Hadrill et al. (1965) à proposer la Figure 17 comme diagramme de sensibilité à la fissuration en relaxation. Si les précipités n'ont pas le temps de se former, ou s'ils coalescent trop rapidement le durcissement mesuré sera faible et les joints de grains ne seront pas trop sollicités, la rupture sera donc ductile. En revanche, si le durcissement observé est important, alors la fragilisation intergranulaire sera importante. La Figure 18 montre les résultats d'essais Borland réalisés par Younger et Backer sur deux aciers 347. Le temps à partir duquel la fissuration en relaxation est détectée diminue lorsque la température augmente de 550°C à 750°C. Ces observations sont conformes au mécanisme proposé par Hadrill et al. (1965) et au diagramme de la Figure 17.

Younger et al. (1963) ont également réalisé des mesures de l'évolution de la dureté d'un acier de type 347 lors de vieillissements anisothermes. Ces dernières mesures sont en accord avec le mécanisme proposé et l'expérience industrielle de fissuration lors d'un traitement thermique de détensionnement, puisqu'un durcissement important peut se produire dans la zone affectée pendant le chauffage de la pièce.

Hadrill et al. (1965) notent tout de même, que le degré de sensibilité doit également évoluer en fonction du niveau d'écrouissage. Or plus le métal déposé lors du soudage est résistant, plus l'écrouissage des zones affectées sera important. Younger et al. (1963) montrent justement que selon le métal déposé, la fissuration des zones affectées d'un acier 347 était ou n'était pas visible après 3 heures de vieillissement à 650°C. Dans le même article les auteurs ne mesurent qu'une très faible augmentation du niveau de dureté pour ce temps de vieillissement après écrouissage de 5% (Figure 7), ce qui indique que le diagramme de la Figure 17 ne serait pas conservatif, s'il était appliqué à des zones affectées très écrouies.

Ce mécanisme de fissuration des aciers stabilisés repose sur l'idée que l'augmentation de la dureté due à la précipitation induite par écrouissage correspond également à une augmentation de la résistance intragranulaire à la déformation à chaud et que cet accroissement de résistance intragranulaire conduit à une forte sollicitation des joints de grains et donc à une certaine fragilité intergranulaire. L'expérience montre qu'il y a bien coïncidence entre la fine précipitation induite par l'écrouissage, le durcissement à froid, et le minimum de ductilité en fluage. Cependant Chabaud-Reytier (1999) a pu montrer sur un acier 321 hypertrempé à 1200°C puis écroui 5% ou 10%, que si un pré-vieillissement conduit bien à l'augmentation de la dureté liée à la précipitation induite par écrouissage (Figure 14), il diminue la résistance à la déformation à 600°C, autrement dit il augmente la vitesse de fluage pour une contrainte donnée. L'auteur pense alors que la résistance au fluage serait plutôt liée à la concentration des éléments en solution (titane, carbone et azote) au début de l'essai qu'à la présence de précipités.

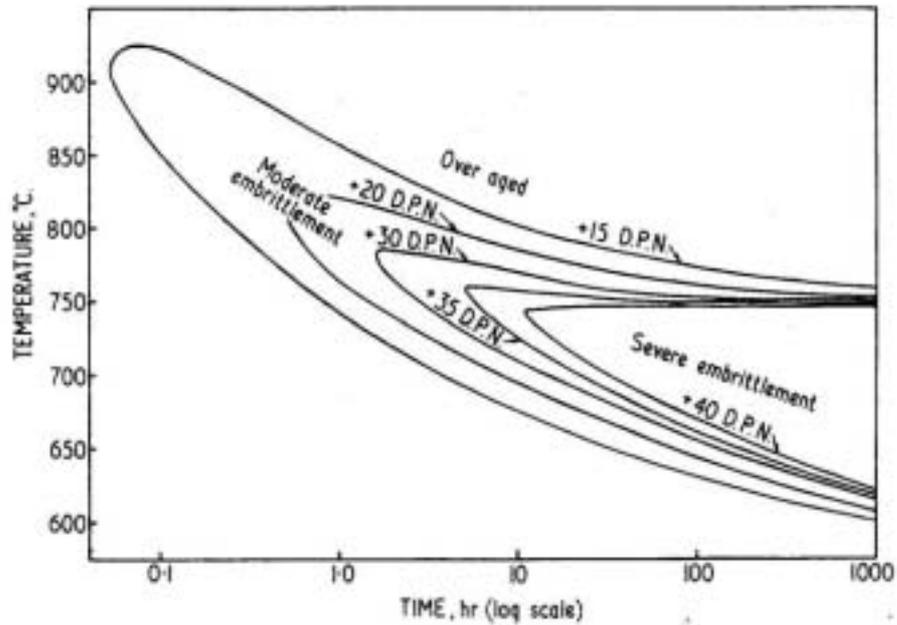


Figure 17 : Domaine de fragilisation isotherme d'un acier de type 347 suivant l'hypothèse que l'élévation de dureté Vickers (DPN) est un bon indicateur du degré de fragilisation, d'après Haddrill et al. (1965)

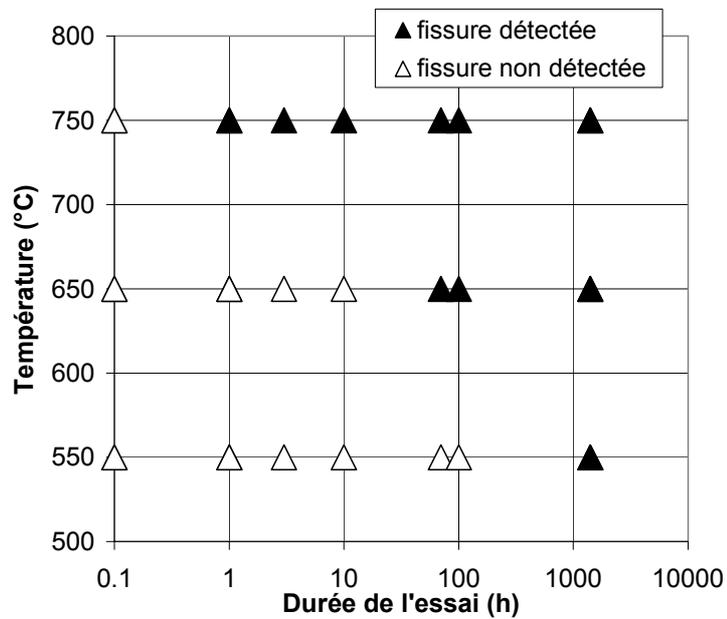


Figure 18 : Diagramme temps-température de la fissuration des zones affectées observée sur coupes métallographiques lors d'essais Borland réalisés sur un acier de type 347 à 0.085% de carbone et 0.87% de niobium, d'après Younger et Backer (1960 et 1961)

Par ailleurs, Chabaud-Reytier et al. (2003) ont également reproduit la fissuration intergranulaire sur ce matériau pré-écroui, en sollicitant des éprouvettes CT en relaxation. La Figure 19 montre alors que la sensibilité de cet acier dépend fortement du niveau de pré-écrouissage, mais pas du niveau de pré-vieillessement. Ce pré-vieillessement aurait même tendance à diminuer la sensibilité de cet acier à la fissuration en relaxation. Les auteurs proposent alors un nouveau mécanisme de fragilisation intergranulaire : l'interaction forte entre les dislocations introduites pendant le soudage et les éléments remis en solution dans la zone affectée causerait un retard à la restauration, ce qui maintiendrait des contraintes élevées au niveau des joints de grains. Dans ce cas, la fine précipitation de carbo-nitrides secondaires ne serait que la preuve que le matériau a possédé à un moment donné une forte teneur en éléments en solution, une quantité importante de dislocations et qu'il a séjourné dans le domaine de température critique. La précipitation ne serait donc pas la cause de la fragilisation.

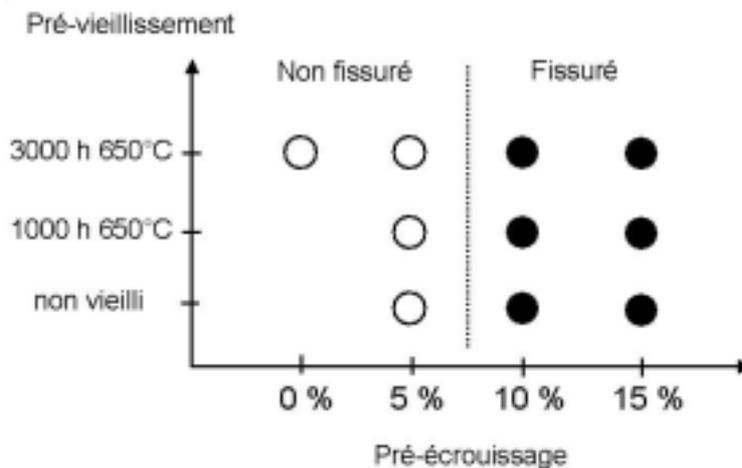


Figure 19 : Propagation de fissure intergranulaire lors d'essais de relaxation sur éprouvettes CT pré-fissurées en acier de type 321, à 0.06% de carbone et 0.6% de titane, hypertrempe à 1200°C, d'après Chabaud-Reytier et al. (2003)

Un troisième mécanisme de fragilisation intergranulaire a été proposé par Ortner et Hipsley (1992 et 1995). Dans un premier temps, ils ont mis en évidence la ségrégation intergranulaire de soufre dans un acier 347 hypertrempe à 1300°C puis testé en fluage sur éprouvette CT à 550°C. D'après eux, la température d'hypertrempe élevée permet de remettre le soufre en solution et de le concentrer dans les joints de grains. Ensuite, ils ont montré que cette ségrégation était intensifiée par les contraintes en pointe des microfissures intergranulaires. Par analogie avec la fissuration en relaxation des aciers faiblement alliés (**Annexe A § VIII.2.1**), ils attribuent donc la fragilité intergranulaire des aciers austénitiques à la diffusion du soufre assisté par la contrainte. Ils insistent tout de même sur le fait que les aciers austénitiques à forte teneur en soufre ne sont pas plus fragiles que les autres. De plus, contrairement au cas des aciers faiblement alliés, la vitesse de fissuration en fluage semble contrôlée par la vitesse de déformation quel que soit le mode de rupture. Si la ségrégation du soufre au niveau des joints de grains est établie, ce n'est donc pas forcément elle qui contrôle la fissuration en relaxation.

### **I.2.3 Fissuration en relaxation des aciers non stabilisés**

Les mécanismes de fissuration en relaxation des aciers non stabilisés n'ont pas encore été étudiés de manière très approfondie. Cependant, certaines études sur les aciers stabilisés incluent des mesures comparatives avec les aciers non stabilisés.

#### **I.2.3.1 Reproduction de la fissuration en relaxation**

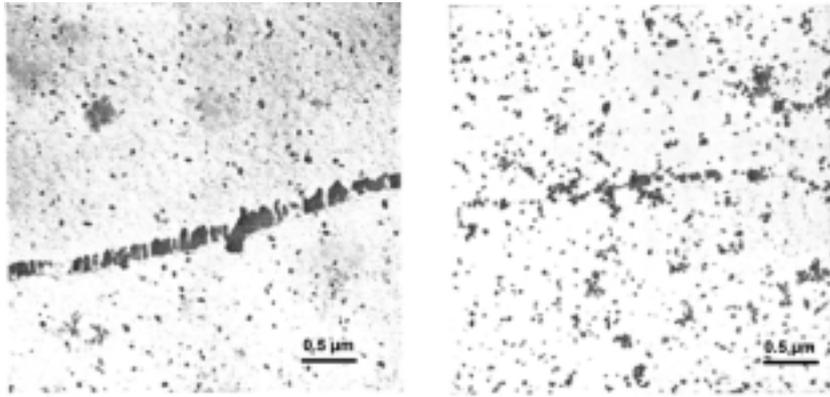
Younger et Backer (1960) ont reproduit la fissuration en relaxation lors d'essais Borland de 100 heures à 750°C réalisés sur un acier de type 304 à 0.07% de carbone. La fissuration a été constatée pour l'assemblage réalisé avec le métal d'apport le plus résistant et donc susceptible d'engendrer un niveau d'écroûssage important dans la zone affectée. Les répliques extractives réalisées après essai montraient, dans ce cas, une fine précipitation de carbures de chrome intragranulaires similaire à la précipitation intragranulaire supposée néfaste dans les aciers stabilisés. Dans le cas d'un assemblage soudé avec une électrode moins résistante, la précipitation constatée est plus grossière, comme on le voit sur la Figure 20, et le réchauffage de la soudure n'a pas conduit à la fissuration. Un acier 316 à 0.04% de carbone a également été testé dans ces conditions. Aucune fissure et aucune précipitation intragranulaire n'a été observée sur ce matériau. Par ailleurs, la Figure 21 montre que, contrairement au cas des aciers stabilisés, le vieillissement de cet acier après écrouissage ne conduit pas à son durcissement. Les auteurs expliquent ce phénomène par la relativement faible teneur en carbone de l'acier testé.

Van Wortel (1998) a également reproduit la fissuration en relaxation dans un acier 304 à 0.06% de carbone, en conduisant un essai de relaxation sur une éprouvette entaillée chargée en flexion. L'acier à l'état soudé ou à l'état écroui s'est révélé sensible à 575°C mais pas à 650°C. Par ailleurs, il indique qu'un traitement de 3 heures à 875°C, après soudage ou écrouissage permet à l'acier de retrouver une ductilité suffisante pour ne plus fissurer en relaxation. De plus, il indique que ce traitement de 3 heures à 875°C est tout aussi efficace s'il est réalisé avant l'écrouissage.

#### **I.2.3.2 Ductilité en fluage des zones affectées**

Detert et al. (1981) ont réalisé des essais de fluage entre 550°C et 650°C sur 12 nuances d'aciers inoxydables austénitiques hypereutectés entre 1000°C et 1100°C et soumis à un cycle thermique simulant celui subi par les zones affectées par le soudage : 5 secondes à 1300°C. Les aciers non stabilisés se révèlent alors plus ductiles que les aciers stabilisés. Leur allongement à rupture est supérieur à 10%, alors que celui des aciers stabilisés est inférieur à 5%. Par ailleurs, les aciers non stabilisés présentent toujours un effet d'entaille positif. Cela signifie que, pour une même contrainte nominale, le temps à rupture d'éprouvettes entaillées est plus long que celui d'éprouvettes lisses. Les aciers stabilisés ayant subi le traitement à 1300°C présentent, en revanche, un effet d'entaille négatif.

Christoffel (1960 et 1963) a également comparé la tenue au fluage à 593°C de soudures en acier 347 et en acier 316 à 0.05% de carbone. Il ne retrouve absolument pas, sur le 316, le caractère fragile qu'il avait remarqué sur le 347 testé en fluage sur éprouvette entaillée (l'entaille étant située dans la zone affectée). Pour l'acier non stabilisé, la rupture observée est toujours ductile et l'effet d'entaille est toujours positif, à l'état soudé comme à l'état rehypertrempé. En revanche, l'effet d'entaille était négatif pour les soudures d'aciers 347.



a) électrode 18Cr-9Ni      b) électrode 33Cr-55Co (plus résistante)

Figure 20 : Etat de précipitation observé sur répliques après vieillissement de 100 heures à 750°C de la zone affectée d'un acier de type 304 à 0.07% de carbone,  $M_{23}C_6$  intergranulaires et intragranulaires, d'après Younger et Backer (1960)

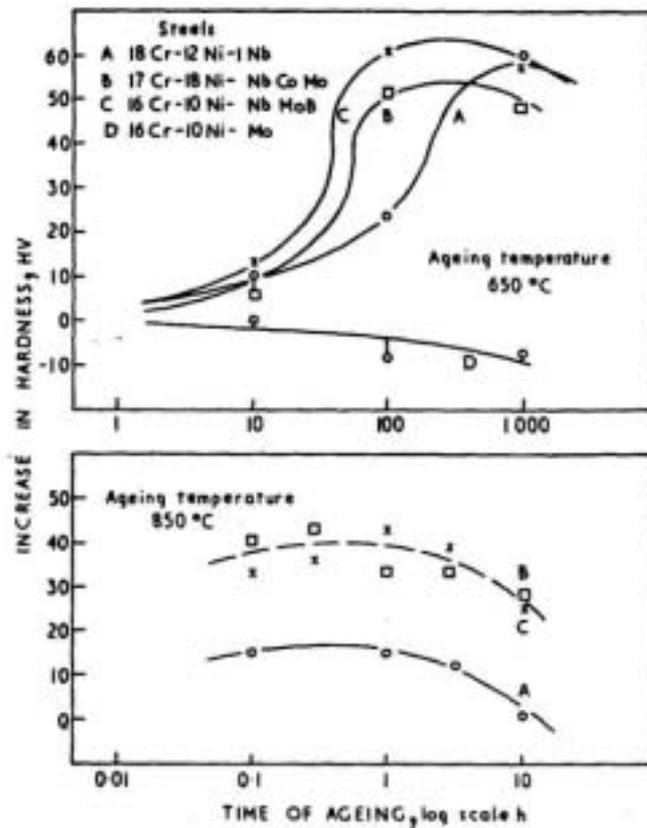


Figure 21 : Evolution de la dureté au cours de vieillissement après hypertrempe de 3 minutes à 1300°C et déformation de 5% pour différents aciers stabilisés au niobium et un acier non stabilisé de type 316, acier A : 0.06%C, 1%Nb, acier B : 0.24%C, 1.64%Nb, acier C 0.12%C, 0.9%Nb, acier D : 0.04%C, d'après Younger et al. (1963)

### **I.2.3.3 Mécanismes de fissuration**

Dans les aciers non stabilisés, il n'existe pas de précipités primaires, les zones affectées possèdent donc la même teneur en solutés que le métal de base. La précipitation induite par écrouissage a bien été observée dans un acier 304H, mais le durcissement par précipitation de carbures de chrome dans les aciers non stabilisés paraît moins net que celui engendré par les carbo-nitrures dans les aciers stabilisés. Le mécanisme proposé dans les années soixante pour les aciers stabilisés n'est donc que partiellement transposable aux aciers non stabilisés.

En revanche, le mécanisme proposé par Chabaud-Reytier et al. (2003) pour les aciers stabilisés est transposable aux aciers non stabilisés. Ce mécanisme repose en effet sur l'influence de la teneur en solutés sur la restauration de l'écrouissage de la zone affectée. Or les aciers non stabilisés sont également susceptibles de posséder simultanément une forte teneur en éléments en solution (moins élevée tout de même que les aciers stabilisés), et une forte densité de dislocations.

Faulkner et al. (1998) ont appliqué un modèle de ségrégation intergranulaire hors équilibre de soufre et de phosphore dans les zones affectées par le soudage d'un acier 316H ayant fissuré en relaxation. Ce modèle indique que, pour des tailles de grains supérieures à 50  $\mu\text{m}$ , les cycles thermiques de soudage sont susceptibles d'engendrer une forte ségrégation intergranulaire conformément aux résultats d'analyses par spectrométrie Auger. Cependant, le lien entre la ségrégation et la fissuration en relaxation ne nous apparaît pas clairement établi. White et al. (1981) ont en effet mis en évidence la ségrégation intergranulaire de soufre et de phosphore dans un acier 304H testé en fluage à 593°C qui n'a pas connu de traitement thermique préalable particulier.

### **I.2.4 Résumé du paragraphe I.2**

#### *Fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques*

- *La fissuration en relaxation est intergranulaire. Elle intervient au voisinage des soudures sous l'action des contraintes résiduelles lorsque la température est suffisamment élevée (supérieure à 450°C) et que la ductilité des zones affectées est trop faible*
- *Le risque de fissuration en relaxation semble augmenter avec la taille de grain, l'épaisseur des composants, la dureté, le durcissement par précipitation, l'écrouissage de la zone affectée pendant le soudage et le niveau des contraintes résiduelles*
- *Une conception limitant les concentrations de contrainte au voisinage des soudures, et l'utilisation de traitements de détensionnement appropriés permettraient de s'affranchir du risque de fissuration*
- *Deux mécanismes principaux ont été proposés pour expliquer la fragilité intergranulaire des zones affectées des aciers stabilisés : Le premier repose sur le durcissement intragranulaire mesuré à température ambiante après réchauffage. Ce durcissement est lié à une fine et intense précipitation secondaire induite par l'écrouissage et la remise en solution des précipités primaires lors du soudage. Le deuxième mécanisme proposé repose sur l'interaction entre dislocations et solutés qui retarderait la restauration de l'écrouissage introduit pendant le soudage, et qui limiterait ainsi la relaxation des contraintes locales*
- *La ségrégation intergranulaire de soufre et de phosphore, observée sur des aciers stabilisés et non stabilisés a été également évoquée par quelques auteurs pour expliquer la fragilité des zones affectées. Cependant, les études sur ce sujet sont encore trop peu nombreuses et ne montrent pas clairement le lien entre ségrégation et fissuration en relaxation*
- *Les aciers non stabilisés sont sensibles à la fissuration en relaxation. Ils semblent moins sensibles que les aciers stabilisés bien que trop peu d'études les aient concernés pour que l'on puisse véritablement conclure*

## I.3 Fluage des aciers inoxydables austénitiques

Les essais de fluage ont l'avantage sur les essais de relaxation de mener systématiquement à la rupture. Ils permettent donc d'étudier à la fois le comportement et la rupture à des vitesses de déformation et à des températures similaires à celles pour lesquelles on observe la fissuration en relaxation. De plus, très peu d'études concernent la relaxation des aciers inoxydables austénitiques alors que le fluage de ces aciers fait l'objet de très nombreuses publications. Nous ferons, dans ce paragraphe, une synthèse de ces études.

Comme les zones affectées par le soudage peuvent présenter un écrouissage résiduel, les données concernant l'influence de l'écrouissage sur le fluage sont très intéressantes pour mieux comprendre le comportement et la rupture des zones affectées. On s'attachera donc, après avoir évoqué le fluage des aciers à l'état hyperefflué, à mettre en évidence l'effet de l'écrouissage sur le fluage.

Dans les deux premières parties de ce paragraphe, nous n'évoquerons que le fluage des aciers inoxydables non stabilisés, car les matériaux de l'étude sont des aciers 316. Quelques indications concernant le fluage des aciers stabilisés seront tout de même rapportées dans la troisième partie de ce paragraphe.

A titre de comparaison, afin de mieux appréhender l'effet d'écrouissage sur l'endommagement en fluage des aciers inoxydables austénitiques, on a placé en **Annexe A**, au paragraphe VIII.4 quelques éléments concernant les alliages à base nickel.

### I.3.1 Comportement

#### I.3.1.1 Aciers testés à l'état hyperefflué

##### a) Cartes de déformation

Frost et Ashby (1982) ont réuni de nombreuses données expérimentales concernant tous types de matériaux afin de tracer des cartes de déformation qui permettent d'associer au niveau de contrainte et à la température des domaines de déformation. Ainsi, pour les aciers 316, ils proposent le diagramme de la Figure 22. On constate que pour des températures comprises entre 400°C et 700°C, trois domaines de déformation existent en fonction de la contrainte appliquée. Un domaine de plasticité à très forte contrainte, un domaine de fluage-diffusion, à très faible contrainte, et un domaine intermédiaire de fluage-dislocations. Cette figure met en évidence le fait que la sensibilité de la vitesse de déformation à la contrainte augmente au passage entre fluage-diffusion et fluage-dislocations puis augmente de nouveau au passage entre fluage-dislocations et plasticité. Remarquons qu'à la température de 600°C, cette transition intervient pour des vitesses de l'ordre de  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , ce qui coïncide généralement à la transition entre les essais de traction et les essais de fluage. Ravindra et al. (1976) proposent, pour les aciers 304, une carte tout à fait similaire à celle de Frost et Ashby concernant les aciers 316.

Pour Kestenbach (1978), la transition entre plasticité et fluage correspond à un rapport vitesse de déformation sur coefficient de diffusion<sup>1</sup> de  $10^9 \text{ cm}^2$ . Lorsque ce rapport est plus élevé que ce seuil, le mécanisme de déformation principal est le glissement des dislocations activé thermiquement. On observe alors par microscopie en transmission une répartition relativement uniforme de dislocations, des arrangements en bandes ou en cellules suivant le niveau de déformation atteint (voir Figure 23 a, b et c). En revanche, lorsque ce rapport est plus faible, les mécanismes de restauration par montée des dislocations deviennent prépondérants, et l'on peut observer la formation progressive de sous-joints (voir Figure 23d). Bien évidemment le développement des microstructures de dislocations dépend également de l'orientation du grain vis à vis de la sollicitation mécanique. On a rappelé dans

<sup>1</sup> En prenant  $D = D_0 \exp(-Q/RT)$  avec  $D_0 = 0.18 \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  et  $Q = 284 \text{ kJ/mol}$  d'après François et al. (1993), on obtient à 600°C une vitesse de transition de  $10^{-8} \text{ s}^{-1}$

le Tableau 4 les observations réalisées par d'autres auteurs. Elles sont tout à fait cohérentes avec celles présentées par Kestenbach (1978). Seuls les résultats de Michel et al. (1973), obtenus à partir d'essais de traction et non de fluage, diffèrent et montrent un seuil de l'ordre de  $10^{11} \text{ cm}^{-2}$ . Pour des essais de traction usuels, la transition s'effectue donc aux alentours de  $650^\circ\text{C}$ , soit environ à  $T/T_{\text{fusion}} = 0.5$ .

La transition entre fluage-dislocations et fluage diffusion n'intervenant que pour des vitesses très faibles ( $10^{-10} \text{ s}^{-1}$  à  $600^\circ\text{C}$ ) nous n'aborderons pas ce sujet dans le cadre de l'étude. On pourra d'ailleurs noter que très peu de données expérimentales sont disponibles dans ce domaine.

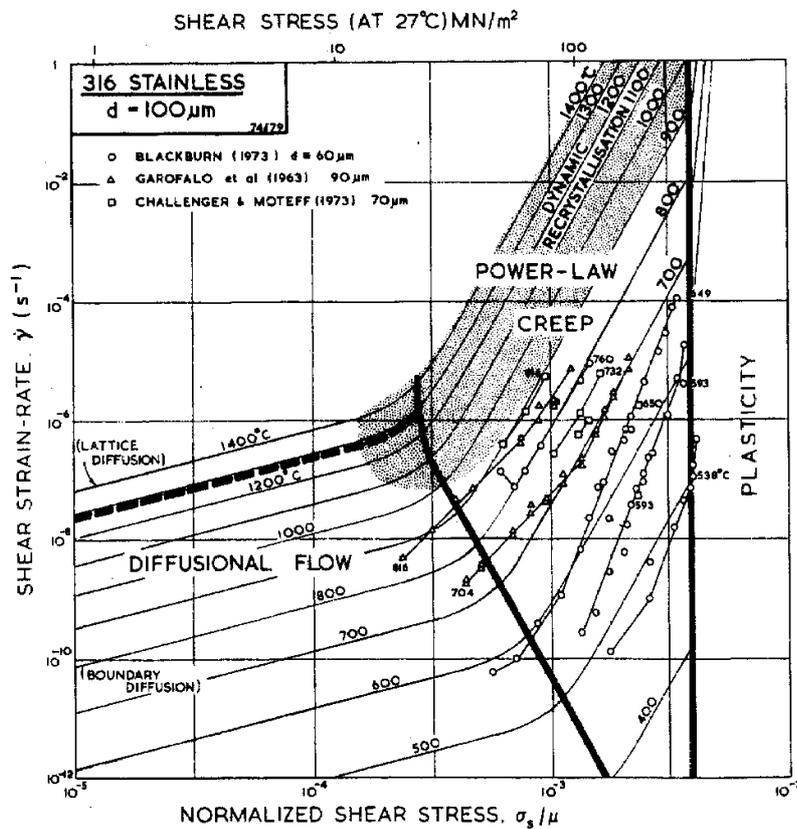


Figure 22 : Carte de déformation pour un acier 316 à l'état hypereffluant, d'après Frost et Ashby (1982)

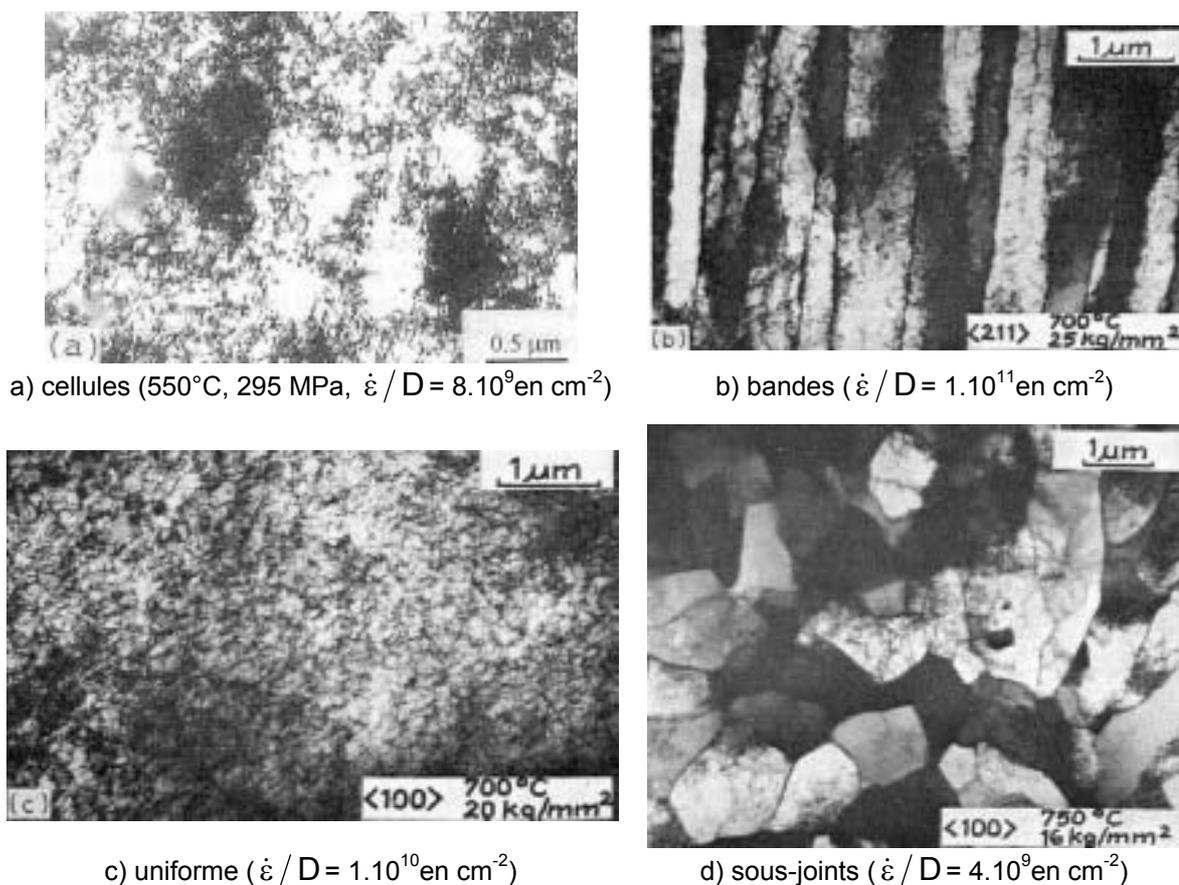


Figure 23 : Quatre types de microstructures de dislocations obtenues après fluage d'aciers 316, d'après Mathew et al. (1997) pour a) et d'après Kestenbach et al. (1978) pour b), c) et d)

Température en °C	$\dot{\epsilon} / D$ en $\text{cm}^{-2}$	Microstructure de dislocations	Précipités intragranulaires	Distance entre précipités en nm	Référence
550	$8.10^9$	cellules	non		Mathew et al. (1997)
550	$1.10^9$	uniforme	oui	~ 500	
550	$1.10^8$	uniforme	oui	~ 300	
600	$1.10^8$	sous-joints ou uniforme	oui	~ 200	
650	$2.10^7$	sous-joints	oui	~ 500	
593	$3.10^9$	uniforme	oui	~ 200	Challenger et Moteff (1973)
650	$1.10^{10}$	uniforme	oui	~ 400	
704	$7.10^8$	sous-joints	oui	~ 2000	
732	$3.10^8$	sous-joints	oui	> 3000	
600	$8.10^9$	bandes ou uniforme	oui	~ 200	Hopkin et Taylor (1967)
600	$2.10^9$	sous-joints	oui	~ 300	
700	$3.10^8$	sous-joints	oui	~ 600	
700	$7.10^7$	sous-joints	oui	~ 1000	
593	$3.10^{12}$	cellules	non		Michel et al. (1973)
704	$4.10^{10}$	sous-joints	non		

Tableau 4 : Bilan des examens de microscopie électronique en transmission réalisés après traction (Michel et al. 1973) ou fluage (toutes les autres références) sur des aciers 316

### b) Mécanismes de fluage-dislocations

Aplin et D'Angelo (1990) ont réalisé une revue des études concernant les mécanismes de fluage-dislocations des aciers 316. Pour synthétiser les résultats, ils proposent la Figure 24 que l'on peut expliquer ainsi :

- En-dessous de 550°C, la cinétique de précipitation des carbures intragranulaires est suffisamment lente pour qu'on puisse négliger leur rôle dans le contrôle de la vitesse de fluage. Les éléments en solution ne diffusent pas très rapidement, mais ils peuvent ségréger sur les dislocations, on parle alors de blocage des dislocations par les solutés.
- Au-dessus de 700°C, les précipités intragranulaires coalescent rapidement ou bien n'apparaissent pas du tout. Ils ne peuvent donc pas être considérés comme des obstacles au mouvement des dislocations. De plus, la diffusion des solutés est rapide. Seule l'évolution de la structure de dislocations peut donc contrôler le fluage.
- Entre ces deux températures les précipités apparaissent en cours d'essai, et peuvent donc freiner les dislocations. Le domaine de fluage contrôlé par les précipités est cependant limité aux contraintes supérieures à 150 MPa (ce qui correspond approximativement à la limite d'élasticité). Pour des contraintes inférieures, le fluage serait contrôlé par le traînage des éléments en solution associés en paires Cr-C, Mo-C, ou Mo-N.

En effet, dans ce dernier domaine de température, la situation est complexe. D'une part, la répartition des précipités dépend de la structure de dislocations sur laquelle ils germent (voir § 1.1.2.2), qui elle-même dépend de la contrainte appliquée et de la température. Or la résistance que peuvent opposer les précipités au mouvement des dislocations dépend fortement de la distance moyenne entre précipités (Orowan 1948). Ainsi pour des contraintes inférieures à la limite d'élasticité du matériau, il y aurait trop peu de dislocations pour que la précipitation intragranulaire soit suffisamment fine et intense et puisse constituer un obstacle efficace au mouvement des dislocations. D'autre part, la répartition des précipités et des dislocations est également susceptible d'évoluer en cours d'essai sous l'effet de la restauration et de la diffusion des éléments carburigènes (carbone, azote, chrome et molybdène). Du fait de la précipitation, la teneur des éléments en solution diminue en cours d'essai et il s'ensuit une perte de durcissement.

Pour les lecteurs désireux d'approfondir l'étude des mécanismes de fluage, nous avons reporté en **Annexe A**, au paragraphe VIII.3, une présentation plus détaillée de quelques études concernant l'effet de solution solide, celui des précipités et de la densité de dislocations sur le fluage des aciers inoxydables austénitiques non stabilisés.

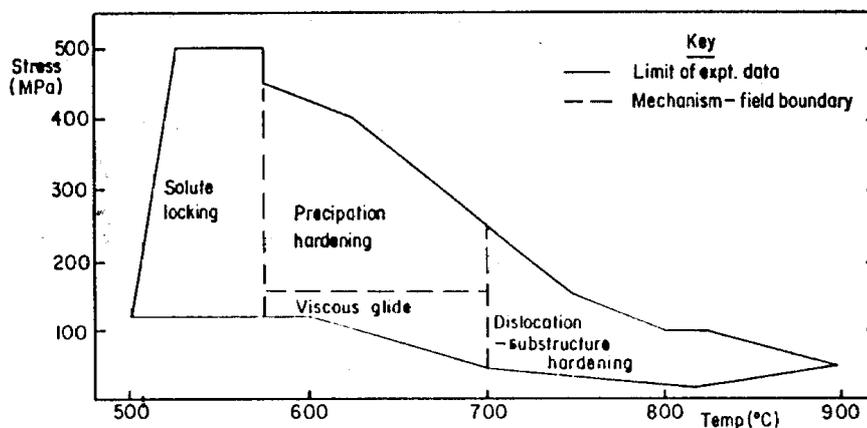


Figure 24 : Carte de mécanismes de fluage pour les aciers 316, d'après Aplin et D'Angelo (1990)

### I.3.1.2 Aciers testés à l'état écroui

Dans un premier temps nous décrivons l'effet de l'érouissage sur la tenue au fluage. Nous verrons dans un deuxième temps comment les évolutions microstructurales nous permettent d'expliquer les résultats observés.

#### a) Résistance au fluage

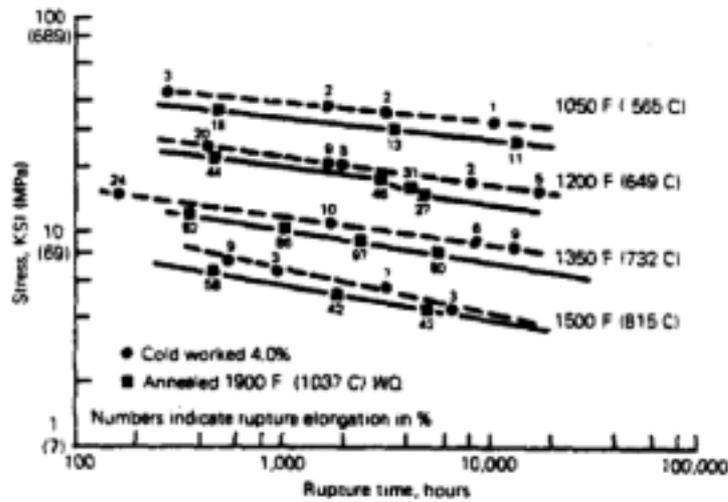
Gold et al.(1975) présentent des résultats obtenus sur un acier de type 304 écroui, testé en fluage sur éprouvettes lisses (Figure 25). Ils mettent en évidence l'existence de deux domaines. Pour des températures d'essai, des niveaux d'érouissage et des durées d'essais suffisamment faibles, l'effet d'érouissage sur la résistance au fluage est positif. En revanche, pour des températures, des taux d'érouissage ou des durées plus élevées, l'érouissage devient néfaste à la tenue au fluage. Ils montrent notamment, que pour une température d'essai donnée, le temps de transition entre les deux domaines diminue lorsque le taux d'érouissage augmente (Tableau 5). Moen et Smith (1975), qui ont rassemblé des résultats d'essais de fluage sur tubes en acier de type 304 présentent des résultats similaires.

Bernard et al. (1981) constatent un début d'inflexion pour un acier 304 L écroui de 20% et testé 3000h à 722°C. Pour les autres aciers 304 et 316 écrouis au maximum de 20% qu'ils ont testés à 622°C et 722°C, ils observent systématiquement une augmentation de la résistance au fluage avec le niveau d'érouissage. Samuel et al. (1996) ont réalisé des essais de fluage sur un acier 316L(N) à 675°C. Ils constatent que, pour une charge donnée, le temps à rupture augmente avec le niveau d'érouissage, alors que la vitesse de fluage diminue. Le mode de pré-érouissage à l'ambiante (traction ou martelage) ne semble pas jouer un rôle prépondérant, comme on peut le voir sur la Figure 26. Leurs essais ne durent pas plus de 3000 heures, et ils ne constatent pas d'inflexion. Dyson et Loveday (1980) observent eux aussi une diminution de la vitesse de fluage par érouissage sur un acier 316 testé à 600°C : pour une contrainte de 240 MPa, la vitesse de fluage de l'état écroui de 25% est inférieure à celle de l'état hypereuillé de plus de deux ordres de grandeur. Wilshire et Willis (2001) ont observé le même type d'effet sur un acier 316 H testé à 575°C : pour une contrainte de 360 MPa, la vitesse de fluage de l'état écroui de 20% est dix fois plus faible que celle de l'état hypereuillé, et le temps à rupture est trois fois plus long.

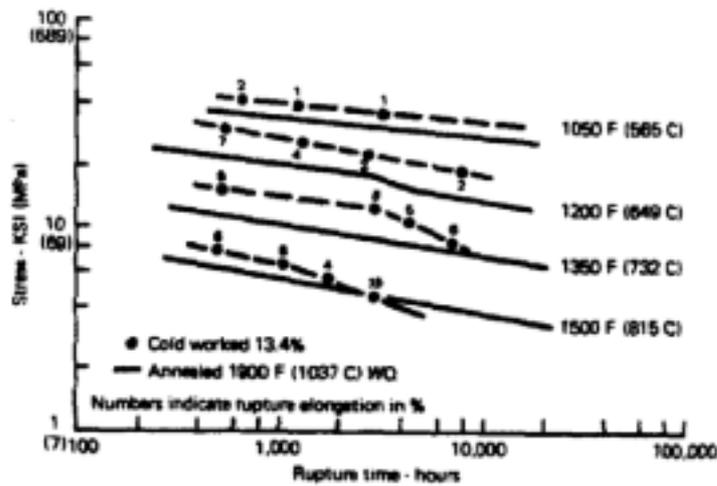
L'étude qu'ont réalisée Etienne et al. (1980) a montré que les zones affectées pouvaient présenter un érouissage résiduel (voir Figure 9 et Figure 10 du paragraphe I.1.3.2). Ces auteurs ont aussi réalisé des essais de fluage sur des éprouvettes prélevées dans les zones affectées parallèlement à la direction de soudage. La Figure 27 montre que les zones affectées résistent mieux au fluage que le métal de base (hypereuillé).

Henry et al. (1974) ont étudié l'effet d'un laminage de 30% réalisé entre 800°C et 850°C sur le fluage à 700°C d'un acier 316. Pour une même contrainte, le laminage augmente la durée de vie d'un facteur 5 environ par rapport à l'état hypereuillé. L'érouissage à chaud semble donc produire un effet similaire à l'érouissage à froid.

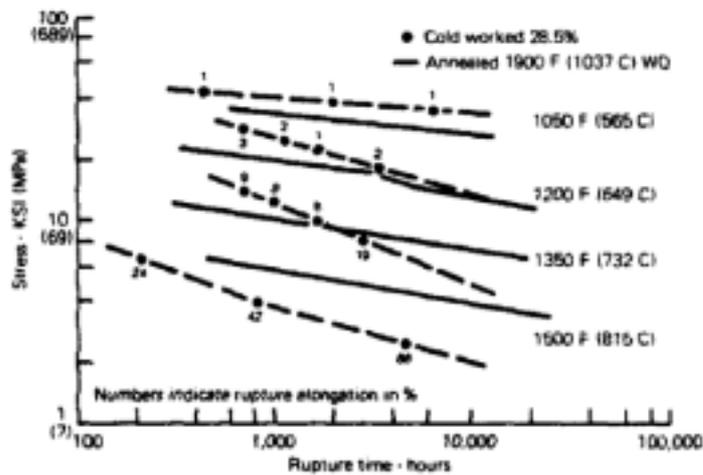
Les données expérimentales recueillies par les auteurs cités dans le présent paragraphe se recourent. Elles montrent notamment que dans le premier domaine (taux d'érouissage, températures et durées d'essai relativement faibles), le gain lié à l'érouissage en termes de durée de vie ou de vitesse de fluage peut être très significatif.



a) Effet de 4% de pré-écrouissage sur la durée de vie en fluage



b) Effet de 13.4% de pré-écrouissage sur la durée de vie en fluage



c) Effet de 28.5% de pré-écrouissage sur la durée de vie en fluage

Figure 25 : Effet de du pré-écrouissage sur la durée de vie en fluage d'un acier de type 304, d'après Gold et al.(1975)

Température d'essai	Pré-écrouissage de 4%	Pré-écrouissage de 13.4%	Pré-écrouissage de 28.5%
650°C	> 10000 h	> 10000 h	~ 3000 h
732°C	> 10000 h	~ 2500 h	< 500 h
815°C	> 5000 h	~ 1000 h	< 200 h

Tableau 5 : Temps correspondant à l'inflexion de la courbe contrainte-temps à rupture en fluage pour des aciers 304 pré-écrouis en fonction du niveau d'écrouissage et de la température d'essai, d'après Gold et al. (1975)

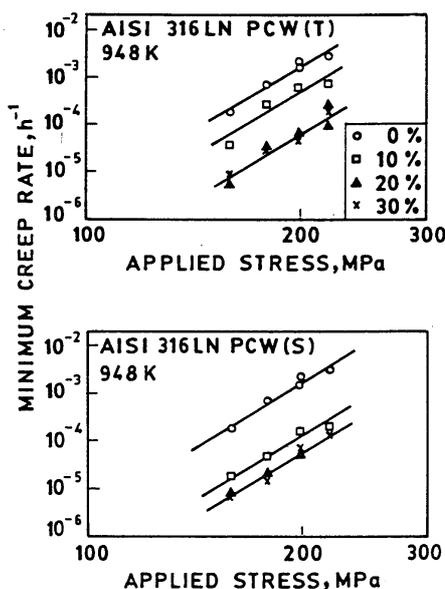


Figure 26 : Effet de l'écrouissage sur la vitesse de fluage stationnaire pour un acier de type 316L(N) testé en fluage à 675°C, en haut : pré-écrouissage réalisé en traction, en bas : pré-écrouissage réalisé par martelage, d'après Samuel et al. (1996)

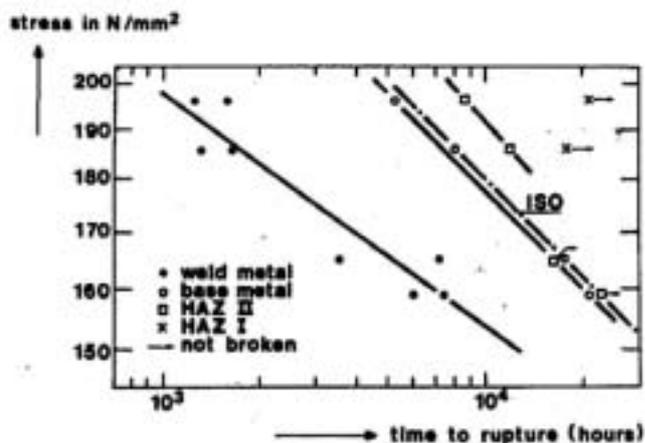


Figure 27 : Durée de vie en fluage à 600°C de différentes zones d'un joint soudé en acier 316, les éprouvettes appelées HAZ I ont été prélevées à moins de 5 mm de la zone fondue et les éprouvettes appelées HAZ II entre 5 mm et 10 mm de la zone fondue, d'après Etienne et al. (1980)

**b) Microstructure**

Gold et al. (1975) ont examiné en microscopie optique la microstructure des éprouvettes en acier de type 304 qu'ils ont testées en fluage. Ils constatent que pour des températures, des durées et des niveaux d'écroissage suffisamment faibles, la seule modification microstructurale observée est la précipitation de carbures  $M_{23}C_6$  sur les bandes de glissement. Pour des températures, des durées et des niveaux d'écroissage supérieurs, ils observent la recristallisation du matériau au cours de l'essai de fluage. Le Tableau 6 indique le degré de recristallisation en fonction du niveau de pré-écroissage et de la température d'essai pour des durées comprises entre 3000 et 5000 heures. On constate que la recristallisation est d'autant plus rapide que le niveau d'écroissage et la température sont élevés. En comparant le Tableau 6 et le Tableau 5, on se rend compte que l'inflexion de la courbe contrainte-temps à rupture correspond à la recristallisation.

La recristallisation en cours d'essai de fluage dépend également de la présence de carbures primaires, comme pour la recristallisation par vieillissement statique (voir § I.1.3.4). Fujiwara et al. (1994) ont observé cet effet sur des aciers 316 pré-écrois testés à 700°C. Ils ont mesuré la limite de solubilité des carbures de chrome de ces aciers contenant 30 ppm de bore en fonction de la température. A 1000°C, cette limite vaut en poids 0.045%, alors qu'à 1060°C elle dépasse 0.07%. Les aciers testés contiennent au maximum 0.07% de carbone. Par conséquent, lorsqu'ils sont hypotremés à 1060°C, ils ne contiennent pas de carbure primaire. En revanche, lorsqu'ils sont hypotremés à 1000°C, les aciers de teneur en carbone supérieure à 0.045% contiennent des carbures primaires. On peut constater sur la Figure 28 que ces carbures primaires font chuter la tenue au fluage. Les examens en microscopie électronique en transmission confirment que la recristallisation est en cours dans ces aciers contenant des carbures primaires alors qu'elle n'a pas débuté dans les autres aciers.

Ces études montrent donc sans équivoque que la recristallisation en cours d'essai de fluage est à l'origine de l'inflexion de la courbe contrainte-temps à rupture.

Température d'essai	Pré-écroissage de 4%	Pré-écroissage de 13.4%	Pré-écroissage de 28.5%
649°C	Pas de recristallisation	Pas de recristallisation	Début de recristallisation
732°C	Pas de recristallisation	Début de recristallisation	Recristallisation en cours
815°C	Pas de recristallisation	Recristallisation en cours	Recristallisation terminée

Tableau 6 : Degré de recristallisation en fonction du niveau de pré-écroissage et de la température d'essai de fluage sur acier 304 pré-écrois, pour des durées comprises entre 3000 et 5000 heures, d'après Gold et al.(1975)

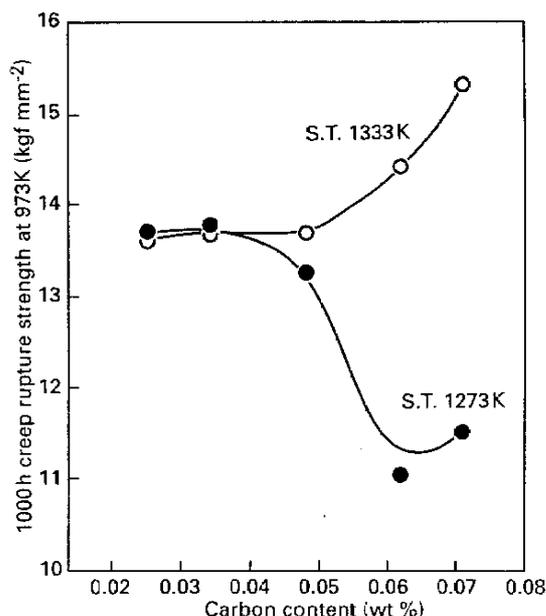


Figure 28 : Contrainte pour une rupture en fluage de 1000 heures à 700°C pour des aciers 316 pré-écrouis de 25% et contenant 30ppm de bore, en fonction de la teneur en carbone et de la température d'hypertrempe, d'après Fujiwara et al. (1994)

Pour les taux d'écrouissage et les températures qui ne conduisent pas à la recristallisation, les auteurs cités ci-dessus observent un renforcement de la tenue au fluage par effet d'écrouissage (voir § I.3.1.2). Ajaja et Ardell (1977) ont examiné par microscopie électronique en transmission la microstructure après fluage jusqu'au stade secondaire d'un acier 304 pré-écroui. Ils ont ainsi mesuré la densité de dislocations pour différents niveaux d'écrouissage et deux températures de fluage : 677°C et 760°C. On peut voir sur la Figure 29 que la vitesse de fluage stationnaire diminue au fur et à mesure que la densité de dislocations augmente du fait de l'écrouissage. D'après eux, la densité de dislocations est le paramètre essentiel contrôlant la vitesse de fluage. Cette interprétation est tout à fait cohérente avec celle de Morris (1978) concernant les états hypertextempés (voir **Annexe A** § VIII.3.3). La vitesse de fluage résultant de la compétition entre écrouissage et restauration, l'augmentation de la densité de dislocations par pré-écrouissage diminue la vitesse de fluage.

La réalité est cependant plus complexe, car des carbures de chrome intragranulaires apparaissent souvent en cours d'essai de fluage. Comme on l'a vu au paragraphe I.1.2.2 et I.1.3.4 l'écrouissage influence les cinétiques de précipitation des carbures, qui interagissent en retour sur la cinétique de restauration du réseau de dislocations. Après fluage à 600°C, Etienne et al. (1980) observent la précipitation des carbures  $M_{23}C_6$  sur les dislocations générées dans les zones affectées lors du soudage (Figure 30). Les auteurs pensent que la bonne tenue au fluage des zones affectées est due à la stabilisation du réseau de dislocations initial par les carbures. Comme on peut le voir sur la Figure 31, Henry et al. (1974) ont également observé une forte précipitation de carbures  $M_{23}C_6$  sur la structure de dislocations mise en place par un laminage à chaud de 30%. Ils pensent que ce sont ces carbures qui « bloquent la déformation » et augmentent ainsi la durée de vie en fluage à 650°C. L'étude de Bernard et al. (1981) ne comporte pas d'examen de la microstructure des aciers testés. Néanmoins, les auteurs attribuent l'effet positif de l'écrouissage sur la tenue au fluage aux carbures intragranulaires qui seraient plus fins et plus nombreux dans le matériau pré-écroui que dans le matériau hypertextempé du fait de la précipitation induite par écrouissage. Cependant comme on l'a vu dans le cas des aciers testés à l'état hypertextempé, s'il y a bien interaction entre le réseau de dislocations et les précipités, il est très peu

probable que le mécanisme contrôlant la vitesse de fluage soit véritablement le franchissement des précipités par les dislocations. En particulier, on peut remarquer que l'effet d'écroutissage sur le fluage dépend peu de la teneur en carbone et de la température d'essai, alors que la précipitation en dépend fortement.

Pour résumer, lorsque la recristallisation n'intervient pas au cours des essais de fluage, deux mécanismes expliquent l'effet bénéfique du pré-écrouissage sur le fluage :

- L'augmentation initiale de la densité de dislocations augmente le nombre d'interactions dislocations-dislocations ce qui limite la vitesse de fluage
- La précipitation induite par écroutissage limite la restauration du réseau de dislocations introduit initialement et limite donc la vitesse de fluage

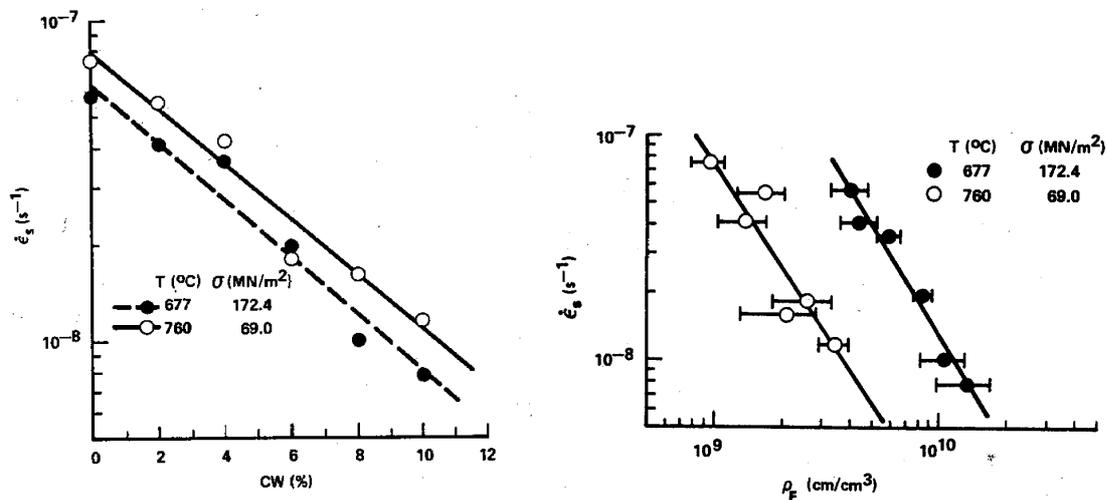


Figure 29 : Vitesse de fluage stationnaire lors du fluage d'un acier 304 à 0.05% de carbone en fonction du taux de pré-écrouissage à température ambiante, et de la densité de dislocations mesurée après interruption de l'essai lors du stade secondaire, d'après Ajaja et Ardell (1977)

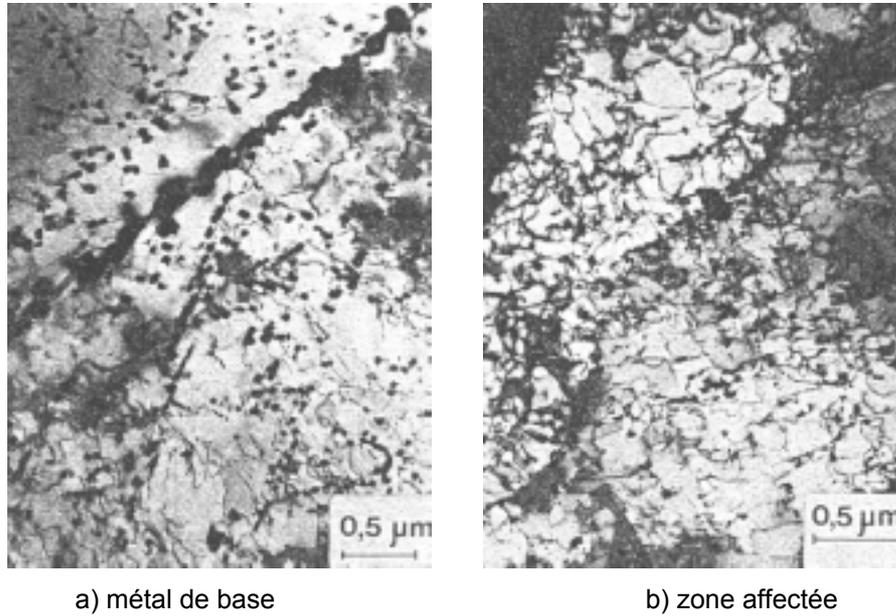


Figure 30 : Microstructure de carbures  $M_{23}C_6$  et de dislocations après 10.000 heures de fluage à  $600^{\circ}\text{C}$  sous 159 MPa, d'après Etienne et al. (1980)

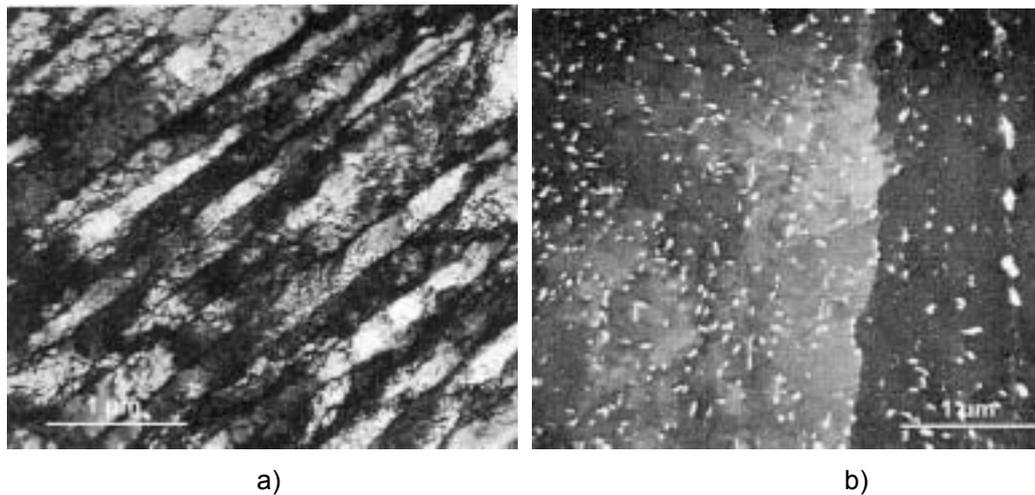


Figure 31 : Microstructure de dislocations d'un acier 316 à 0.05% de carbone laminé de 30% vers  $850^{\circ}\text{C}$ , a) à l'état laminé, b) après 500 heures de fluage à  $650^{\circ}\text{C}$  sous 200 MPa, d'après Henry et al. (1974)

### 1.3.2 Endommagement et rupture

#### 1.3.2.1 Aciers testés à l'état hyperefflué

##### a) Mécanismes de rupture

A température ambiante la rupture en traction d'éprouvettes est ductile et s'amorce sur les inclusions contenues dans le matériau. Vers 600°C, la rupture en traction est souvent similaire à la rupture à température ambiante. Cependant les allongements répartis sont plus faibles car la capacité d'écroutissage est également plus faible. Lors d'essais de fluage rapides (moins d'un jour), on ne constate pas de différence avec les essais de traction. Cependant, pour des essais plus longs, intervient la rupture intergranulaire qui fait chuter la ductilité. Pour des températures très élevées, la recristallisation intervient pendant l'essai de traction ou de fluage et la rupture redevient complètement ductile. Fields et al. (1980) proposent la Figure 32 pour délimiter ces différents domaines de rupture des aciers de type 316.

Le domaine correspondant à la fissuration en relaxation est bien sûr celui de la rupture intergranulaire. Pour une revue des mécanismes d'endommagement à haute température le lecteur pourra se reporter à l'article de Kassner et Hayes (2003) ainsi qu'aux livres de Riedel (1987) et de François et al. (1993). Citons quelques points qui nous paraissent essentiels :

- La rupture intergranulaire est engendrée par la germination, la croissance et la coalescence de cavités intergranulaires
- Les cavités intergranulaires se développent sous l'action de la diffusion intergranulaire dirigée par les gradients de la contrainte normale au joint. Elles se développent donc préférentiellement sur les facettes intergranulaires perpendiculaires à la plus grande contrainte principale.
- Au cours d'essais de fluage, le nombre de cavités intergranulaires augmente linéairement avec la déformation avec une pente d'autant plus forte que le rapport  $\sigma_1/\sigma_{eq}$  est élevé,  $\sigma_1$  et  $\sigma_{eq}$  étant respectivement la plus grande contrainte principale et la contrainte de Von Mises. (Needham et Gladman 1980 et Dyson et McLean 1977)
- La germination des cavités requiert une contrainte locale élevée et/ou une faible énergie de surface. Les cavités apparaissent donc autour des particules intergranulaires ainsi qu'aux points triples (Chen et Argon 1981)
- Le mécanisme de croissance des cavités intergranulaires dépend d'une compétition entre diffusion et déformation : A vitesse de déformation élevée, la croissance s'effectue principalement par déformation viscoplastique et est contrôlée en partie par la pression hydrostatique. A faible vitesse de déformation, la croissance s'effectue principalement par diffusion intergranulaire et est contrôlée en partie par la plus grande contrainte principale

Dans le domaine de rupture intergranulaire, les aciers de type 316 obéissent relativement bien à la loi de Monkman-Grant (Garofalo 1961). Cette loi indique que le produit de la vitesse de déformation secondaire et du temps à rupture est indépendant de la contrainte nominale. La durée de vie en fluage est donc avant tout contrôlée par la résistance du matériau à la déformation.

Goods et Nieh (1983), montrent que les alliages d'argent suivent également cette loi. De plus, ils ont réussi dans ces alliages à court-circuiter la germination des cavités intergranulaires de fluage en implantant des bulles de vapeur d'eau au niveau des joints. Ils montrent alors, dans ces conditions, que la croissance des cavités et le temps à rupture suivent une loi de type diffusion superficielle en  $\sigma^3$ , alors que la vitesse de déformation suit une loi en  $\sigma^9$ . Le fait qu'un alliage suive la loi de Monkman-Grant dans le domaine de rupture intergranulaire serait donc le signe que la germination des cavités intergranulaire, contrôlée par la déformation, s'effectue continûment durant l'essai. La modélisation numérique de la germination et de la croissance des cavités intergranulaires proposée par Davanas et Solomon (1990) rend bien compte de ce phénomène. Les mesures réalisées par Needham et Gladman (1980) et les observations de Chen et Argon (1981) concernant les aciers

inoxydables austénitiques sont également cohérentes avec ce mécanisme de germination continue contrôlé par la déformation.

Dyson (1976) a proposé une autre explication micro-mécanique à la loi de Monkman-Grant. Connu sous le nom de « constrained cavity growth », on peut résumer ce modèle de la façon suivante : La germination des cavités ne s'effectuant pas simultanément sur toutes les facettes intergranulaires (Chen et Argon 1981), la charge supportée par une facette endommagée se reporte sur les facettes voisines, non endommagées. La croissance par diffusion des cavités sur la facette endommagée serait donc contrôlée par la déformation visco-plastique des grains voisins, ce qui conduirait à des lois de rupture voisines de celle de Monkman-Grant.

Riedel (1987) montre que ces deux théories : germination continue et « constrained cavity growth » peuvent être combinées avec succès pour parvenir à un meilleur accord entre mesures et modélisations.

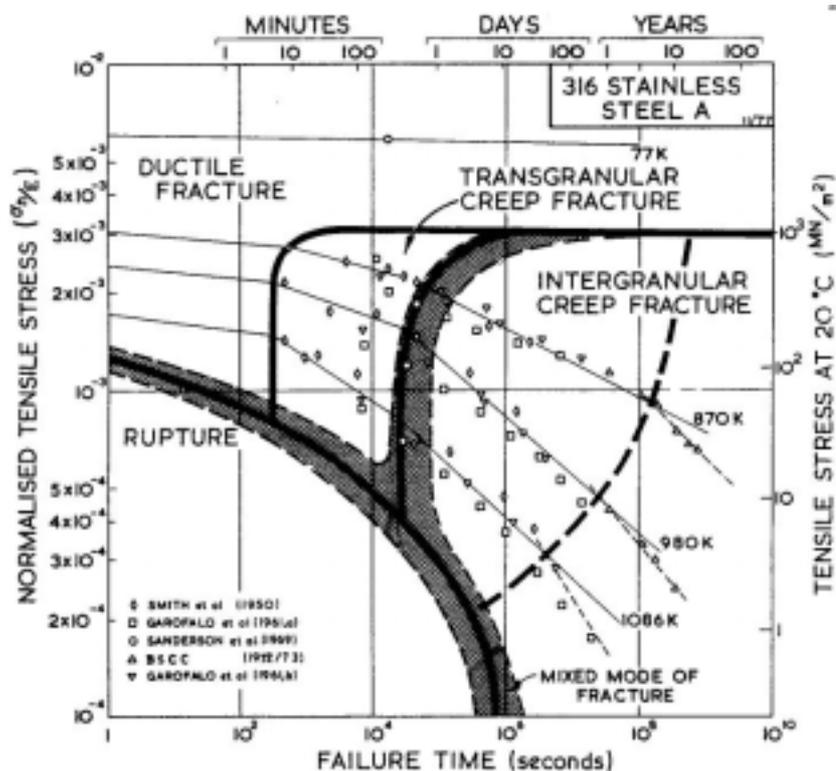


Figure 32 : Carte de rupture pour des aciers 316, d'après Fields et al. (1980)

**b) Ductilité**

La taille de grain influence la ductilité. A 625°C Morris (1978) montre que celle-ci augmente de 50% à 70% lorsque la taille de grain augmente de 8  $\mu\text{m}$  à 25  $\mu\text{m}$ , puis qu'elle diminue jusqu'à 40% lorsque la taille de grain augmente de 25  $\mu\text{m}$  à 400  $\mu\text{m}$ . L'auteur pense que pour de faibles tailles de grains, la rupture est contrôlée par la localisation de la déformation entre les microfissures intergranulaires, alors que pour des tailles de grains supérieures la rupture de l'éprouvette est contrôlée par le facteur d'intensité de contrainte lié à la plus grande fissure intergranulaire. La Figure 33 suggère que les points triples agissent comme des obstacles à la propagation de fissures intergranulaires. Plus la taille de grains est élevée, moins il y a d'obstacles à franchir pour atteindre une longueur de fissure donnée et donc plus la ductilité est faible – dans ce domaine de rupture.

La triaxialité des contraintes diminue également la ductilité, car l'endommagement intergranulaire est en partie contrôlé par la plus grande contrainte principale et la pression hydrostatique (Spindler 2001).

Dans le domaine de rupture intergranulaire, Morris et Harries (1978) montrent sur la Figure 34 que la ductilité diminue nettement avec la température, alors qu'elle varie peu avec le temps à rupture, excepté à 700°C. En effet, à cette température, la précipitation des phases intermétalliques  $\sigma$  et  $\chi$  intervient en cours d'essai et fragilise les joints de grains. C'est également aux variations de la distribution de particules intergranulaires que les auteurs attribuent les variations de la ductilité en fonction de la température. Les particules intergranulaires permettent en effet de limiter le glissement intergranulaire et par conséquent de limiter les concentrations de contraintes aux points triples, mais elles servent également de sites de concentration de contrainte et donc de germination de l'endommagement.

La composition chimique semble pouvoir influencer la ductilité des aciers 316. En se basant sur une analyse statistique, Marshall (1980) propose la formule suivante pour la ductilité après 10 000 heures de fluage à 600°C :  $\varepsilon_R$  en % =  $51 + 5480(\%B) - 380(\%C)$ . Fields et al. (1980) proposent également une carte de rupture pour un acier enrichi en bore où l'on voit que le domaine de rupture intergranulaire est déplacé vers les temps longs. L'effet du bore et du carbone sur la ductilité est sans doute lié à l'effet de ces éléments sur la composition chimique et la structure des carbures intergranulaires (Marshall 1980).

Un pré-vieillissement semble améliorer la ductilité en fluage des aciers inoxydables austénitiques. He et al. (1998) l'ont constaté sur un acier 304, et Garofalo et al. (1961) l'ont constaté sur un acier 316 (Figure 35). Cependant ces deux études interprètent de façons opposées cet effet. D'après He et al. le vieillissement permet une précipitation de carbures continue le long des joints ce qui limiterait le glissement intergranulaire et améliorerait ainsi la ductilité. En revanche, Garofalo et al. observent que le pré-vieillissement permet de passer d'une précipitation intergranulaire continue à une précipitation discontinue. D'après leur observations, celle-ci permettrait une meilleure migration des joints de grains en cours d'essai et une relaxation des contraintes locales plus aisée, ce qui limiterait l'endommagement.

En conclusion, on retiendra que malgré la transition de mécanisme de rupture de transgranulaire à intergranulaire, les aciers inoxydables austénitiques non stabilisés comme le 316 montrent dans la gamme 500°C-650°C une ductilité d'autant plus élevée que la température est élevée et qui reste dans tous les cas supérieure à 10% sur éprouvettes lisses.

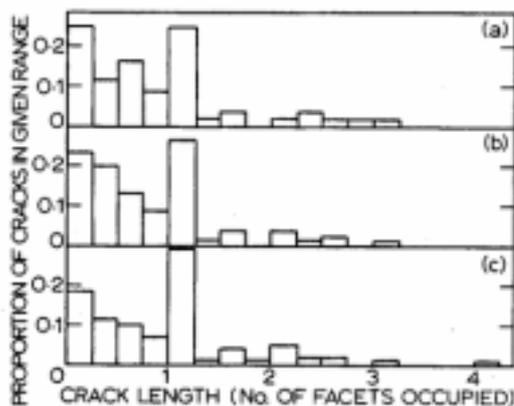


Figure 33 : Distribution de la taille des microfissures intergranulaires exprimée en nombre de facettes, observées sur coupe polies après rupture en fluage à 625°C d'un acier 316, sous a) 183 MPa, b) 220 MPa, c) 290 MPa, la taille de grain est de 50µm, d'après Morris (1978)

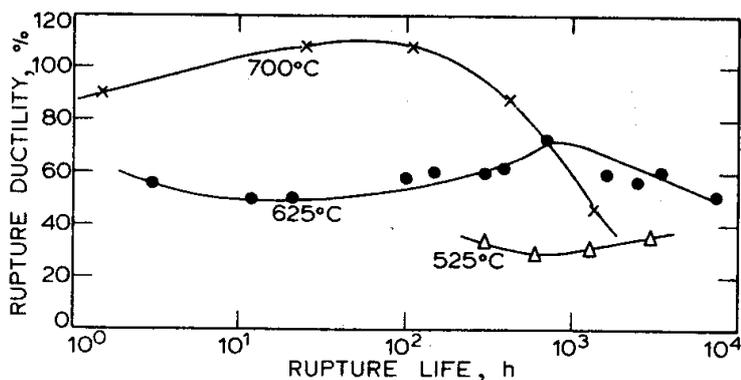


Figure 34 : Allongement à rupture en fonction du temps à rupture obtenus lors d'essais de fluage à différentes températures sur un acier 316, d'après Morris et Harries (1978)

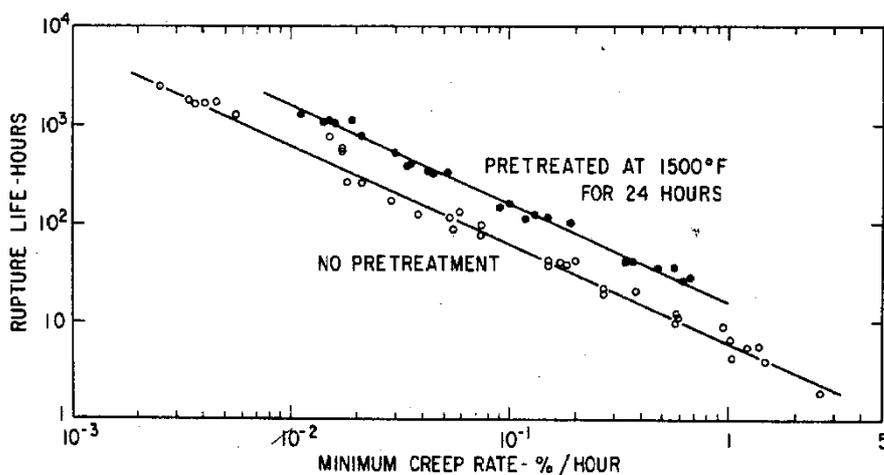


Figure 35 : Durée de vie en fonction de la vitesse de fluage secondaire à 593°C pour un acier 316 à l'état hyperefflué et à l'état pré-vieilli, d'après Garofalo et al. (1961)

### I.3.2.2 Aciers testés à l'état écroui

#### a) Résultats expérimentaux

Moen et Smith (1975) ont rassemblé de nombreux résultats d'essais de fluage sur tubes en acier de type 316 à l'état hypere trempé et à l'état écroui. Le Tableau 7, tiré de leur étude, montre que le pré-écrouissage réduit considérablement la déformation à rupture en fluage. On peut remarquer, par ailleurs, que la ductilité est plus faible à 538°C qu'à 650°C ou 760°C.

L'étude de Gold et al. (1975) sur un acier de type 304 confirme ces résultats. Comme on peut le voir sur la Figure 36, l'écrouissage diminue nettement la déformation à rupture en fluage, et ce d'autant plus que la température est faible. De plus, la chute est d'autant plus importante que le niveau d'écrouissage est élevé pour les températures faibles, alors que la tendance s'inverse pour les températures élevées du fait de la recristallisation. En effet, lorsque le niveau d'écrouissage et la température d'essai sont suffisamment élevés, la recristallisation intervient en cours d'essai, et la ductilité qui avait été réduite par l'écrouissage est restaurée. On peut s'en rendre compte sur la Figure 37. A la température de 816°C l'acier le plus écroui (28.5%) recristallise rapidement, et l'on constate qu'il possède une ductilité équivalente à celle du matériau hypere trempé. Par contre, l'acier écroui de 4% ne recristallise pas du tout, et possède une ductilité réduite. Enfin, l'acier écroui de 13.4% ne recristallise qu'au cours de l'essai le plus long (vitesse de fluage la plus faible), et cet essai montre justement la ductilité la plus élevée.

La Figure 38, tirée de Bernard et al. (1981), montre la variation du produit de Monkman-Grant en fonction du niveau d'écrouissage pour des aciers non stabilisés testés en fluage à 722°C. Ce produit, qui est une mesure de la ductilité, diminue tout d'abord franchement lorsque l'écrouissage augmente puis semble se stabiliser pour des niveaux d'écrouissage compris entre 10 et 20%. Les comportements des trois nuances d'acier sont similaires. Les résultats de Willis et al. (1999) concernant le fluage d'un acier 316H à 575°C sont présentés sur la Figure 39. Ils indiquent également que l'effet d'écrouissage sature vers 20%. Samuel et al. (1996) ont étudié l'effet de l'écrouissage sur la ductilité en fluage à 675°C d'un acier 316L(N). La Figure 40 montre qu'un écrouissage de 10% n'affecte pas cette ductilité, alors qu'un écrouissage de 20% ou de 30% la réduit nettement. En comparant les résultats des trois études citées dans le présent paragraphe, on observe de nouveau que la ductilité augmente avec la température.

	Hypere trempé		Ecroui 10-15%		Ecroui 20%	
	min	max	min	max	min	max
538°C	10%	20%	0.3%	2%	0.1%	2%
649°C	10%	20%	2%	10%	2%	8%
760°C	8%	20%	5%	10%	5%	10%

Tableau 7 : Ductilité à rupture lors d'essais de fluage biaxiaux sur tubes en acier de type 316, en fonction de la température et de l'état d'écrouissage, d'après Moen et Smith (1975)

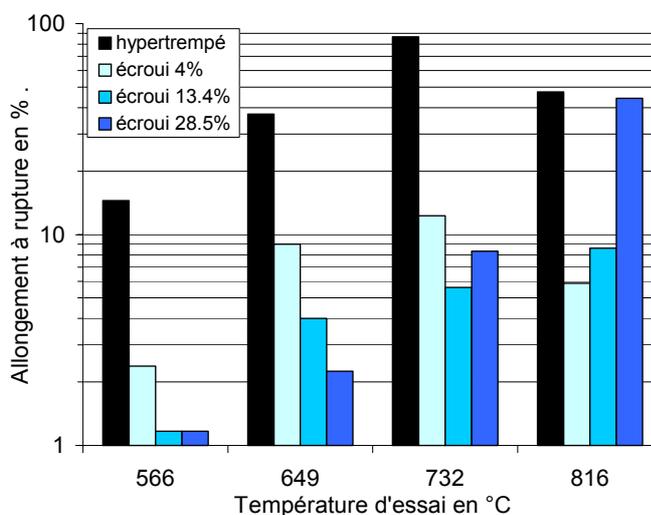


Figure 36 : Allongement à rupture obtenus lors d'essais de fluage uniaxiaux sur un acier de type 304 en fonction de la température d'essai et du niveau de pré-écrouissage, d'après Gold et al. (1975)

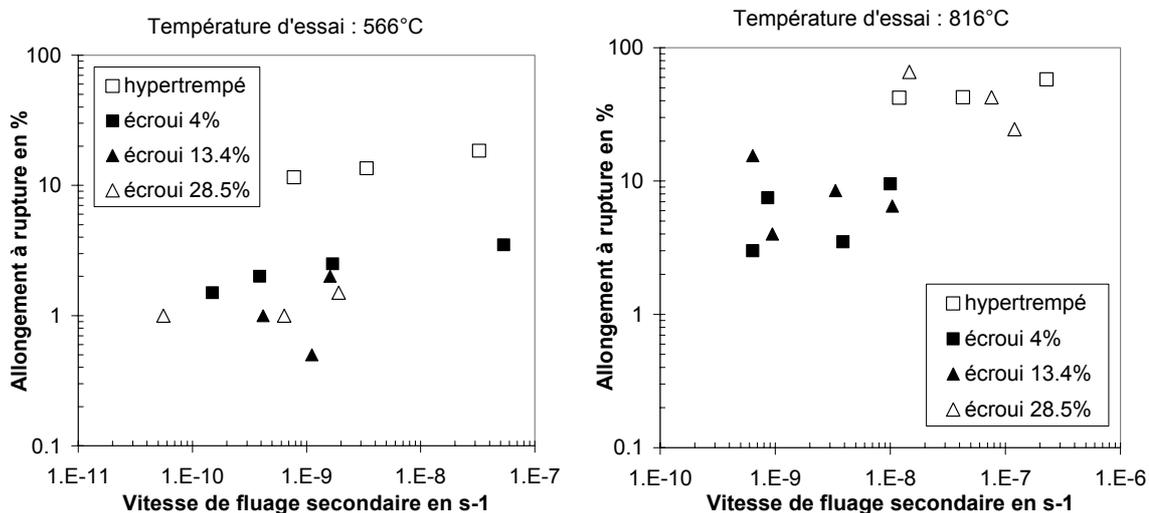


Figure 37 : Allongement à rupture obtenus lors d'essais de fluage uniaxiaux réalisés à 566°C et à 816°C sur un acier de type 304 en fonction de la vitesse de fluage secondaire et du niveau de pré-écrouissage, d'après Gold et al. (1975)

Figure 38 : Evolution du produit de Monkman-Grant en fonction du niveau d'écroissage pour des aciers de type 304 et 316 testés en fluage à 722°C, les teneurs en carbone valent respectivement 0.033%, 0.015% et 0.013% pour le 304, le 304 L et le 316 L testés, d'après Bernard et al. (1981)

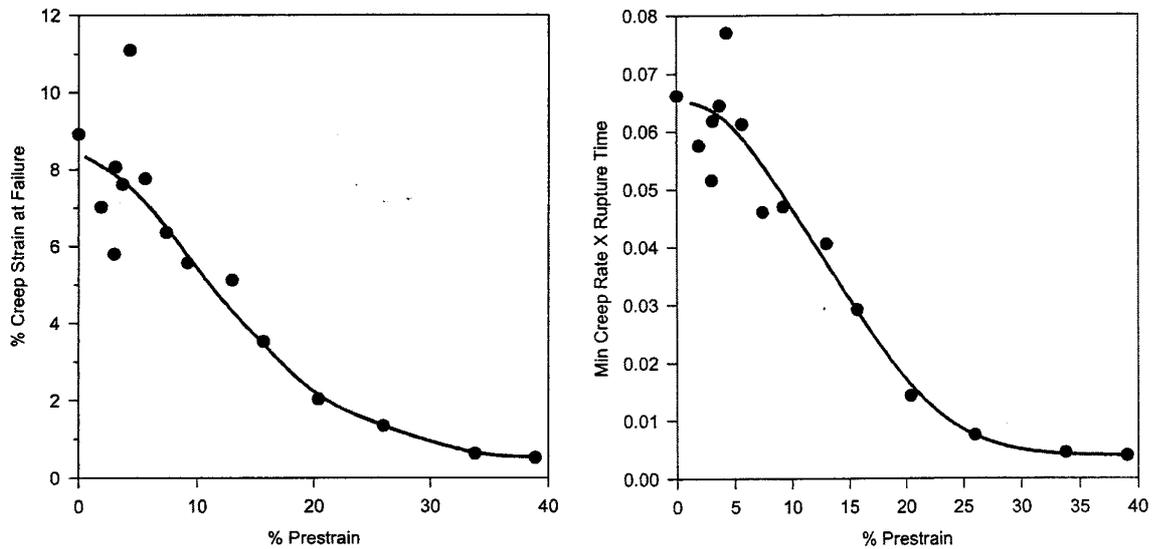
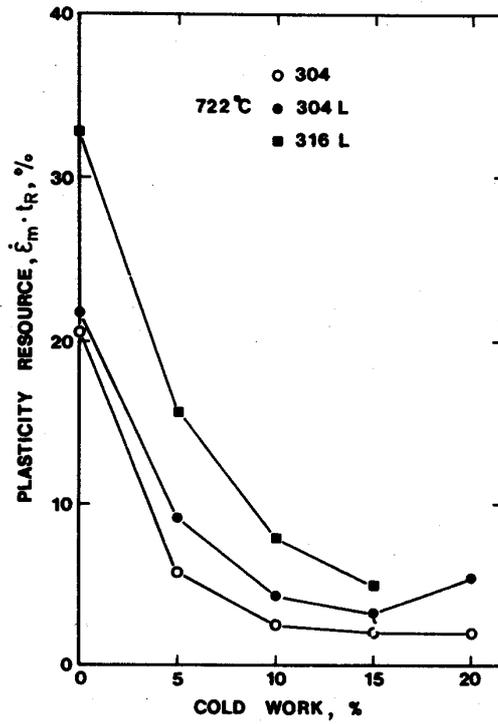


Figure 39 : Allongement à rupture et produit de Monkman-Grant en fonction du niveau d'écroissage pour un acier de type 316H testé en fluage à 575°C sous une contrainte constante de 450 MPa, d'après Willis et al. (1999)

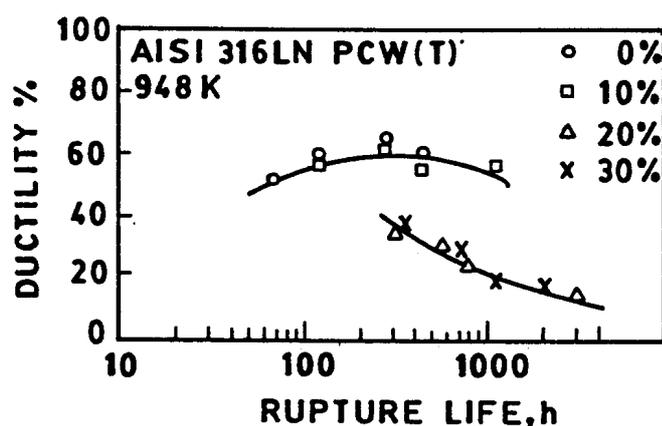


Figure 40 : Allongement à rupture d'éprouvettes en acier 316L(N) testées en fluage à 675°C après écrouissage réalisé en traction, d'après Samuel et al. (1996)

Sadananda et Shahinian (1979) ont étudié l'effet d'un écrouissage préalable de 20% sur la fissuration en fluage sur éprouvette CT d'aciers 316 et 304. La Figure 41 montre que l'effet d'environnement est faible à 593°C. On constate de plus, que pour une même valeur du facteur d'intensité des contraintes K, les vitesses de propagation sont dix fois plus élevées pour les états écrouis que pour les états hyperecrouis. On a vu pourtant que pour des températures relativement faibles (ici 593°C) et des temps relativement courts (ici inférieurs à 200 heures), l'effet de l'écrouissage sur la tenue au fluage est fortement positif. Les auteurs insistent sur le fait qu'il n'y a pas là de contradiction, car les matériaux possédant une bonne résistance au fluage, ne montrent pas forcément une bonne tenue à la fissuration en fluage, notamment lorsqu'ils sont relativement fragiles.

Comme le pré-écrouissage des aciers non stabilisés réduit considérablement leur ductilité en fluage, on peut se demander si le mode de rupture des éprouvettes à l'état hyperecrouis est identique à celui des éprouvettes à l'état écroui.

Sur l'acier 314 testé à 900°C sous 39 MPa, Guttman et Timm (1981) observent que l'endommagement est intergranulaire, qu'il s'initie aux points triples et autour des particules intergranulaires pour l'état hyperecrouis comme pour l'état écroui. Ils montrent cependant (Figure 42) que la densité de micro-fissures au moment de la rupture est bien plus élevée pour l'état écroui que pour l'état hyperecrouis. Le cas de l'acier 304 testé à 722°C par Bernard et al. (1981) semble être similaire (Figure 43). En revanche, l'acier 316 testé par Dyson et Loveday (1980) à 600°C montre un changement de mode de rupture avec le pré-écrouissage : l'endommagement de l'état hyperecrouis est transgranulaire ductile, alors que l'endommagement de l'état écroui est intergranulaire et résulte de la coalescence de micro-cavités. Remarquons que, pour ces essais, la vitesse de fluage stationnaire était de l'ordre de  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$  pour l'état hyperecrouis et seulement de  $10^{-8} \text{ s}^{-1}$  pour l'état écroui, ce qui peut également influencer le mode de rupture. Samuel et al. (1996) obtiennent, sur les éprouvettes d'acier 316L(N) qu'ils ont testées en fluage à 675°C, des faciès de rupture transgranulaires ductiles à cupules aussi bien pour l'état hyperecrouis que pour l'état écroui, mais ils n'ont pas observé l'endommagement sur des coupes polies. Les éprouvettes testées par Gold et al. (1975) ont toutes rompu de façon intergranulaire, quel que soit leur niveau d'écrouissage et la température d'essai. En ce qui concerne la fissuration en fluage, Sadananda et Shahinian (1979) obtiennent également une rupture intergranulaire dans tous les cas.

La réduction de ductilité liée à l'écrouissage ne semble donc pas systématiquement associée à un mode de rupture particulier. Des études plus poussées seraient néanmoins nécessaires à une meilleure détermination de l'effet d'écrouissage sur le mode de rupture.

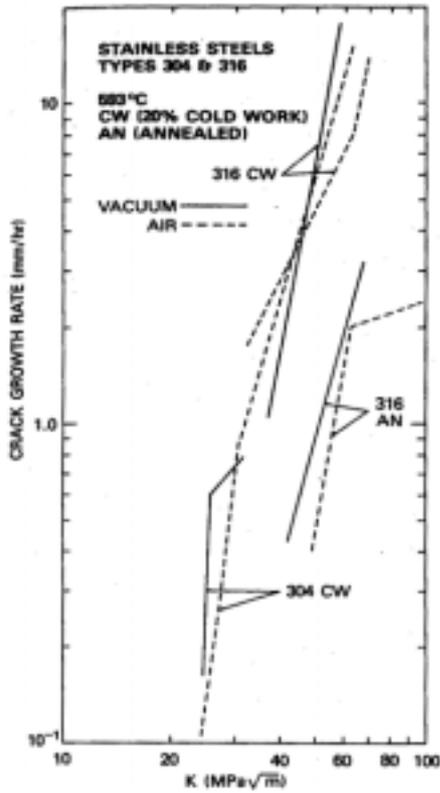


Figure 41 : Vitesse de propagation de fissure sur éprouvettes CT testées en fluage sous air et sous-vide en fonction du facteur d'intensité des contraintes imposé, aciers 316 et 304 à l'état hyperecroui et à l'état écroui de 20%, d'après Sadananda et Shahinian (1979)

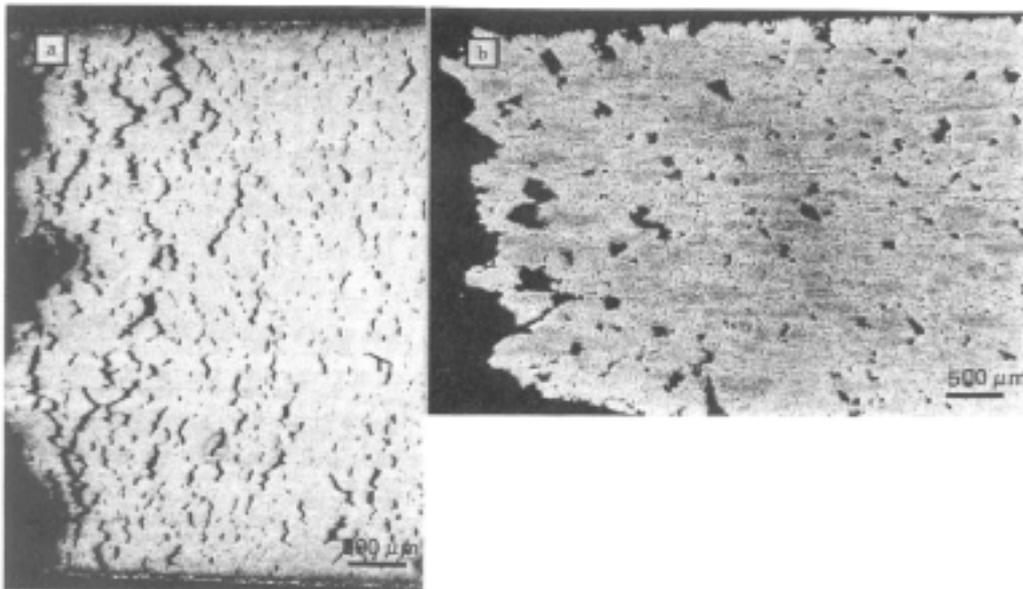


Figure 42 : Coupe longitudinale polie d'éprouvettes lisses d'acier 314 (24Cr, 20Ni, 0.15N, 0.08C) testées en fluage à 900°C, a) état pré-écroui de 7%, ductilité à rupture de 7%, b) état hyperecroui, ductilité à rupture de 50%, d'après Guttman et Timm (1981)

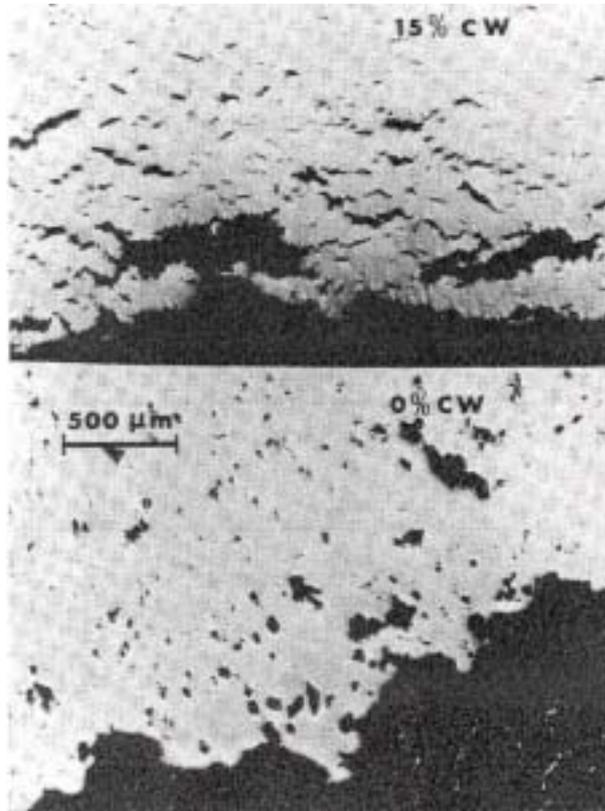


Figure 43 : Coupe longitudinale polie d'éprouvettes lisses d'acier 304 testées en fluage à 722°C, en haut : état pré-écroui de 15%, en bas : état hyperempé, d'après Bernard et al. (1981)

**b) Interprétations**

Wilshire et Willis (2001), qui ont étudié un acier 316 H à 575°C, pensent qu'on peut comprendre la fragilisation par écrouissage en décomposant la déformation en une contribution intragranulaire et une contribution intergranulaire. Pour une contrainte donnée, la vitesse de déformation intragranulaire baisse fortement par pré-écrouissage grâce à l'augmentation de la densité de dislocations, mais d'après eux, la vitesse de déformation intergranulaire est peu affectée car la restauration de l'écrouissage est rapide le long des joints de grains. Comme la déformation intergranulaire contrôle la rupture, la ductilité macroscopique doit baisser lorsque le niveau d'écrouissage augmente.

Dyson et Loveday (1980) rappellent que pour les aciers inoxydables hypereffortés, la ductilité à rupture est susceptible de diminuer avec la vitesse de déformation (voir par exemple Spindler 2001). Comme, pour une contrainte donnée, le pré-écrouissage diminue la vitesse de déformation, on peut s'attendre à une baisse de la ductilité par pré-écrouissage. Il faudrait donc comparer la ductilité des états hypereffortés et celle des états écrouis pour une même vitesse de déformation, pour savoir s'il y a un effet véritablement lié à l'écrouissage. Les résultats de leur étude sont trop peu nombreux pour leur permettre de conclure, mais à la lumière des résultats de Gold et al. (1975) sur un acier 304, il semble bien qu'à même vitesse de déformation l'état écroui soit plus fragile que l'état hyperefforté (Figure 37).

Guttmann et Timm (1981) ont étudié l'effet d'un écrouissage de 7% sur la rupture en fluage à 900°C d'un acier 314 (24Cr-20Ni-0.15N-0.08C). Etant donnée cette température d'essai élevée, ils constatent en microscopie électronique à transmission une restauration rapide du réseau de dislocations. Cependant, pour des essais à rupture suffisamment courts (de l'ordre de 100 heures), ils montrent que la formation de sous-joints au cours de l'essai est bien moins aboutie dans le cas du matériau pré-écroui que dans le cas du matériau hyperefforté. Les zones proches des joints de grains, notamment, montrent une densité de dislocations encore très élevée. D'après les auteurs, cette forte densité de dislocations empêcherait la relaxation des contraintes locales, ce qui favoriserait l'endommagement intergranulaire, comme en témoigne la Figure 42.

Dyson et Loveday (1980) évoquent également l'éventuelle existence, dans les aciers de type 316, d'un endommagement intergranulaire induit par écrouissage comme dans le Nimonic 80 (voir **Annexe A** § VIII.4.1). En revanche, Guttmann et Timm (1981) ne pensent pas que l'écrouissage ait créé dans l'acier de type 314 qu'ils ont étudié un endommagement intergranulaire similaire à celui observé dans le Nimonic 80, car pour des essais de l'ordre de 1000 heures, l'effet du pré-écrouissage disparaît complètement aussi bien en termes de vitesse de déformation qu'en termes de ductilité à rupture. Pour de telles durées, les microstructures des deux états sont d'ailleurs tout à fait similaires et montrent une formation de sous-joints tout à fait aboutie.

Pour conclure, on peut dire que la chute de la ductilité en fluage consécutive à un pré-écrouissage a été observée expérimentalement pour les aciers non stabilisés dans la même gamme de température que la fissuration en relaxation. Dans ce domaine, il n'y a pas recristallisation en cours d'essai, et les aciers non stabilisés, ductiles lorsqu'ils sont testés à l'état hyperefforté, peuvent se révéler fragiles lorsqu'ils sont testés après écrouissage. De nombreuses questions restent cependant en suspens car il n'y a pas de consensus sur le mécanisme physique à l'origine de cette fragilisation par écrouissage. Existe-t-il un niveau d'écrouissage seuil en-dessous duquel la ductilité ne serait pas affectée ? L'effet de la triaxialité des contraintes sur la ductilité des matériaux écrouis ou hypereffortés est-il différent ? Quel est l'influence de la température et de la composition chimique sur cet effet de pré-écrouissage ? On remarquera également que l'effet de précipitation induite par écrouissage est évoqué par certains auteurs pour justifier l'augmentation de la résistance au fluage, mais jamais pour expliquer la fragilisation. En revanche, cette précipitation induite par écrouissage était systématiquement évoquée pour justifier la fragilisation intergranulaire en relaxation des aciers stabilisés, comme on l'a vu au paragraphe 1.2.2.2.

### 1.3.3 Fluage des aciers inoxydables austénitiques stabilisés

#### 1.3.3.1 Aciers testés à l'état hypereurompé

La plupart des phénomènes décrits pour le fluage des aciers non stabilisés s'applique également au fluage des aciers stabilisés. Deux différences importantes méritent tout de même d'être soulignées, car dans les aciers stabilisés :

1. la teneur en solutés dépend non seulement de la composition chimique et notamment de l'écart à la stœchiométrie, mais aussi de la température d'hypereurompé qui détermine le partage entre précipités primaires et secondaires
2. la précipitation intragranulaire de TiC ou de NbC qu'elle soit spontanée ou induite par l'érouissage est plus fine et plus stable que la précipitation de carbures  $M_{23}C_6$  observée dans les aciers non stabilisés.

Les études que nous allons décrire maintenant illustrent les points communs et les différences entre les aciers stabilisés et les aciers non stabilisés.

Russel et al. (1968) ont étudié le fluage de cinq aciers stabilisés au niobium entre 550°C et 775°C. Afin que l'état de précipitation n'évolue pas pendant les essais, ils ont pré-vieilli les matériaux 100 heures à 800°C, ce qui a entraîné la précipitation intragranulaire de carbures de niobium. Conformément aux observations sur les aciers 316, ces auteurs montrent l'existence de deux domaines principaux :

- Pour de fortes contraintes (rapport vitesse de déformation sur coefficient de diffusion supérieur à  $10^8 \text{ cm}^{-2}$  environ), le coefficient  $n$  des lois de fluage est compris entre 9 et 16 et les mécanismes de déformation invoqués sont le glissement des dislocations et leur interaction avec les précipités
- Pour de faibles contraintes (rapport vitesse de déformation sur coefficient de diffusion inférieur à  $10^8 \text{ cm}^{-2}$  environ), le coefficient  $n$  des lois de fluage est compris entre 3 et 7 et le mécanisme de déformation invoqué est le traînage des solutés Nb-C

Keown et Pickering (1974) ont étudié l'effet de composition chimique et de la température d'hypereurompé sur le fluage d'aciers stabilisés au niobium à 700°C sous 182 MPa. Dans ces conditions, ils observent lors des essais une précipitation à la fois intense, fine et rapide. De plus, la Figure 44a montre que la durée de vie en fluage augmente lorsque l'on se rapproche de la stœchiométrie des précipités NbC et lorsque la température d'hypereurompé augmente. Cela indique le rôle prépondérant de la teneur en solutés disponible pour la précipitation de carbo-nitrides de niobium en cours d'essai. En effet, la Figure 5, page 19 indique, d'une part, que la teneur en solutés disponible pour la précipitation augmente lorsque l'alliage se rapproche de la stœchiométrie pour une température d'hypereurompé donnée et, d'autre part, que pour des alliages stœchiométriques la teneur en solutés disponible pour la précipitation augmente avec la température d'hypereurompé. Les auteurs pensent donc qu'à cette température et sous cette contrainte, l'interaction dislocation-précipités contrôle la vitesse de fluage. Comme les conditions d'essai se situent plutôt dans le domaine des fortes contraintes, on peut dire que ce mécanisme correspond bien à celui observé par Russel. L'effet de température d'hypereurompé sature bien sûr lorsque la température de remise en solution totale est atteinte. Ainsi, au-dessus de 1120°C, un alliage stœchiométrique à 0.03% de carbone ne verra pas la teneur en solutés augmenter même si la température d'hypereurompé augmente. Cela correspond d'ailleurs aux observations : On voit sur la Figure 44b, que la durée de vie des alliages à bas carbone proches de la stœchiométrie évolue peu avec la température d'hypereurompé, alors que celle de l'alliage à bas carbone hyperstœchiométrique augmente nettement avec la température d'hypereurompé, comme celle des alliages à haut carbone (Figure 44a).

Williams et Harries (1974) ont réalisé une étude similaire à celle de Keown et Pickering sur des aciers 316 stabilisés au titane. Ils ont choisi les conditions d'essai suivantes : 650°C sous 193 MPa. Dans ce domaine de forte contrainte, ils s'attendaient à un contrôle du fluage par les interactions dislocations-précipités. De nombreux précipités intragranulaires sont d'ailleurs visibles sur les clichés de microscopie électronique en transmission qu'ils ont réalisés. Cependant leurs résultats sont plutôt cohérents avec un mécanisme de traînage

des solutés. En effet, la vitesse de fluage secondaire décroît continûment avec l'ajout de titane, y compris pour des compositions hyperstœchiométriques. Ces auteurs ont également testé ces aciers à l'état pré-écroui de 20% dans les mêmes conditions. Ils constatent une précipitation induite de  $M_{23}C_6$  et de TiC particulièrement fine, la distance moyenne entre précipités pouvant être inférieure à 100 nm. De plus, la vitesse de fluage secondaire passe par un minimum lorsque la teneur en titane augmente continûment. C'est pourquoi les auteurs attribuent aux interactions dislocations-précipités le contrôle de la vitesse de fluage de ces matériaux pré-écrouis. Comme pour les aciers non stabilisés, le réseau de dislocations introduit avant l'essai modifie donc la précipitation qui intervient en cours d'essai qui altère à son tour la mobilité des dislocations.

L'étude de Chabaud-Reytier (1999) sur un acier 321 hyperstœchiométrique testé en fluage à 600°C a montré que l'observation de la précipitation induite de carbo-nitrides de titane sur les dislocations ne signifie pas forcément que le fluage est contrôlé par les interactions dislocations-précipités. En effet, l'acier que l'auteur a testé à l'état pré-écroui de 5% est bien sujet à la précipitation induite fine et intense (distance moyenne entre précipités inférieure à 100 nm) lors du vieillissement, son niveau de dureté augmente avec le temps de vieillissement (Figure 14, page 27) alors que sa vitesse de fluage augmente après vieillissement.

L'étude de Keown et Pickering (1974) s'intéresse également à la ductilité des aciers stabilisés au niobium. Les auteurs évoquent une chute de la ductilité lorsque la teneur en solutés disponible pour la précipitation de carbo-nitrides de niobium augmente. Pourtant, la Figure 45, tracée d'après leur données expérimentales, indique que la stœchiométrie influence peu la ductilité, alors que la température d'hypertrempe semble jouer un rôle important. De plus, les aciers à bas carbone montrent la même sensibilité à la température d'hypertrempe que les aciers à haut carbone. On pourrait donc plutôt penser que la chute de ductilité est liée au grossissement de grain et non à la teneur en solutés disponibles pour la précipitation. L'effet néfaste de la taille de grain sur la ductilité en fluage a d'ailleurs été observé sur un acier 316 (voir paragraphe I.3.2.1). On constate par ailleurs qu'à 700°C, la ductilité de ces aciers stabilisés hypertextempés à 1300°C est comprise entre 5 et 10%, ce qui est beaucoup plus faible que la ductilité des aciers 316 (Figure 34).

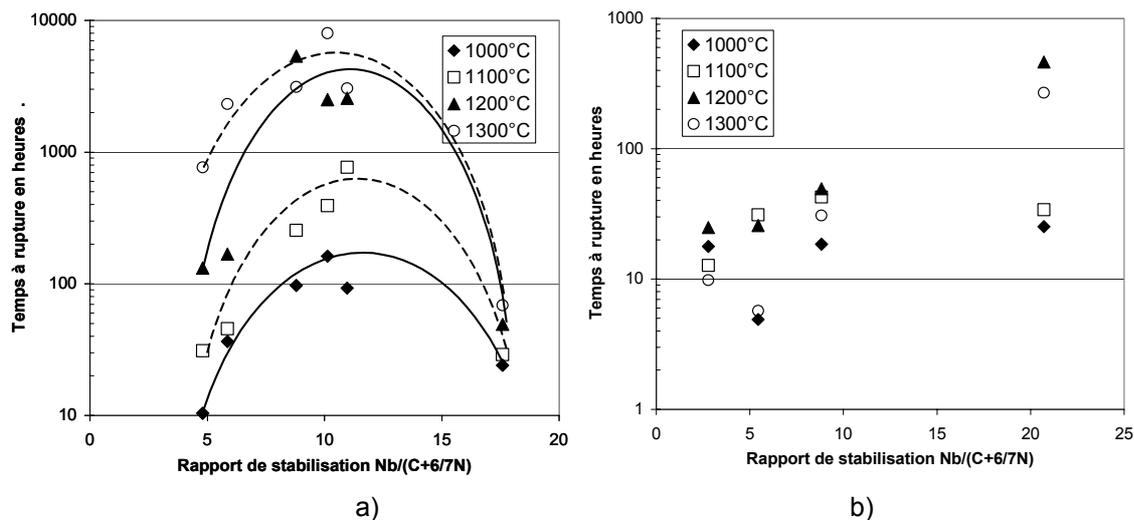


Figure 44 : Durée de vie en fluage à 700°C sous 182 MPa d'aciers stabilisés au niobium en fonction du rapport stœchiométrique et de la température d'hypertrempe, teneur en carbone entre 0.1% et 0.16% pour a) et entre 0.03% et 0.04% pour b), d'après Keown et Pickering (1974)

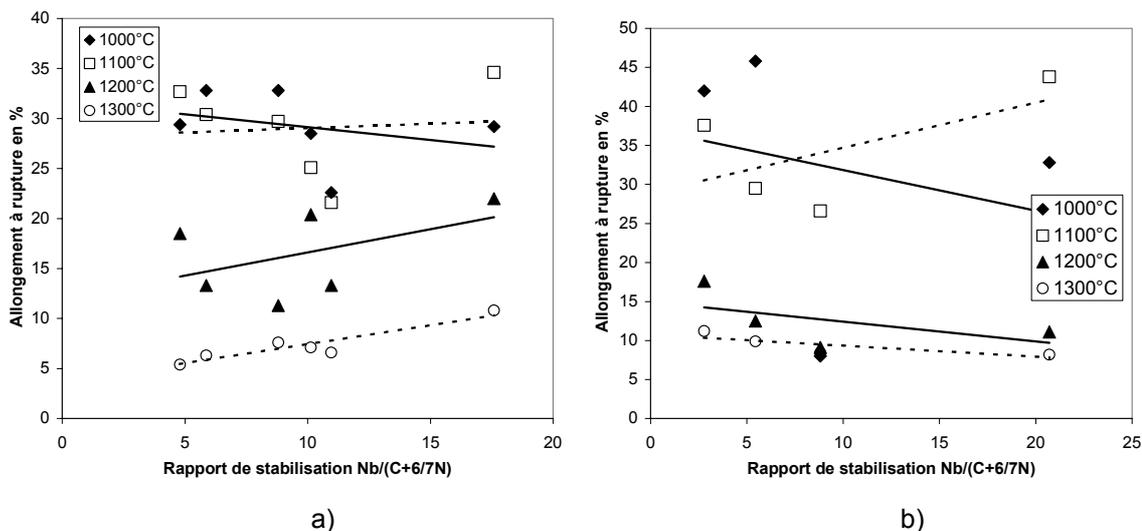


Figure 45 : Allongement à rupture lors d'essais de fluage à 700°C sous 182 MPa d'aciers stabilisés au niobium, en fonction du rapport stœchiométrique et de la température d'hypertrempe, teneur en carbone entre 0.1% et 0.16% pour a) et entre 0.03% et 0.04% pour b), d'après Keown et Pickering (1974)

### 1.3.3.2 Aciers testés à l'état écroui

En ce qui concerne l'effet de l'écroutissage sur le fluage, on a trouvé beaucoup moins de littérature sur les aciers stabilisés que sur les aciers non stabilisés. Nous présenterons les résultats obtenus en les comparant au cas des aciers non stabilisés.

Grant et al. (1956) ont mis en évidence pour un acier 347 l'existence des deux domaines présentés précédemment pour les aciers non stabilisés : Un premier domaine sans recristallisation en cours d'essai pour les températures faibles et les durées d'essai courtes, et un deuxième domaine avec recristallisation en cours d'essai pour des températures plus élevées ou des durées d'essai plus longues. Comme pour les aciers non stabilisés, le premier domaine correspond à un effet bénéfique de l'écroutissage sur la résistance au fluage, alors que le deuxième domaine correspond à un effet néfaste de l'écroutissage sur la résistance au fluage. Le Tableau 8 présente les temps de transition obtenus pour l'acier 347 étudié par Grant et al. (1956). L'auteur indique que la recristallisation intervient environ 100°C plus bas lors des essais de fluage que sous charge nulle. Le lecteur remarquera par ailleurs que ces temps sont considérablement plus courts que ceux du Tableau 5 concernant un acier de type 304. La raison nous paraît être la suivante : L'acier 347 testé par Grant et al. (1956) contient 0.58% de niobium, 0.054% de carbone et 0.040% d'azote. Il est hypertrempe à 1093°C. Des calculs thermodynamiques simples utilisant le produit de solubilité de Nb(C,N) montrent que seul un quart du niobium est alors remis en solution. Il contient donc de nombreux précipités primaires. Or ces précipités primaires favorisent la recristallisation (§ 1.1.3.4). La frontière entre les deux domaines de l'effet d'écroutissage sur le fluage se déplace donc vers les temps plus courts pour un acier stabilisé contenant des précipités primaires par rapport à un acier non stabilisé n'en contenant pas.

Comme pour les aciers non stabilisés, la ductilité des aciers stabilisés dans le premier domaine diminue sous l'effet d'un pré-écrouissage. La Figure 46 montre les résultats obtenus par Grant et al. (1956) sur un acier 347. Ils sont tout à fait comparables avec les résultats de la Figure 36 obtenus sur un acier 304. La ductilité est d'autant plus basse que la température est faible, des allongements à rupture aussi faibles que 2.5% sont atteints à 649°C.

Dans le deuxième domaine, la ductilité est recouvrée sous l'effet de la recristallisation en cours d'essai, comme on peut le voir sur la Figure 46 pour la température de 816°C ainsi que pour l'état écroui de 30% testé à 704°C.

Les essais de Orr et Collins (1984) réalisés sur acier stabilisé au niobium et au vanadium montrent également un renforcement de la tenue au fluage par écrouissage, ainsi qu'une chute de la ductilité plus critique à 650°C qu'à 700°C. Leurs essais de traction montrent également que l'écrouissage se restaure relativement rapidement à 700°C, mais pas à 600°C.

Chabaud-Reytier (1999) a également montré sur un acier de type 321 l'effet bénéfique de l'écrouissage sur la résistance au fluage à 600°C, ainsi que son effet néfaste sur la ductilité. De plus, l'étude met en évidence l'augmentation de la vitesse de fluage et celle de la ductilité à 600°C par pré-vieillessement à 650°C (Figure 47 et Figure 48). La teneur en solutés, qui baisse lors du vieillissement du fait de la précipitation, joue donc un rôle important dans le contrôle de la vitesse de fluage ainsi que dans le mécanisme de fragilisation. L'auteur pense que ces solutés retardent la restauration de l'écrouissage. Par ailleurs, on peut constater de nouveau sur la Figure 48 que la fragilisation par écrouissage est plus importante à 550°C qu'à 600°C (Auzoux 2000).

Température d'essai	Pré-écrouissage de 10%	Pré-écrouissage de 20%	Pré-écrouissage de 30%
649°C	> 400 h	> 400 h	> 400 h
704°C	> 200 h	~ 100 h	~ 100 h
816°C	~ 10 h	~ 1 h	~ 1 h

Tableau 8 : Temps correspondant à la transition du domaine où l'écrouissage augmente la durée de vie en fluage et le domaine où l'écrouissage diminue la durée de vie en fluage en fonction du niveau d'écrouissage et de la température d'essai, pour un acier 347, d'après Grant et al. (1956)

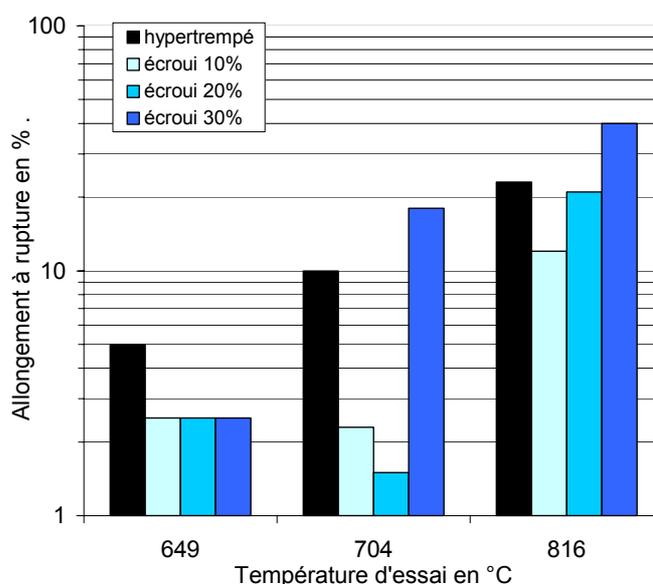


Figure 46 : Allongements à rupture obtenus au cours d'essai de fluage d'une durée d'environ 100 heures sur un acier de type 347 pré-écroui à température ambiante, en fonction de la température d'essai et du niveau d'écrouissage, d'après Grant et al. (1956)

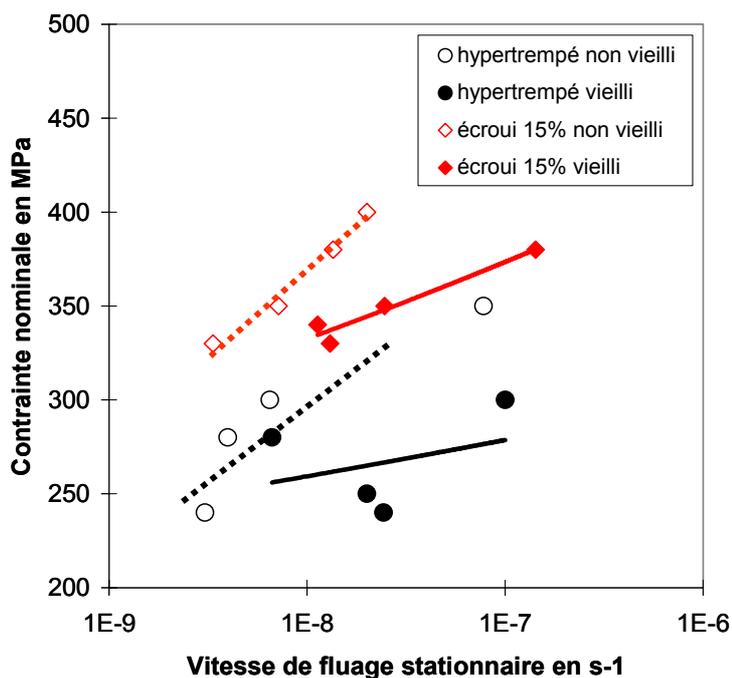


Figure 47 : Vitesse de fluage stationnaire en fonction de la contrainte nominale lors d'essais de fluage à 600°C sur un acier 321 pré-écroui ou non et pré-vieilli à 650°C ou non, d'après Chabaud-Reytier (1999)

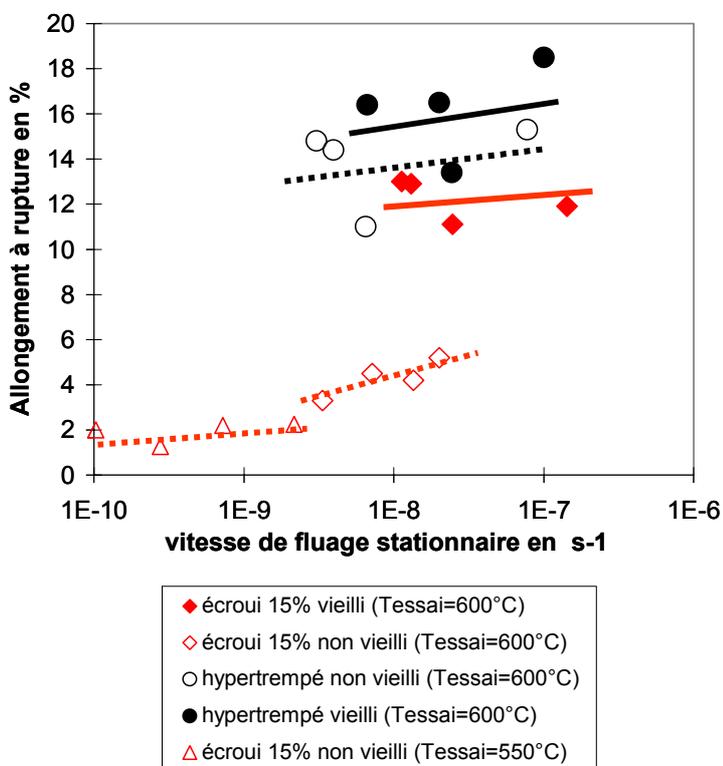


Figure 48 : Allongements à rupture obtenus lors d'essais de fluage à 550°C et 600°C sur un acier 321 pré-écroui ou non, et pré-vieilli à 650°C ou non, d'après Chabaud-Reytier (1999) et Auzoux (2000)

### I.3.4 Résumé du paragraphe I.3

#### *Fluage des aciers inoxydables austénitiques*

- *L'étude des mécanismes de fluage-dislocations des aciers inoxydables austénitiques non stabilisés a révélé les tendances suivantes : En dessous de 550°C, le traînage des solutés contrôle le fluage jusqu'à ce qu'intervienne la précipitation. Au dessus de 700°C, la restauration intervient rapidement et le fluage est alors contrôlé par l'évolution de la sous-structure de dislocations. Entre 550°C et 700°C, précipitation et dislocations s'influencent mutuellement. D'une part, la précipitation peut être induite par l'écrouissage car les dislocations servent de sites de germination pour les précipités. D'autre part, la précipitation retarde la restauration du réseau de dislocations. Le durcissement par effet de solution solide lié à l'azote dans le 316 est particulièrement intéressant car contrairement au carbone et au molybdène, l'azote ne précipite pas en cours d'essai*
- *La tenue au fluage des aciers stabilisés est renforcée lorsque leur rapport de stabilisation est proche de la stœchiométrie et qu'ils sont soumis à un traitement d'hypertrempe à haute température. En effet, la remise en solution des carbonitrides primaires libère une grande quantité de solutés, engendrant un durcissement par solution solide et une intensification de la fine précipitation secondaire qui peut elle aussi freiner le mouvement des dislocations*
- *La germination et la croissance de cavités intergranulaires sous l'action de la diffusion des lacunes le long des joints de grains diminue la ductilité des aciers inoxydables austénitiques lorsque la vitesse de déformation est plus faible que  $10^{-6}$  s<sup>-1</sup>. Dans ce domaine de rupture intergranulaire, la ductilité diminue avec la température entre 500°C et 700°C. La ductilité diminue également lorsque la taille de grain augmente au-dessus de 25 µm et lorsque la triaxialité des contraintes augmente. Cependant les allongements à rupture obtenus sur éprouvettes lisses en acier à l'état hypereffort restent toujours supérieurs à 5% pour les aciers stabilisés et 10% pour les aciers non stabilisés.*
- *Tant que la recristallisation n'intervient pas, un pré-écrouissage renforce la résistance à la déformation de fluage car il augmente la densité de dislocations et favorise la précipitation intragranulaire de fins carbures qui limitent la restauration du réseau de dislocations. Cependant la ductilité à rupture diminue fortement. La raison physique de cette fragilisation n'est pas établie, d'autant que le mode de rupture intergranulaire ne diffère apparemment pas de celui des aciers hypereffortés. Cette fragilisation, plus importante vers 550°C que pour des températures plus élevées, conduit parfois à des allongements à rupture inférieurs à 1%. La vitesse de propagation de fissure en fluage est également multipliée par 10 pour une même valeur du facteur d'intensité des contraintes*
- *Lorsque la recristallisation intervient en cours d'essai de fluage réalisé sur matériau écroui, elle affaiblit considérablement le matériau, et la tenue au fluage s'effondre. En revanche, la ductilité à rupture est tout à fait recouvrée sous l'effet de cette recristallisation. La recristallisation intervient d'autant plus rapidement que la température d'essai et le taux d'écrouissage sont élevés. Elle est également favorisée par la présence de précipités primaires.*

## I.4 Conclusions

Les quelques rappels de métallurgie physique concernant les aciers inoxydables austénitiques que nous avons évoqués dans ce chapitre mettent en évidence une différence importante entre aciers stabilisés et non stabilisés : étant données les températures d'hypertrempe usuelles, seuls les aciers stabilisés peuvent contenir des précipités primaires.

Or ces précipités peuvent être remis en solution lors de traitements à température élevée, comme dans les zones affectées par le soudage. La grande quantité de solutés ainsi libérée augmente la résistance du matériau au fluage par effet de solution solide et favorise l'éventuelle précipitation secondaire ultérieure. Ce phénomène ne peut donc pas intervenir dans les aciers non stabilisés.

Cependant, les zones affectées par le soudage des aciers stabilisés comme des aciers non stabilisés peuvent présenter un écrouissage résiduel. Or l'écrouissage (à température ambiante) augmente également la résistance du matériau au fluage par l'effet direct de l'augmentation de la densité de dislocations ainsi que par l'effet indirect de la précipitation induite par écrouissage qui retarde la restauration. Les zones affectées des aciers stabilisés et des aciers non stabilisés résistent donc certainement mieux au fluage que le métal de base.

Lors d'essais de fluage entre 500°C et 700°C, la rupture est souvent intergranulaire et par conséquent relativement fragile. Les aciers inoxydables austénitiques à l'état hypertempé présentent tout de même des allongements à rupture de l'ordre de 20%. Malheureusement un certain nombre de paramètres peuvent faire chuter cette ductilité. On citera l'effet néfaste d'une température d'hypertrempe élevée qui fait grossir le grain, celui de la triaxialité des contraintes ainsi que celui d'un pré-écrouissage à température ambiante. Rappelons que cette « fragilisation par écrouissage » peut conduire à des allongements à rupture inférieurs à 1% lors d'essais de fluage réalisés vers 550°C.

Si l'écrouissage des zones affectées produit un effet similaire à celui d'un écrouissage réalisé à température ambiante, on pourrait alors comprendre la fissuration en relaxation comme une rupture intergranulaire similaire à celle intervenant en fluage sur des matériaux fragilisés par écrouissage. Elle s'en différencie tout de même car elle se produit a priori à contrainte décroissante, puisque les contraintes résiduelles à l'origine de la fissuration se relaxent progressivement.

L'écrouissage des zones affectées est sans doute différent de l'écrouissage à température ambiante. Un effort de caractérisation des zones affectées dans lesquelles les fissures se développent paraît donc nécessaire. Cette caractérisation sera décrite dans la partie suivante intitulée : Matériaux. Dans cette partie on verra également comment une microstructure similaire à celle des zones affectées peut être reproduite par écrouissage à température moyenne.

A l'heure actuelle, les mécanismes physiques à l'origine de la fragilisation intergranulaire par écrouissage ne sont pas élucidés. Des essais mécaniques et des observations métallographiques seront donc réalisés à la fois sur matériaux vierge et sur matériaux écroui.

D'autre part, on ne sait pas si la précipitation induite est indispensable à la chute de la ductilité. Il faudra donc caractériser l'état de précipitation des matériaux fragilisés par écrouissage.

Enfin, aucune fissuration en relaxation n'a encore été rapportée concernant les aciers à basse teneur en solutés. Alors qu'ils paraissent sensibles à la fragilisation par écrouissage, ces aciers seraient-ils insensibles à la fissuration en relaxation ? On cherchera à le déterminer en reproduisant la fissuration en relaxation sur éprouvette pré-fissurées.

## II Matériaux

Cette partie est consacrée à la présentation des matériaux de l'étude. Il s'agit de trois aciers inoxydables austénitiques de type 316 correspondant à des sous-types différents : 316L(N), 316H et 316L.

Afin d'étudier la fissuration en relaxation des aciers non stabilisés, nous avons en effet choisi l'acier 316 plutôt que l'acier 304. En termes de résistance mécanique aussi bien que de résistance à la corrosion, l'acier 304 est moins bien classé que l'acier 316 à haute température. Il est donc moins souvent choisi pour les applications qui sont susceptibles de mener à la fissuration en relaxation des zones affectées par le soudage.

Nous avons choisi d'étudier simultanément trois aciers 316 possédant différentes teneurs en carbone et en azote car l'étude bibliographique a soulevé la question de l'importance dans le mécanisme de fissuration en relaxation, de la précipitation induite, d'une part, et de la teneur en solutés d'autre part (principalement carbone, azote et molybdène pour les aciers 316).

L'acier 316H ayant fissuré en service, il est utilisé pour caractériser des fissures en relaxation et des zones affectées par le soudage vieillies en service. On dispose par ailleurs de soudures en acier 316L(N) et 316L qui serviront pour l'analyse des zones affectées réelles non vieillies. On verra alors, comment l'on peut simuler ces zones affectées par écrouissage à température moyenne, afin d'obtenir un matériau homogène équivalent dont on caractérisera le comportement et les modes de rupture dans la partie suivante : « Essais mécaniques et observations métallographiques ».

Dans l'objectif d'apporter un élément quantitatif à la description des microstructures de dislocations observées, la densité de dislocations de certains états métallurgiques des aciers étudiés a été mesurée. La méthode de mesure employée est décrite et discutée en **Annexe B**.

### II.1 Composition chimique et état de réception

La composition chimique des matériaux de l'étude est donnée dans le Tableau 9. Ils correspondent tous les trois au type AISI 316, et se distinguent principalement par leur teneur en carbone et azote, deux éléments interstitiels qui influencent fortement le comportement mécanique. On utilisera d'ailleurs cette distinction pour nommer les trois aciers de l'étude : l'acier 316L(N), l'acier 316H et l'acier 316L. Ces trois aciers diffèrent également par leur teneur en impuretés et en éléments d'addition. Il sera donc délicat de relier les différences que nous observerons lors des essais mécaniques entre ces trois matériaux à l'effet d'un élément en particulier. En revanche, si on observe des points communs entre ces trois nuances commerciales, cela suggérera que ces tendances sont génériques aux aciers de type 316.

Matériau	C	N	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Cu	S	P	Co	B
<b>316 L(N)</b>	0.026	0.069	17.3	12.1	2.54	1.74	0.31	0.29	0.001	0.025	0.09	0.004
<b>316 H</b>	0.05	0.033	17.1	12	2.32	1.48	0.52		0.01	0.02	0.05	0.003
<b>316 L</b>	0.033	0.025	16.4	13.6	2.12	1.55	1.44	<0.07	0.024	0.022	0.18	0.001

Tableau 9 : Composition chimique massique en %, d'après Héraud (1998) pour le 316 L(N), Spindler (2000) pour le 316 H, et Giroux et Bloch (1978) pour le 316 L

### II.1.1 Acier 316L(N) à l'état de réception

L'acier 316L(N) a été acheté auprès d'Avesta Sheffield sous forme de tôles de 25mm d'épaisseur. Le traitement de remise en solution industriel a été effectué à  $1120^{\circ}\text{C} \pm 15^{\circ}\text{C}$  pendant 30 minutes puis trempe à l'eau. Le numéro de coulée est 351538. La référence de la tôle est 2904 1102C coupon C32. Cette tôle est référencée au SRMA sous le code matériau 464.

La microstructure de la tôle de 316L(N) n'est pas homogène. Les grains sont bien équiaxes mais leur diamètre moyen est de  $45\ \mu\text{m}$  à cœur et de  $60\ \mu\text{m}$  en peau. De plus, aucun îlot de ferrite n'est observé dans cette zone à gros grains qui s'étend jusqu'à 1.8 mm de la surface, alors que de tels îlots alignés dans le sens du laminage (et dans le sens travers long) sont parfaitement visibles à cœur. La dureté Vickers de la zone de cœur est de  $154\ \text{HV}_{30}$  alors qu'elle n'est que de  $143\ \text{HV}_{30}$  en peau. La Figure 49 montre que même dans la zone de cœur la taille de grains est très variable et que des bandes de petits grains alternent avec des bandes de grains plus gros.

L'analyse de la composition chimique locale par microsonde électronique en sélection de longueur d'onde des rayons X (WDS), présentée sur la Figure 50, montre que, conformément à ce qu'on attendait, la ferrite est enrichie en chrome et molybdène alors qu'elle est appauvrie en nickel et (faiblement) en manganèse et en cuivre. Aucune différence de composition majeure n'a été observée entre le cœur et la surface.

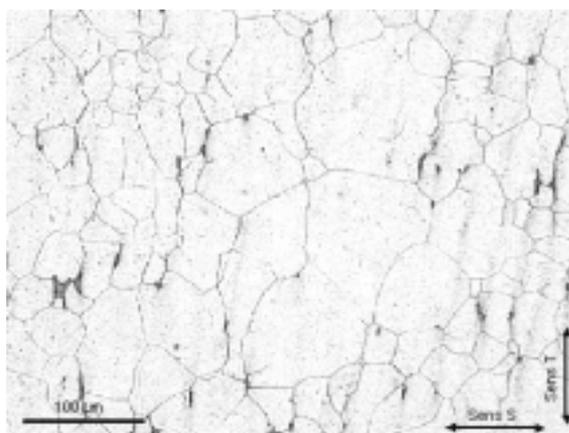


Figure 49 : Micrographie optique de l'acier 316L(N) à l'état de réception, zone de cœur, attaque à l'acide oxalique

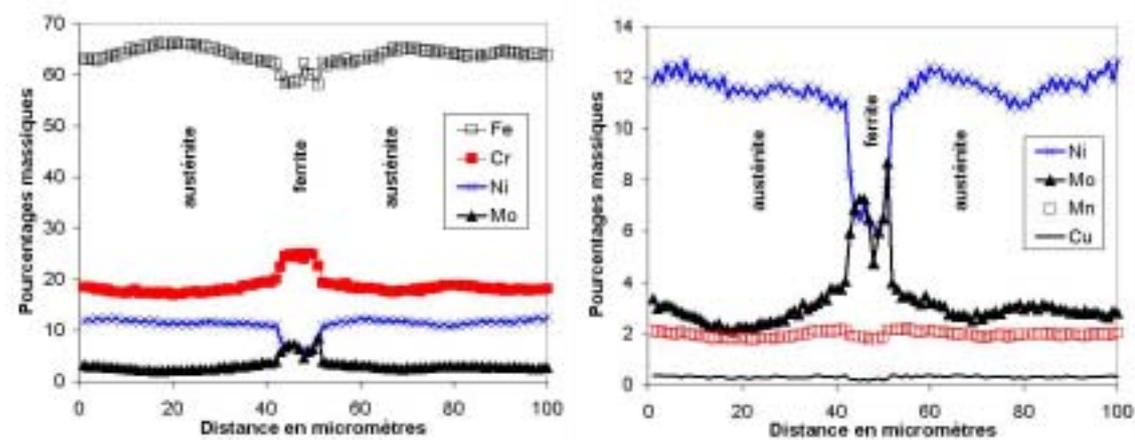


Figure 50 : Composition chimique locale de l'acier 316L(N) par microsonde électronique en sélection de longueur d'onde des rayons X

### II.1.2 Acier 316H à l'état de réception

L'acier 316H provient de la tête de surchauffeur numérotée 2C1/1 de la centrale Heysham 1 exploitée par British Energy. Ce matériau est référencé au SRMA sous le code 941. On dispose de deux morceaux : le morceau A, fissuré en service, contient trois soudures (référéncées S1, S2 et S3 sur la Figure 51), le morceau B est exempt de soudure et correspond à la partie de tube comprise entre S3 et S5. Le morceau B est donc représentatif du métal de base (partie de l'assemblage non affectée par le soudage). Le matériau a travaillé approximativement 50.000 heures aux alentours de 500°C. La dureté Vickers sous 30kg du morceau B vaut en moyenne 149 HV<sub>30</sub>.

La microstructure du morceau B est présentée sur la Figure 52a. Les grains sont équiaxes et possèdent un diamètre moyen de 150 µm. On observe également une alternance de bandes de grains plus ou moins fins dans l'axe du tube. Comme dans le 316L(N), on observe de nombreux joints de macles. Ils sont moins attaqués par l'acide oxalique que les joints de grains, ce qui montre que l'état de précipitation et/ou de ségrégation intergranulaire dépend fortement de la nature cristallographique du joint concerné. On observe également des inclusions déformées et alignées dans le sens du tube, ainsi que des bandes de ferrite. La Figure 52b montre un îlot de ferrite observé dans le plan normal à l'axe du tube qui semble s'être transformée par vieillissement en service. L'analyse de la composition chimique locale par spectrométrie à dispersion d'énergie des rayons X confirme cette hypothèse et nous a permis d'identifier, au niveau des joints de grains, des carbures de chrome et des phases intermétalliques contenant du fer, du chrome et du molybdène (Figure 53). On constate que la ferrite est un site privilégié de précipitation.

Les examens en microscopie électronique en transmission du morceau B montrent que les joints de grains sont décorés par des carbures M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> (taille comprise entre 0.1 et 0.7 µm) et de la phase σ. La densité de dislocations vaut environ 6.10<sup>13</sup> /m<sup>2</sup> et paraît plus élevée au voisinage des joints de grains (Figure 54). Une lame mince a également été prélevée dans le morceau A, à 20 mm de la soudure S2. Aucune différence n'a pu être mise en évidence entre les deux microstructures, et la densité de dislocations mesurée est similaire : 7.10<sup>13</sup> /m<sup>2</sup>. L'effet du soudage ne s'étend donc visiblement pas jusqu'à 20 mm de la zone fondue. Dans les zones où la densité de dislocations n'est pas trop élevée les arrangements sont relativement planaires (Figure 55).

Dans le morceau B, comme dans le morceau A à 20 mm de la soudure, de nombreux carbures intragranulaires (20-60 nm) sont visibles et semblent avoir précipité sur les dislocations. Le vieillissement de 50.000 heures vers 500°C a donc causé la précipitation intergranulaire et intragranulaire dans le métal de base qui a été mis en service à l'état hypertrempé. Cette observation est cohérente avec les cinétiques de précipitation présentées dans la partie Bibliographie.

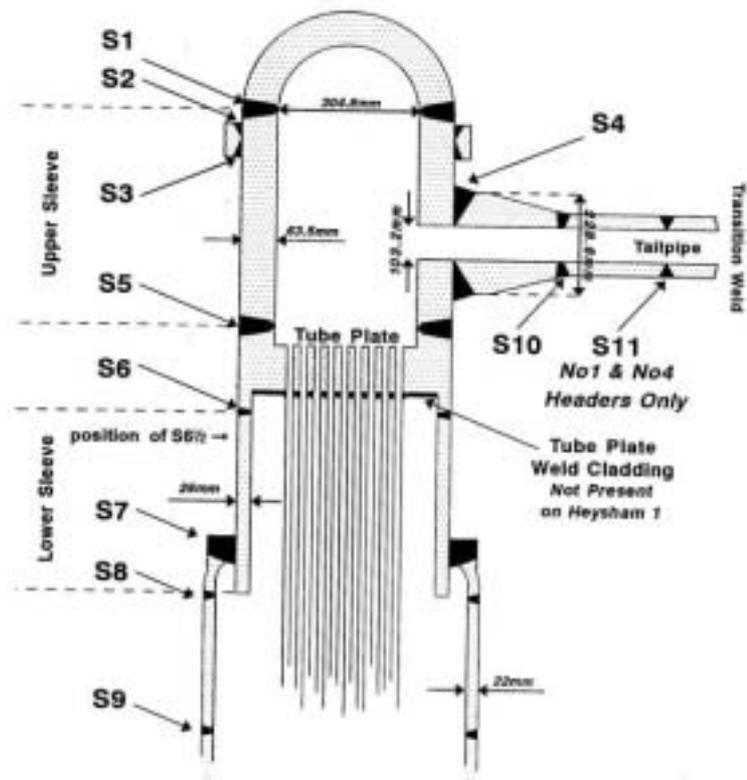
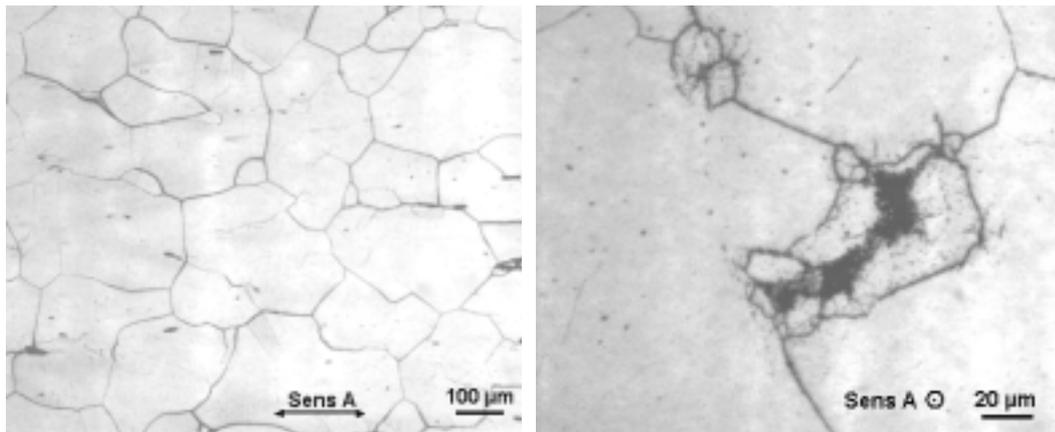


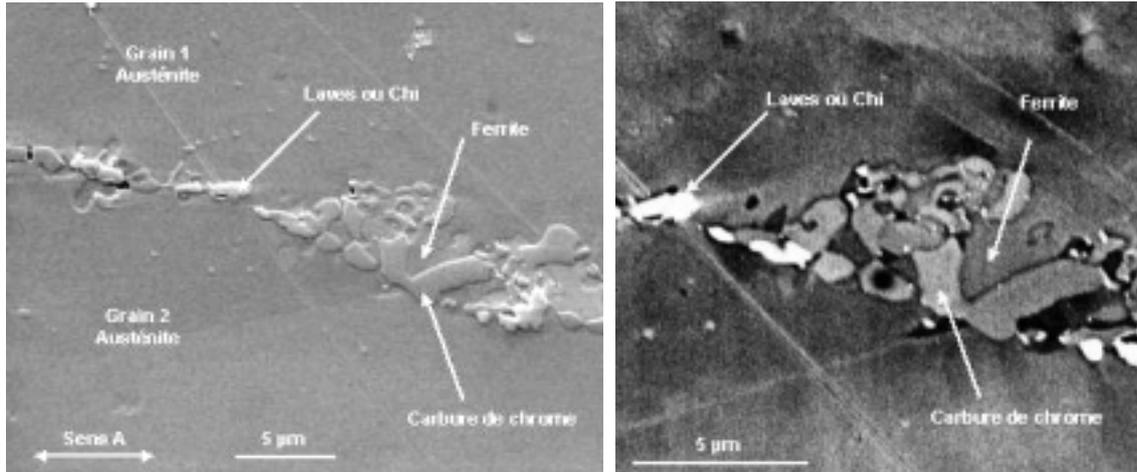
Figure 51 : Vue en coupe de la tête de surchauffeur en acier 316H d'une centrale nucléaire de type Advanced Gas Reactor exploitée par British Energy, d'après Bouchard et al. (2004)



a)

b)

Figure 52 : Micrographie optique de l'acier 316H à l'état de réception, attaque à l'acide oxalique



a) Electrons secondaires

b) Electrons retrodiffusés, même zone

Figure 53 : Ferrite vieillie dans l'acier 316H à l'état de réception, microscopie électronique à balayage

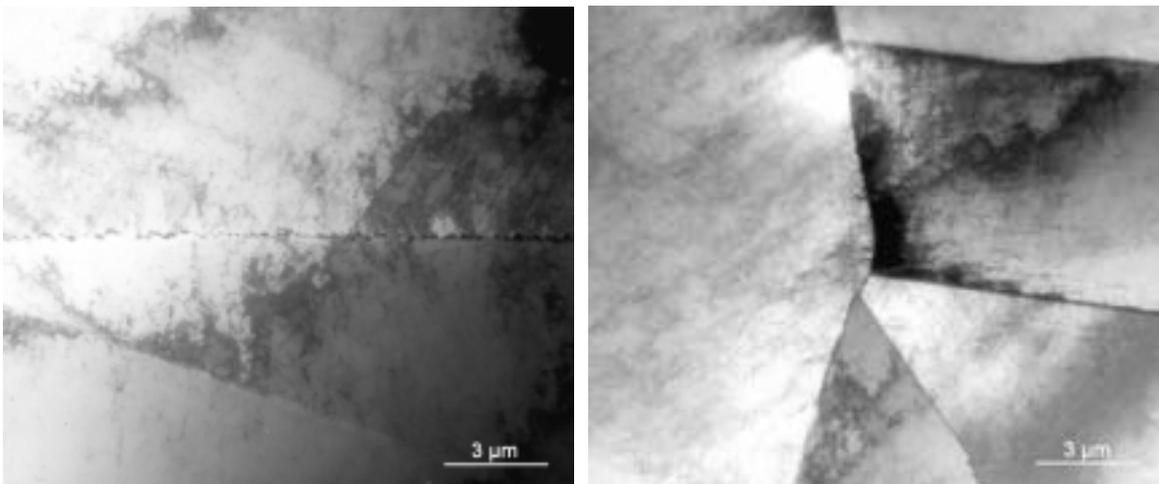


Figure 54 : Acier 316H à l'état de réception, microscopie électronique en transmission

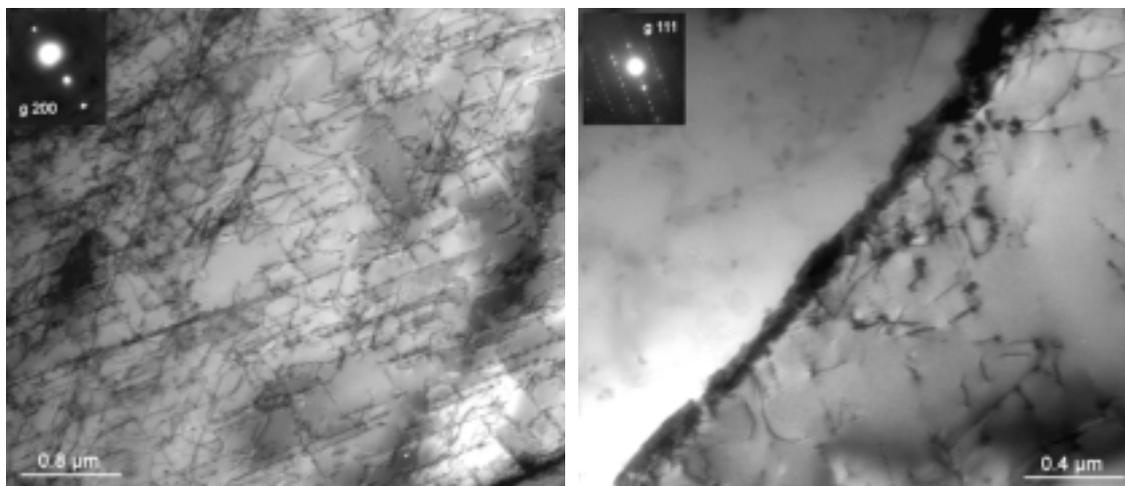


Figure 55 : Acier 316H à l'état de réception, microscopie électronique en transmission

### II.1.3 Acier 316 L à l'état de réception

L'acier 316L que nous avons étudié provient d'une chute disponible au SRMA et référencée sous le code 64. Cette chute provient d'une tôle de 15 mm d'épaisseur appelée VIRGO 14 SSB, numérotée ICL 164 BC SP E 2357, et reçue à l'état hypere trempé.

Giroux et Bloch (1978) ont réalisé une caractérisation métallurgique et mécanique rapide de cette tôle à l'état de réception. La taille de grains est homogène et vaut en moyenne 75  $\mu\text{m}$ . Comme dans les autres aciers étudiés, de nombreuses macles ont été observées. Contrairement aux autres aciers, la tôle ne contient pas de ferrite. Elle contient, en revanche, des inclusions déformées dans le sens du laminage, ce qui conduit à une anisotropie des mesures de résilience. Les caractéristiques de traction à 20°C, à 600°C, et à 650°C sont, quant à elles, indépendantes de la direction de sollicitation. La dureté Vickers de la tôle sous 30 kg vaut en moyenne 132.

### II.1.4 Résumé du paragraphe II.1

#### Composition chimique et état de réception

- Les trois aciers de l'étude diffèrent notamment par leur teneur en carbone et azote. C'est pourquoi on les dénomme 316L(N), 316H et 316L
- Ces aciers se distinguent aussi par leur taille de grains, les traitements thermiques qu'ils ont subis, leur dureté et l'éventuelle présence de ferrite ou de carbures intragranulaires. Le Tableau 10 récapitule quelques caractéristiques de ces aciers à l'état de réception

Matériau	C	N	Etat	Taille de grains	Dureté	Ferrite	Carbures $\text{M}_{23}\text{C}_6$ intragranulaires
	(% massique)			( $\mu\text{m}$ )	( $\text{HV}_{30}$ )		
<b>316 L(N)</b>	0.026	0.069	hypere trempé	45-60	143-154	oui	-
<b>316 H</b>	0.05	0.033	vieilli en service	150	149	oui	oui
<b>316 L</b>	0.033	0.025	hypere trempé	75	132	non	-

Tableau 10 : Quelques caractéristiques à l'état de réception des trois aciers étudiés

## II.2 Analyse de zones affectées réelles

### II.2.1 Fissures et zones affectées en acier 316H

L'acier 316H dont nous disposons a fissuré en service au voisinage des soudures. Nous allons caractériser ces fissures, puis nous nous intéresserons à la microstructure des zones affectées par le soudage qui contiennent ces fissures.

#### II.2.1.1 Fissures de relaxation

On a pu révéler dans l'acier 316H à l'état de réception des fissures proches de la soudure S2 (Figure 56). D'après l'exploitant, les chargements de service ne peuvent expliquer la présence de ces fissures. De plus, leur caractère intergranulaire, leur localisation, la durée et la température de fonctionnement du composant (50.000 h à 500°C) et l'épaisseur des soudures constituent des éléments concordants permettant de les identifier comme « fissures de relaxation ».

Deux fissures principales ont été observées au voisinage de la soudure S2, à proximité de la surface extérieure du composant. Elles sont toutes les deux intergranulaires et présentent un aspect ramifié. La première est représentée sur la Figure 57. Elle est située à 5 mm environ de la zone fondue. A l'exception de quelques micro-fissures secondaires, elle est oxydée. La deuxième fissure principale, située à 1 mm de la zone fondue, n'est pas oxydée.

A part l'oxydation, aucune différence n'a été remarquée entre les deux fissures principales. Leur longueur est similaire : environ 5 mm. Cela nous pousse à considérer l'oxydation comme un phénomène secondaire dans le mécanisme de fissuration. Les observations rapportées sur la Figure 58 semblent d'ailleurs indiquer que la fissuration s'opère de la façon suivante :

1. cavitation autour des particules intergranulaires (~ 1 µm)
2. coalescence de ces cavités pour former des micro-fissures (~ 100 µm)
3. coalescence des micro-fissures pour former des fissures millimétriques (~ 5 mm)

L'endommagement intergranulaire observé ici sur l'acier 316H au voisinage des soudures est donc tout à fait similaire à l'endommagement de fluage déjà observé par de nombreux auteurs (voir § 1.3.2.1). Ces observations sont donc conformes à la description de la fissuration en relaxation présentées dans la partie Bibliographie. Ajoutons que la Figure 58 illustre bien le fait que cette rupture intergranulaire ne nécessite visiblement pas de fortes déformations.

L'oxydation de la fissure débouchant à la surface revêt un caractère particulier. En effet, on peut constater sur la Figure 59a la présence d'un filament métallique entouré d'oxyde qui occupe le centre de la fissure. Environ la moitié de la longueur de la fissure oxydée contenait ce filament métallique, l'autre moitié étant simplement remplie d'oxyde. La Figure 59b montre que le mécanisme de cavitation à l'avant des micro-fissures paraît inchangé qu'il y ait oxydation ou non.

On propose le mécanisme suivant pour expliquer la formation de ce filament métallique : Lorsque la croissance des oxydes est suffisamment rapide par rapport à l'ouverture des fissures, les oxydes peuvent les obstruer, et la pression partielle d'oxygène diminue. Les oxydes riches en chrome, qui croissent en couche interne, sont plus stables que les oxydes de fer, qui croissent en couche externe. Lorsque l'oxygène vient à manquer, les oxydes riches en chrome continuent de se former en réduisant les oxydes de fer. Ceux-ci finissent par former un filament métallique composé quasiment exclusivement de fer. Ce mécanisme s'appuie sur des données thermodynamiques ainsi que sur de nombreuses analyses par spectrométrie des rayons X, que nous rapportons en **Annexe C**.

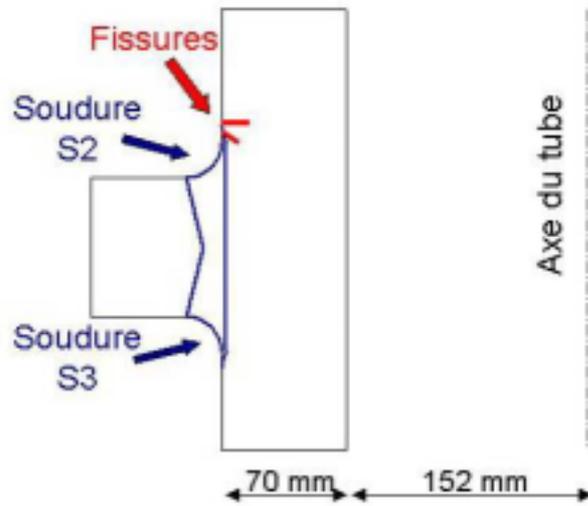


Figure 56 : Localisation des fissures dans le morceau A en acier 316H

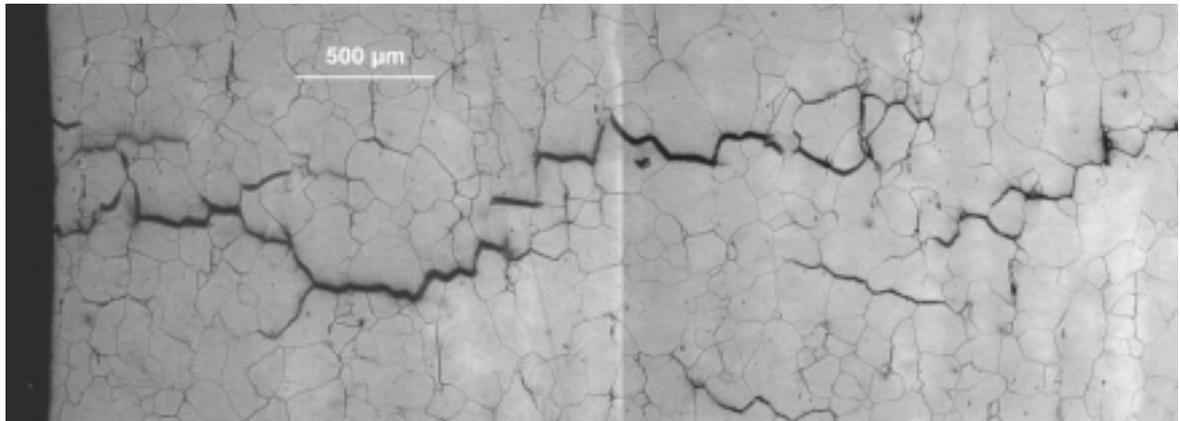


Figure 57 : Micrographie optique d'une coupe polie et attaquée à l'acide oxalique en acier 316H à 5 mm de la soudure S2, axe du tube vertical, surface du tube à gauche

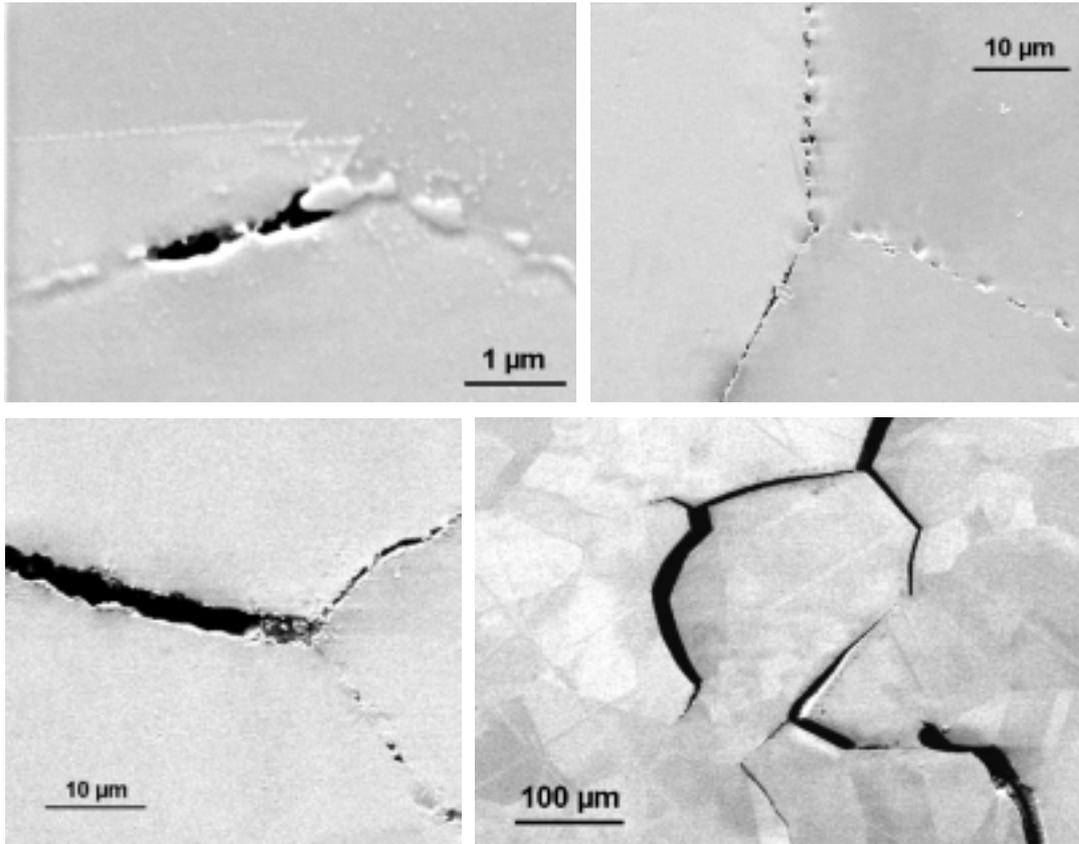
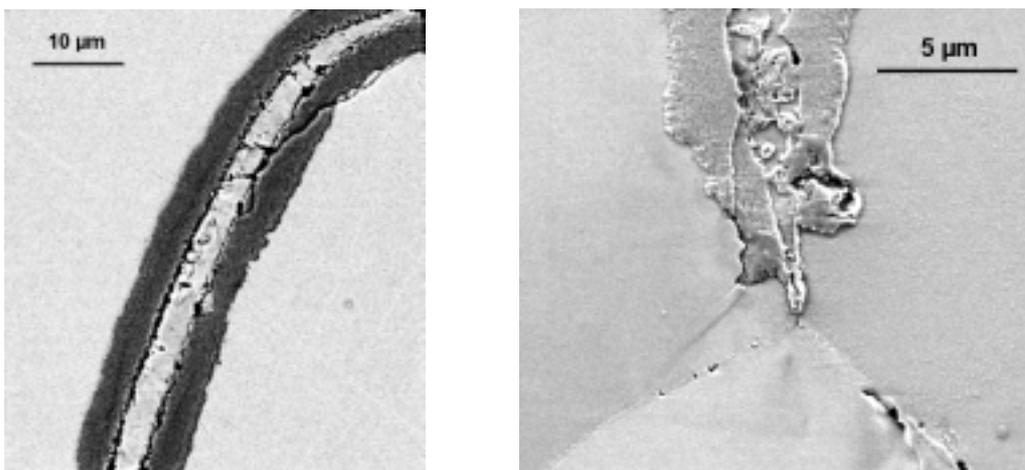


Figure 58 : Observations par microscopie électronique à balayage des zones fissurées en acier 316H, axe du tube horizontal



a) Filament métallique  
(électrons retrodiffusés)

b) Cavitation en avant de l'oxydation  
(électrons secondaires)

Figure 59 : Observation par microscopie électronique à balayage de la fissure oxydée dans le 316H

### II.2.1.2 Zones affectées

On a effectué des mesures de dureté Vickers sous 30 kg au voisinage des soudures S2 et S3. On constate une forte augmentation de la dureté au voisinage des soudures (Figure 60 et Figure 61). La dureté est maximale à environ quatre millimètres de la zone fondue. La dureté maximale mesurée vaut 230 HV<sub>30</sub> pour un niveau du métal de base de 150 HV<sub>30</sub>. Au-delà de 15 mm de la zone fondue, la dureté est égale à celle du métal de base. Au sens de la dureté, la zone affectée possède donc une largeur de 15 mm environ. Ce dernier point est cohérent avec l'étude par microscopie en transmission d'une lame mince prélevée à 20 mm de la zone fondue qui a révélé une microstructure tout à fait similaire à celle du métal de base. La Figure 62 montre que les fissures sont situées dans la zone de dureté supérieure à 200 HV<sub>30</sub>.

L'examen d'une lame mince prélevée à 0.2 mm de la zone fondue de la soudure S2, non loin des fissures, révèle une microstructure de dislocations très dense. Dans les zones les plus claires de la lame on a mesuré une densité de  $2 \cdot 10^{14}$  /m<sup>2</sup>. Cela constitue donc une borne inférieure de la densité réelle de dislocations. A 20 mm de la soudure, on avait mesuré une densité de seulement  $6 \cdot 10^{13}$  /m<sup>2</sup>. Par ailleurs, la microstructure de dislocations relativement planaire que nous avons observée dans le métal de base n'est pas tout à fait conservée et l'on observe plutôt, au voisinage de la zone fondue, des arrangements de dislocations en cellules (Figure 63). On observe également les premiers stades de la formation de quelques sous-joints (Figure 64). Comme dans le métal de base, les joints de grains sont entièrement décorés de M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> et de phase  $\sigma$ , et l'on observe des carbures intragranulaires dont la taille varie entre 15 et 60 nm (Figure 65). En microscopie à balayage, on a observé dans la même zone des carbures intragranulaires de 300 nm environ.

La dureté des aciers inoxydables austénitiques dépend principalement des paramètres suivants : teneur en éléments d'addition, taille de grains, niveau d'écrouissage et état de précipitation intragranulaire. Nous n'avons pas détecté de grossissement de grains au voisinage de la soudure. De plus, il est peu probable que la teneur en éléments d'addition varie beaucoup au voisinage de la zone fondue, étant donné que le métal d'apport possède une composition voisine de celle du métal de base. En revanche, les examens par microscopie électronique en transmission ont montré que les zones affectées présentaient un écrouissage résiduel supérieur à celui du métal de base ainsi qu'une précipitation intragranulaire de carbures de chrome. L'écrouissage et la précipitation induite semblent donc responsables du durcissement mesuré au voisinage des soudures. N'ayant pas effectué de mesures plus précises sur l'évolution de la densité de dislocations et la répartition des précipités, nous ne pouvons pas, pour l'instant, comparer l'importance relative des deux modes de durcissement : écrouissage ou précipitation.

Figure 60 : Dureté Vickers sous 30 kg au voisinage de la soudure S3 de l'acier 316H (mesure tous les 2 mm)

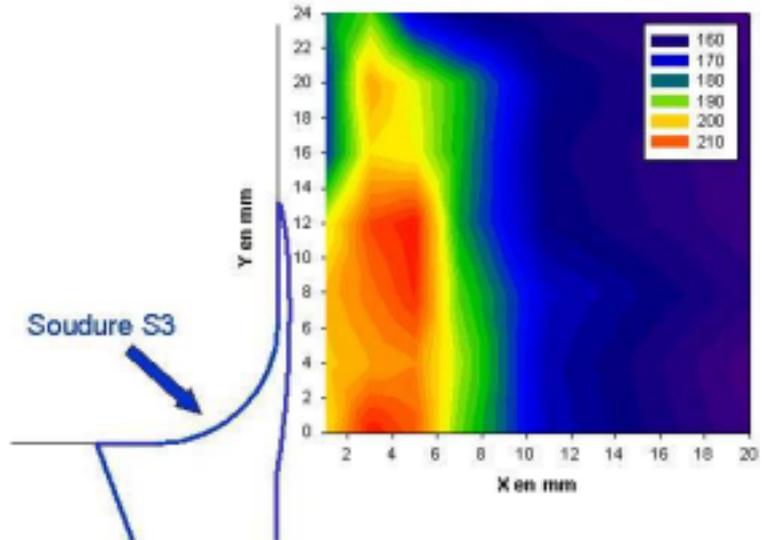


Figure 61 : Dureté en fonction de la distance à la zone fondue de la soudure S3 en acier 316H

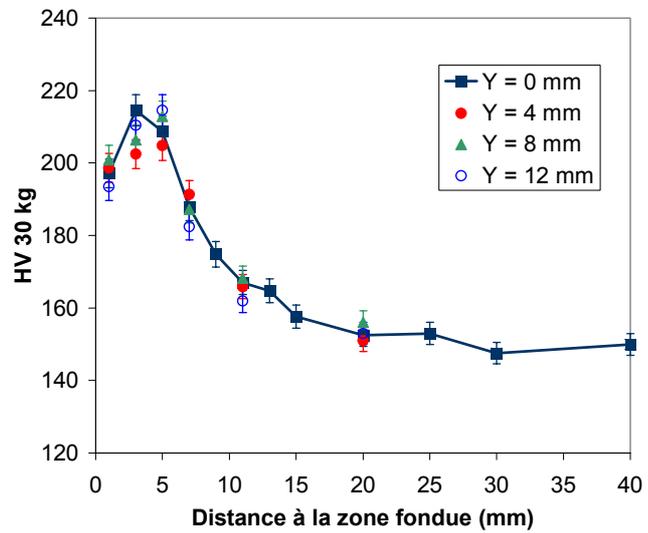
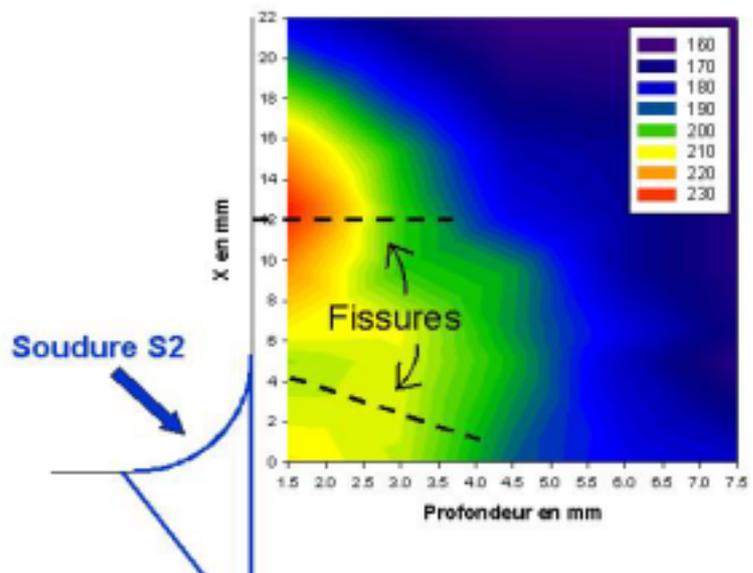


Figure 62 : Dureté Vickers sous 30kg au voisinage de la soudure S2 en acier 316H (mesure tous les 1.5 mm)



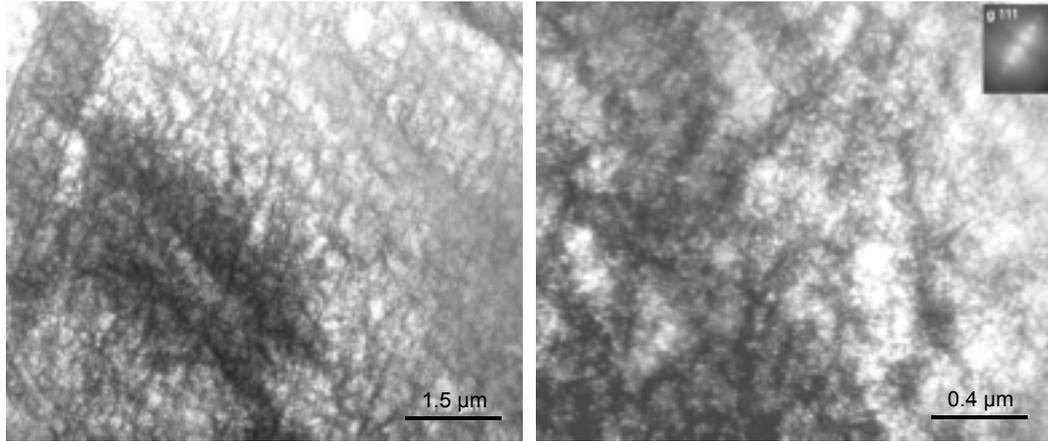


Figure 63 : Acier 316H à l'état de réception, zone affectée à 0.2 mm de la zone fondue, microscopie électronique en transmission

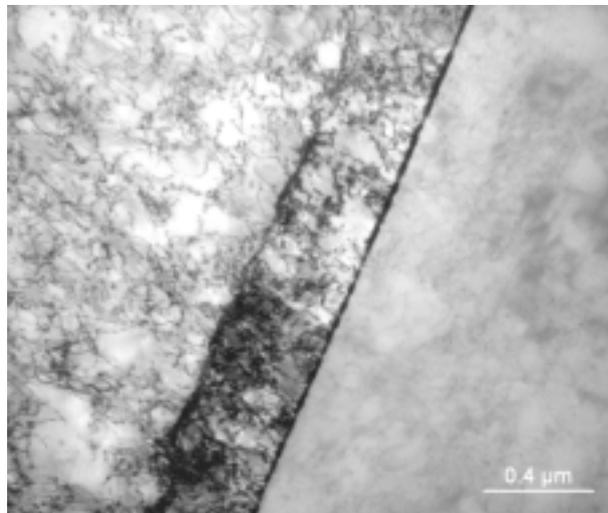


Figure 64 : Acier 316H à l'état de réception, zone affectée à 0.2 mm de la zone fondue, microscopie électronique en transmission

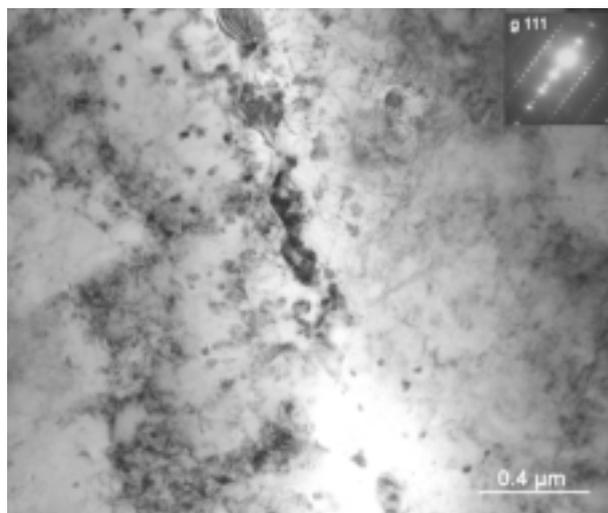


Figure 65 : Acier 316H à l'état de réception, zone affectée à 0.2 mm de la zone fondue, microscopie électronique en transmission

## II.2.2 Zones affectées en acier 316L(N) et 316L

L'objectif de ce paragraphe est de décrire et d'analyser les modifications microstructurales intervenant dans les zones affectées lors du soudage.

### II.2.2.1 Présentation des soudures étudiées

On dispose de soudures réalisées sur des tôles d'acier 316L(N) et d'acier 316L. Le Tableau 11 récapitule leurs principales caractéristiques. Les soudures n°1 et n°2 ont été réalisées par l'Institut de Soudure à la demande du SRMA. La série de soudures n°3 a été réalisée à l'UTA du CEA Saclay par Ayrault et Blanchot (2002). La soudure n°4 est décrite par Fauvet et al. (1996). Seule la soudure n°1 concerne directement un des trois matériaux de notre étude : l'acier 316L(N) code 464. L'analyse des autres soudures nous fournira cependant de nombreux éléments pour comprendre les modifications microstructurales intervenant lors du soudage. Aucune des soudures présentées ici n'a subi de traitement thermique post-soudage.

L'observation de l'ensemble des zones affectées en microscopie optique sur coupe polie et attaquée n'a révélé de grossissement de grain au voisinage de la zone fondue que pour la série des soudures n°3, seules soudures réalisées par le procédé TIG. Pour ces soudures, la Figure 66 montre que la largeur de la bande recristallisée le long de la soudure est d'environ 0.3 mm et que la taille des nouveaux grains est de l'ordre de 120  $\mu\text{m}$ .

Numéro	Acier	Epaisseur de la tôle (mm)	Taille de grains ( $\mu\text{m}$ )	Nombre de passes	Electrode	Type de soudure	Vitesse (mm/min)	Energie linéique (kJ/mm)
1	316L(N) code 464	25	45-60	21	19Cr-12Ni- 2Mo-0.05C	manuelle à l'électrode, en X	~250	0.5
2	316L(N) code 423	30	45	21	19Cr-12Ni- 2Mo-0.05C	manuelle à l'électrode, en X	-	-
3	316L(N) origine différente	30	35	2 ou 4	20Cr-13Ni- 3Mo-0.03C	remplissage de sillons en TIG automatique	40 et 80	2 et 1
4	316L	12	90	6	19Cr-12Ni- 2Mo-0.03C	manuelle à l'électrode, en V	-	-

Tableau 11 : Caractéristiques des soudures en acier 316L(N) et 316L étudiées

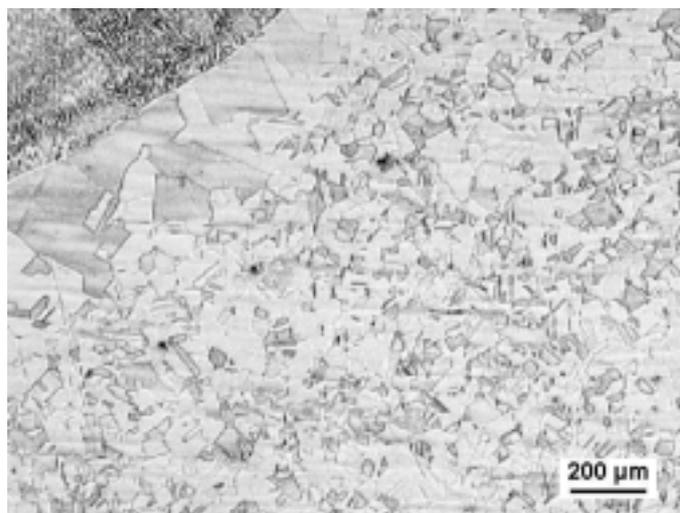


Figure 66 : Micrographie optique d'une coupe polie et attaquée d'une soudure appartenant à la série n°3, vitesse de soudage : 40 mm/min

### II.2.2.2 Ecroissage des zones affectées

Comme le montre la Figure 67, la dureté au voisinage de la soudure n°1 en acier 316L(N) est plus élevée qu'au loin de la soudure. En termes de dureté, la largeur de la zone affectée est de 15 mm environ. La valeur maximale atteinte pour la soudure n°1 est de 215 HV<sub>30</sub>.

Le bilan des examens par microscopie électronique en transmission réalisés sur des lames minces prélevées au quart-épaisseur de la tôle à différentes distance de la ligne de fusion de la soudure n°1 est présenté dans le Tableau 12. On a prélevé une lame loin de la soudure (à 20 mm de la zone fondue) afin d'étudier la microstructure du métal de base et d'obtenir ainsi un point de comparaison avec les zones affectées. Ces examens révèlent les points suivants :

- Les zones affectées par le soudage présentent une densité de dislocations plus élevées que le métal de base
- Seule la partie de la zone affectée la plus proche de la soudure (0.2 mm) présente des signes de restauration : début de formation de sous-joints (Figure 68)
- Les autres lames minces (prélevées à 3 mm et 6 mm de la soudure) présentent des microstructures de dislocations relativement planaires, avec 1 ou 2 systèmes de glissement dans des plans (111) activés (Figure 70 et Figure 71). Les dislocations se regroupent parfois pour constituer des bandes de glissement ou des arrangements en cellules dans les grains les plus déformés (Figure 69)
- Aucune précipitation intragranulaire n'a pu être détectée
- Dans toutes les lames observées, la précipitation intergranulaire, constituée majoritairement de M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> (diamètre moyen 0.15 µm) est faible, en dehors des îlots de ferrite

En ce qui concerne la soudure n°1 en acier 316L(N) non vieilli, l'absence de précipités intragranulaires nous permet d'attribuer exclusivement à l'écroissage le durcissement mesuré. Les zones affectées en acier 316H vieilli présentent des profils de dureté tout à fait similaires après vieillissement et précipitation (voir Figure 61, page 80). Même si on n'en a pas la preuve, il est donc probable que, dans les zones affectées de l'acier 316H également, le durcissement par écroissage soit prépondérant par rapport au durcissement par précipitation induite. Ces résultats sont cohérents avec les données bibliographiques qui n'indiquaient pas de durcissement par précipitation induite pour les aciers non stabilisés, contrairement au cas des aciers stabilisés (voir § I.2.3.1).

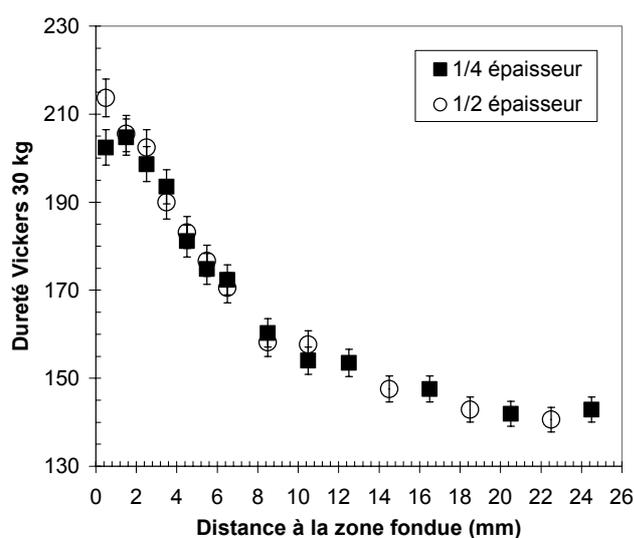


Figure 67 : Dureté au voisinage de la soudure n°1 en acier 316L(N) code 464 en fonction de la distance à la zone fondue

Distance à la zone fondue	0.2 mm	3 mm	6 mm	20 mm
Taille moyenne de grains	45	45	45	45
Dureté Vickers sous 30kg	215	200	175	140
Densité de dislocations	$> 4.10^{14} /m^2$	$\sim 2.10^{14} /m^2$	$\sim 2.10^{14} /m^2$	$\sim 6.10^{13} /m^2$
Cellules	oui	peu marquées	peu marquées	non
Sous-joints	quelques uns	non	non	non
Parois ou bandes	oui	oui	oui	non
Précipitation intergranulaire	très faible	très faible	très faible	très faible
Précipités intragranulaires	non détectés	non détectés	non détectés	non détectés

Tableau 12 : Caractéristiques microstructurales des zones affectées au voisinage de la soudure n°1 en acier 316L(N) code 464

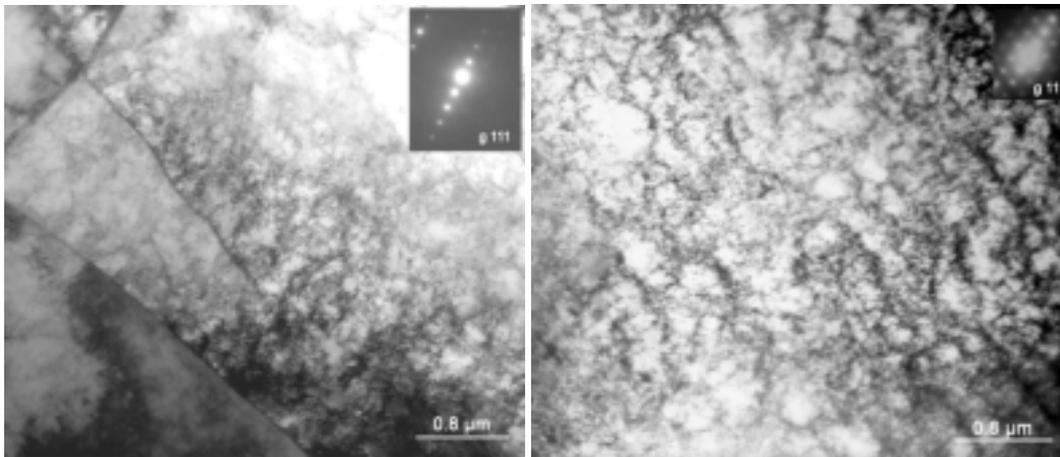


Figure 68 : Acier 316L(N) code 464 : zone affectée de la soudure n°1 à 0.2 mm de la zone fondue, microscopie électronique en transmission

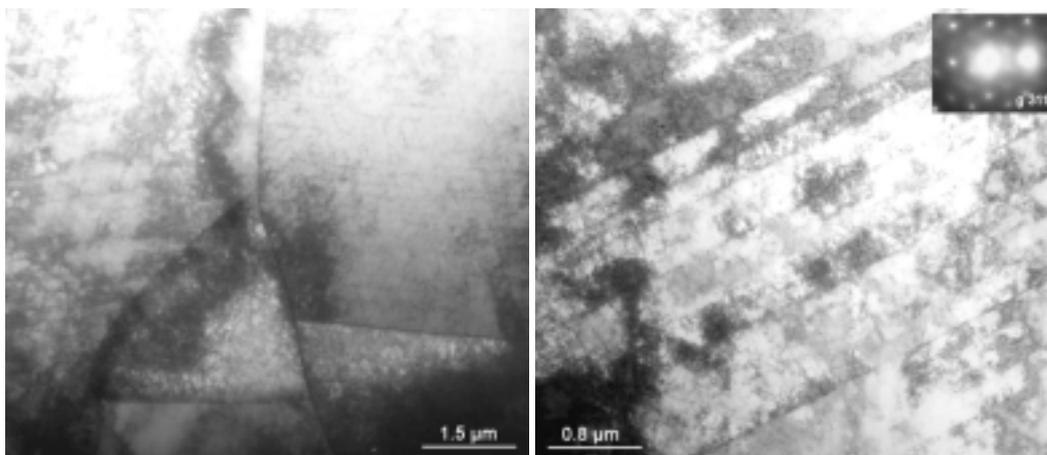


Figure 69 : Acier 316L(N) code 464 : zone affectée de la soudure n°1 à 3mm de la zone fondue, microscopie électronique en transmission

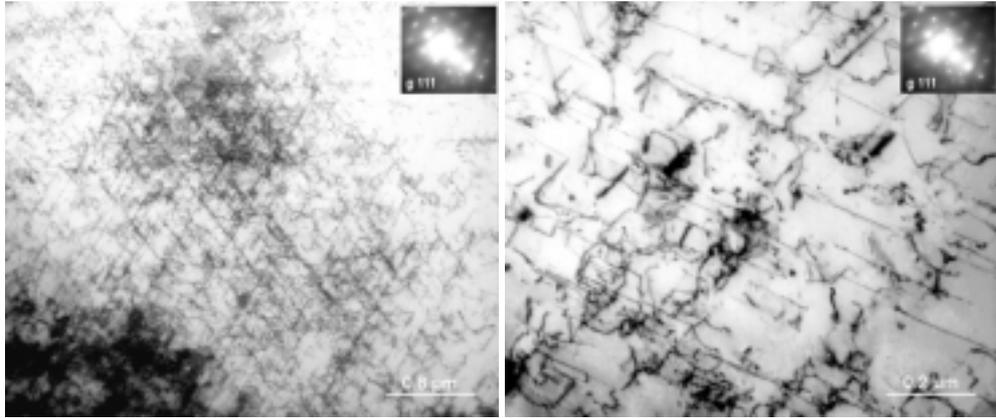


Figure 70 : Acier 316L(N) code 464: zone affectée de la soudure n°1 à 3mm de la zone fondue, microscopie électronique en transmission

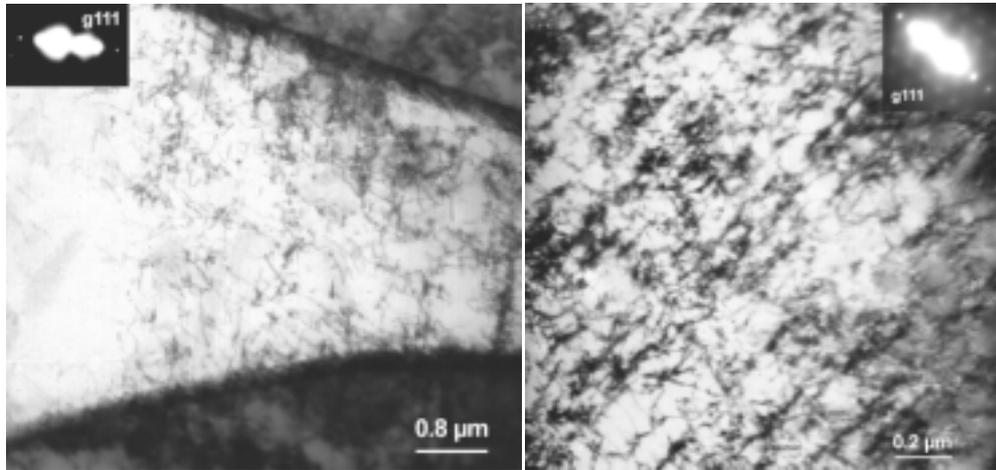


Figure 71 : Acier 316L(N) code 464: zone affectée de la soudure n°1 à 6mm de la zone fondue, microscopie électronique en transmission

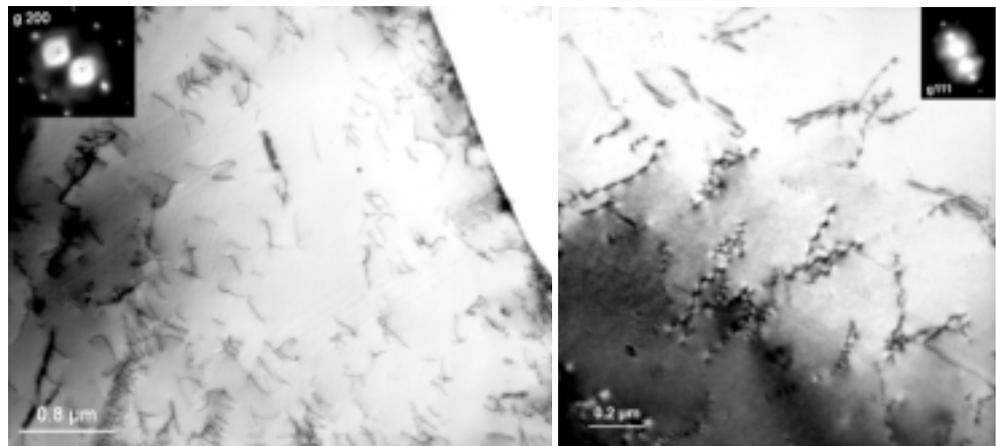


Figure 72 : Acier 316L(N) code 464: zone affectée de la soudure n°1 à 20mm de la zone fondue : métal de base, microscopie électronique en transmission

Le remplissage des sillons de la série de soudures n°3 réalisée par Ayrault et Blanchot (2002) a été effectué en 2 ou 4 passes suivant les soudures. De plus, les passes successives ne se recouvrent pas sur la totalité de la longueur des éprouvettes. On peut donc effectuer des sections transversales des éprouvettes correspondant aux différentes étapes du remplissage. On a ainsi pu mesurer pour une soudure en 2 passes ainsi que pour une soudure en 4 passes, la dureté des zones affectées après le remplissage complet du sillon, mais aussi après l'étape intermédiaire de mi-remplissage. Les résultats sont présentés sur la Figure 73. En comparant les deux cartographies du haut de la figure, on constate que la dureté augmente suite au dépôt de la deuxième passe. Il se produit donc un certain cumul de l'écrouissage lors du soudage multi-passes. On remarque également, en comparant les deux cartographies de la partie droite de la figure, que ce cumul est d'autant plus important que le nombre de passes augmente.

Des mesures par diffraction des rayons X, effectuées par EDF, en surface des soudures de la série n°3 confirment cet effet de cumul de l'écrouissage. La Figure 74 montre en effet que la largeur de pic est plus élevée pour la soudure réalisée en quatre passes que pour la soudure réalisée en 2 passes. On constate également que l'évolution de la largeur de pic en fonction de la distance à la zone fondue possède la même allure que l'évolution de la dureté. Cela paraît naturel étant donné que l'augmentation de la dureté est associée à l'écrouissage et donc à la densité de dislocations.

Par effet de cumul de l'écrouissage, on s'attend à ce que les zones voisines de la première passe soient plus dures que les zones voisines de la dernière passe, car elles subissent davantage de cycles thermiques. C'est bien ce que l'on constate sur la Figure 75 qui concerne une soudure en X : la zone la plus dure est située à mi épaisseur. On peut également le constater sur la Figure 76 qui concerne une soudure en V : la zone la plus dure est située du côté de la passe de racine.

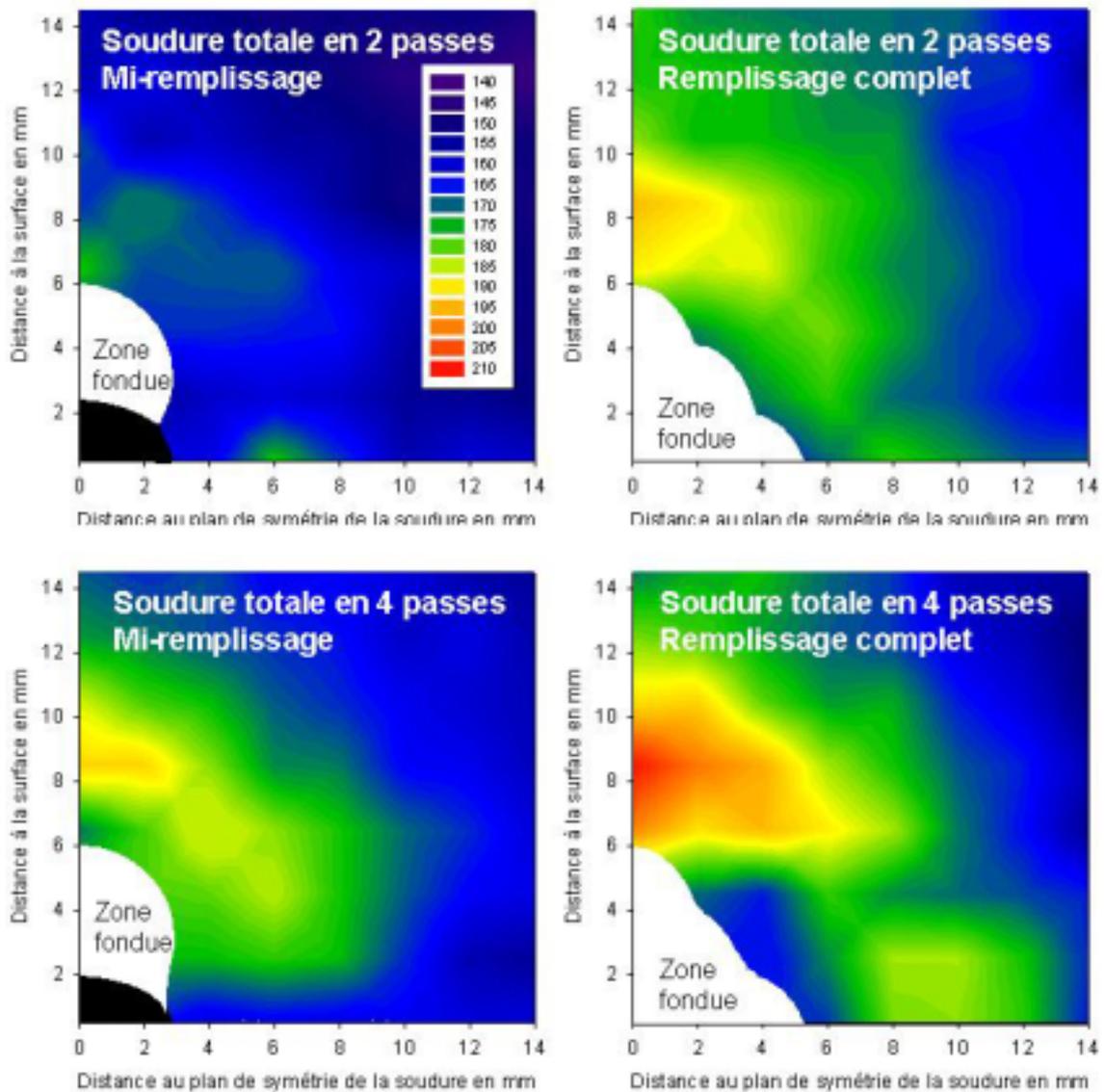


Figure 73 : Cartographie de dureté Vickers sous 10 kg au voisinage de deux soudures issues de la série n°3, mesure tous les 2 mm, le plan de coupe est perpendiculaire au sillon, le sillon est situé en bas à gauche de chaque cartographie, la vitesse de soudage est de 40 mm/min, en haut : soudure effectuée en 2 passes, en bas : soudure effectuée en 4 passes, à droite : mesures après soudage complet, à gauche : mesures après dépôt de la moitié des passes

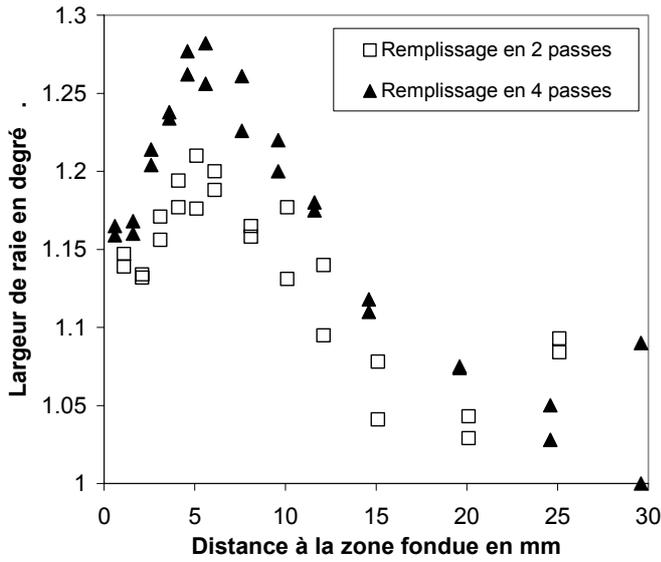


Figure 74 : Largeur de pic de diffraction des rayons X en fonction de la distance à la zone fondue pour deux soudures de la série n°3 en acier 316L(N), vitesse de soudage 40 mm/min, d'après Ayrault et Blanchot (2002)

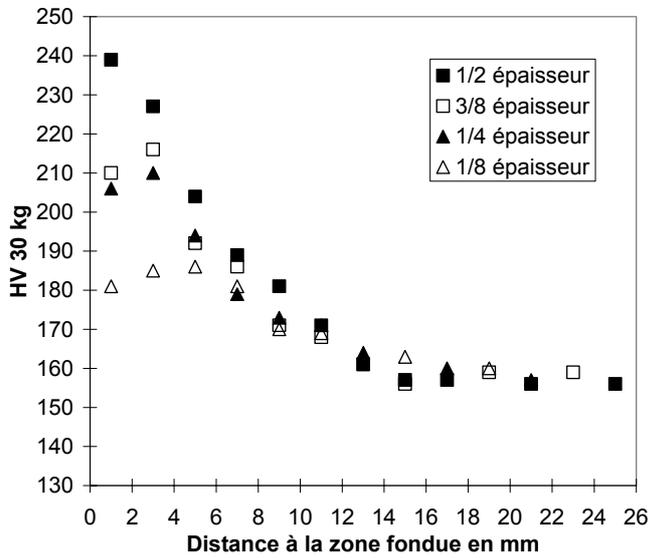


Figure 75 : Dureté au voisinage de la soudure n°2 en acier 316L(N) code 423 en fonction de la distance à la zone fondue

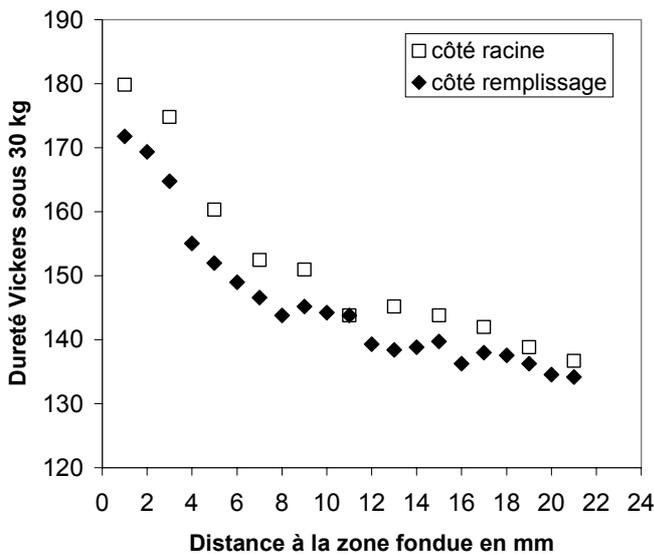


Figure 76 : Dureté au voisinage de la soudure n°4 en acier 316L en fonction de la distance à la zone fondue

### II.2.2.3 Etude thermique et interprétation

L'étude expérimentale réalisée par Ayrault et Blanchot (2002) nous a permis de tracer sur la Figure 77 les températures maximales mesurées lors du soudage en fonction de la distance à la zone fondue. On a également tracé sur cette figure les résultats que nous avons obtenus en utilisant un modèle thermique de type Rosenthal (1935) avec une source de chaleur ponctuelle unique et une hypothèse de plaque épaisse. D'après ce modèle de diffusion de la chaleur en milieu semi-infini et en régime stationnaire, l'équation donnant la température d'un point situé à une distance  $r$  de la source au temps  $t$  est la suivante :

$$T_p = T_o + \frac{q}{2\pi\lambda r} \exp\left(\frac{-v(r+x)}{2at}\right)$$

avec  $q = \eta U I$  l'énergie de soudage,  $\eta$  représentant le rendement,  $U$  la tension d'arc et  $I$  l'intensité électrique,  $v$  la vitesse de soudage,  $a$  la diffusivité thermique,  $\lambda$  la conductivité thermique et  $x$  l'abscisse du point considéré sur l'axe de soudage ( $x = x_0 + vt$ ). Les valeurs des paramètres utilisés dans ce modèle sont rapportées dans le Tableau 13. Le seul paramètre ajustable est le rendement. Sa valeur a été choisie de telle sorte que la taille de bain prévue par le modèle coïncide avec celle mesurée expérimentalement.

L'accord entre les mesures et le modèle est satisfaisant étant donné la simplicité du modèle, qui néglige notamment les mouvements de convection dans le bain liquide et qui ne fait intervenir les pertes de chaleur que par l'intermédiaire du rendement global. Les températures maximales mesurées ne dépendent pas du nombre de passes, mais évoluent avec la vitesse de soudage : Si la vitesse diminue, alors la température de pic diminue également, comme prévu par le modèle. Il n'est pas étonnant que les résultats du modèle ne correspondent pas aux données à 25 mm de la zone fondue car ces températures ont été mesurées en face envers de la plaque, au droit du sillon, là où l'hypothèse de plaque épaisse n'est pas du tout vérifiée (Myhr et Grong 1990). En revanche, d'après les calculs de plaque mi-épaisse présentés par ces auteurs, les hypothèses de la plaque épaisse sont vérifiées en face endroit jusqu'à environ 25mm. Malheureusement, nous ne disposons pas de mesures en face endroit à cette distance.

En combinant les mesures de largeur de pic de diffraction, les mesures de températures et les résultats du modèle thermique, on se rend compte (Tableau 14) que quelle que soit la vitesse de soudage, le maximum d'écroissage correspond à une température maximale de 650°C environ et que la fin de la zone affectée correspond à une température de 100°C environ.

Le modèle de Rosenthal permet également de calculer l'évolution de la température en fonction du temps. On a déterminé ainsi les temps de refroidissement entre 800°C et 500°C en fonction de la vitesse de soudage pour la partie des zones affectée qui atteint 1450°C (le voisinage immédiat de la zone fondue). Naturellement, ce temps augmente lorsque la vitesse de soudage diminue. On peut alors appliquer le modèle de croissance de grains proposé par Ashby et Easterling (1982) basé sur des résultats expérimentaux obtenus sur un acier 316 de taille de grain initiale 18  $\mu\text{m}$ . On constate alors sur le Tableau 15 que ce modèle rend bien compte du fait que les grains n'ont pas le temps de grossir dans le cas de la soudure n°1 réalisée à l'électrode, contrairement au cas des soudures n°3 réalisées en TIG.

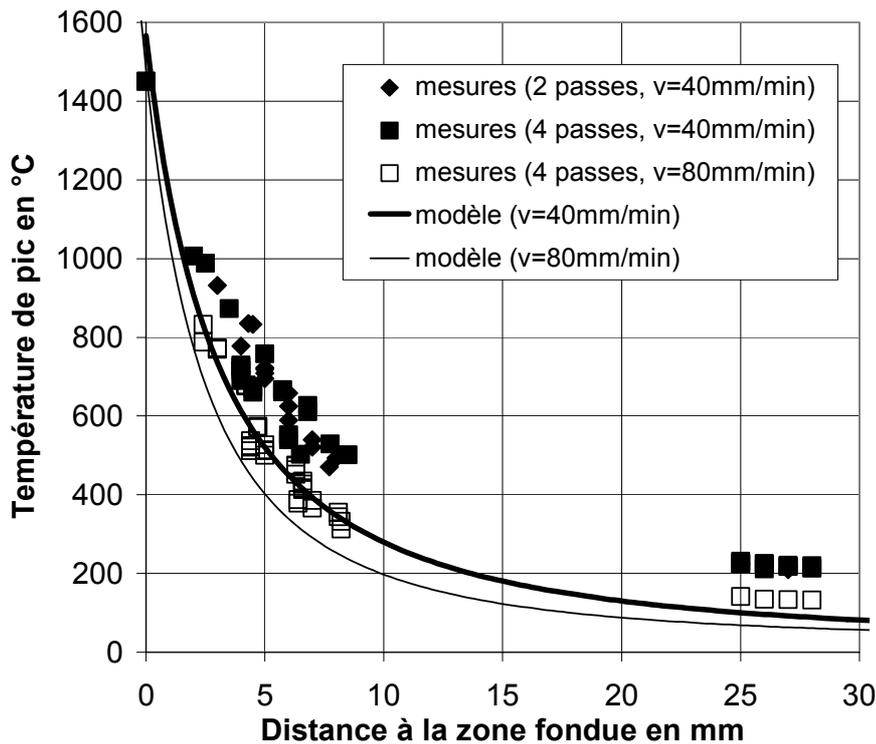


Figure 77 : Température maximale atteinte lors du soudage en fonction de la distance à la zone fondue et de la vitesse de soudage, mesures d'après Ayrault et Blanchot (2002) et modèle thermique de Rosenthal (1935), taille de bain : 3.5 et 3.2 mm pour les vitesses de 40 et 80 mm/min respectivement

Diffusivité thermique moyenne en mm <sup>2</sup> /s	Conductivité thermique moyenne en J/m/s/K	Température interpasse en °C	Rendement
a	λ	T <sub>o</sub>	η
5	20	25	0.6

Tableau 13 : Paramètres utilisés pour le modèle thermique de Rosenthal (1935)

		Soudure en 2 passes, vitesse de 40mm/min	Soudure en 4 passes, vitesse de 40mm/min	Soudure en 4 passes, vitesse de 80mm/min
Distance à la zone fondue en mm	du maximum d'écrouissage	5-6	5-6	3.5-4.5
	de la fin de la zone affectée	18-22	18-22	17-20
Température maximale en °C du maximum d'écrouissage d'après les mesures		590-720	550-760	510-730
Température maximale en °C de la fin de la zone affectée d'après le modèle		105-145	105-145	90-105

Tableau 14 : Température maximale atteinte lors du soudage au niveau du maximum de dureté et à la fin de la zone affectée en fonction du nombre de passes et de la vitesse de soudage, mesures d'après Ayrault et Blanchot (2002) et modèle thermique de Rosenthal (1935)

Numéro de soudure	Vitesse de soudage en cm/min	$\Delta t_{500^{\circ}\text{C}-800^{\circ}\text{C}}$ en s	Taille de grain prévue ( $T_{\text{max}}=1450^{\circ}\text{C}$ ) en $\mu\text{m}$	Taille de grain mesurée en $\mu\text{m}$
1	25	2	55	45-60
3	8	4	70	120
3	4	9	100	120

Tableau 15 : Temps de refroidissement entre  $800^{\circ}\text{C}$  et  $500^{\circ}\text{C}$  d'après le modèle de Rosenthal, taille de grain prévue d'après le modèle d'Ashby et Easterling et taille de grain observée au voisinage immédiat de la ligne de fusion, pour les soudures n°1 et n°3

L'étude thermique nous éclaire sur le développement des zones affectées. Il nous apparaît que l'on peut décrire les résultats de la manière suivante :

- Loin de la soudure (à environ 20 mm de la zone fondue) : le métal n'est pas affecté par le soudage. La dureté est équivalente à celle du métal de base, la largeur de pic également. Le métal n'est pas écroui car il ne connaît pas lors du soudage une température suffisamment élevée pour que la dilatation ne puisse plus être accommodée par les déformations élastiques. Un simple calcul assimilant l'élément de volume à une barre encastrée permet d'estimer cette température limite à  $T = 25 + \sigma_y / E\alpha \approx 100^{\circ}\text{C}$ . Cette valeur correspond d'ailleurs à celle prévue par le modèle thermique pour la fin de la zone affectée.
- Dans la zone de transition (entre 5 mm et 20 mm de la zone fondue) : le métal est écroui lors du soudage. Le niveau d'écrouissage augmente au fur et à mesure que l'on se rapproche de la zone fondue, comme le montrent les mesures de diffraction des rayons X et les mesures de dureté. Les mesures de températures indiquent que cette zone connaît des températures maximales de l'ordre de  $650^{\circ}\text{C}$ . Pour estimer approximativement le niveau de déformation de cette zone, on peut reprendre le calcul simple de la barre encastrée au chauffage et au refroidissement. On obtient alors une déformation plastique maximale par passe de l'ordre de  $2\alpha_{\text{moy}} (650^{\circ}\text{C} - 100^{\circ}\text{C}) \approx 2\%$ . En utilisant les courbes de traction et une corrélation linéaire entre la limite d'élasticité et la dureté, on peut dire que cela correspond à une élévation maximale du niveau de dureté de l'ordre de 20 HV par passe. Les mesures de dureté sont tout à fait cohérentes avec cette estimation, et montrent qu'il existe un cumul de l'écrouissage dans cette zone de transition.
- Dans la zone la plus proche de la zone fondue (moins de 5 mm de la zone fondue) : le métal est d'autant moins écroui qu'il est proche de la zone fondue, comme le montrent les valeurs de la dureté et de la largeur de pic. Cette zone connaît au cours du soudage des températures comprises entre  $650^{\circ}\text{C}$  et la température du solidus de l'alliage. Ces températures sont suffisamment élevées pour qu'intervienne une restauration partielle de l'écrouissage accumulé au chauffage et lors des passes antérieures. Cette restauration est d'autant plus aboutie que la température rencontrée est élevée, ce qui explique que le niveau d'écrouissage résiduel diminue lorsque l'on se rapproche de la zone fondue. Il n'est pourtant jamais nul car la zone affectée s'écrouit également au refroidissement.
- Etant donné les températures élevées que connaît la zone affectée au voisinage immédiat de la zone fondue, le matériau a tendance à recristalliser. Cependant le temps passé à haute température n'est — d'après nos observations — pas toujours suffisant pour conduire à un grossissement de grains. Apparemment, le soudage par procédé TIG (plus lent que le soudage à l'arc) favorise la croissance des grains. Le modèle d'Ashby et Easterling (1982) rend d'ailleurs bien compte de cet aspect cinétique et prévoit assez correctement la taille de grain en fonction des paramètres de soudage. Dans la partie Bibliographie, on avait évoqué le cas d'une zone affectée d'acier 321 soudé par le procédé TIG présentant le long de la ligne de fusion une zone à gros grains de  $120 \mu\text{m}$  environ (voir Figure 8, page 22). Ce cas semble assez proche de celui des soudures en acier 316 L(N) n°3 que nous avons étudiées. Comme on ne connaît pas précisément les paramètres de soudage correspondants à la soudure en acier 321, on ne peut dire s'il existe une différence entre les lois de croissance de grains entre acier 321 et acier 316. Citons

simplement deux effets opposés qui nous paraissent pouvoir intervenir : D'une part les carbures primaires dans l'acier 321 favorisent la recristallisation car ils serviraient de sites de germination pour les nouveaux grains (voir § I.1.3.4), d'autre part ces carbures sont susceptibles de ralentir la croissance de grain car ils peuvent épingler les joints de grains (Ashby et Easterling 1982).

### II.2.3 Résumé du paragraphe II.2

#### Analyse de zones affectées réelles

- *Les fissures en relaxation observées sur l'acier 316H à l'état de réception sont intergranulaires et sont situées à quelques millimètres de la zone fondue. Elles se développent apparemment par coalescence des microcavités qui se forment autour des particules intergranulaires, comme en fluage*
- *Seule une des deux fissures observées était débouchante et oxydée, ce qui nous fait penser que l'oxydation est un phénomène secondaire dans le mécanisme de fissuration*
- *Les zones affectées par le soudage en acier 316H à l'état de réception (50000 h à 500°C) sont plus dures que le métal de base et présentent un écrouissage résiduel important. Ces zones affectées (comme le métal de base) présentent à l'état de réception une précipitation de carbures  $M_{23}C_6$  intragranulaires*
- *Les zones affectées par le soudage en acier 316L(N) non vieilli présentent un durcissement tout à fait similaire à celui des zones affectées en 316H. Ce durcissement est engendré uniquement par l'écrouissage, aucune précipitation intragranulaire n'ayant été détectée en microscopie électronique en transmission*
- *L'acier 316L, plus doux que les précédents, présente également un durcissement au voisinage des soudures*
- *La dureté des zones affectées par le soudage est maximale entre 2 et 6 mm de la zone fondue. Elle augmente avec le nombre de passes par cumul de l'écrouissage et peut atteindre 230 HV<sub>30</sub>, alors que celle du métal de base vaut environ 150 HV<sub>30</sub>. La taille des zones affectées est de 15 à 20 mm*
- *Dans la partie des zones affectées situées au-delà du maximum d'écrouissage, la température connue lors du soudage est inférieure à 650°C environ, les microstructures de dislocations sont majoritairement planaires*
- *En revanche, dans la partie des zones affectées situées au voisinage immédiat de la zone fondue, la température connue lors du soudage est plus élevée et des signes de restauration partielle sont visibles*
- *Le grossissement des grains dans une bande de 0.3 mm environ le long de la ligne de fusion des soudures que nous avons étudiées n'a été observé que dans les soudures réalisées par le procédé TIG avec une vitesse de soudage relativement faible*

## II.3 Analyse de zones affectées simulées

On a vu au paragraphe précédent que les fissures en relaxation se développent à quelques millimètres de la soudure, dans les zones affectées par le soudage. Deux facteurs principaux déterminent la localisation de ces fissures : D'une part, le champ des contraintes résiduelles et, d'autre part, la résistance des zones affectées. Afin de décorrélérer ces deux facteurs, on désire tester la tenue mécanique des zones affectées et la comparer à celle du métal de base.

On a alors le choix entre tester de véritables zones affectées ou bien reproduire la microstructure de ces zones et de tester par conséquent la tenue mécanique de ces zones affectées "simulées". Tester de véritables zones affectées imposait de réaliser des essais mécaniques sur des éprouvettes de petite taille car les zones affectées réelles ne mesurent que quelques millimètres. De plus, il aurait fallu réaliser un grand nombre d'essais afin de tenir compte de l'hétérogénéité de ces zones. Nous avons donc préféré simuler des zones affectées par un traitement thermo-mécanique qui permet d'obtenir, en grande quantité, un matériau homogène représentatif des zones affectées réelles. L'inconvénient de cette méthode, outre le fait qu'elle impose de s'assurer de la représentativité des zones affectées simulées, est qu'elle ne permet pas de rendre compte de la diversité des microstructures des zones affectées réelles. Son avantage réside dans le fait que l'on contrôle précisément le traitement de simulation et que l'on peut donc assurer une bonne reproductibilité.

Dans le paragraphe présent on décrit le traitement de simulation, puis on discute de la représentativité des zones affectées simulées à l'état non vieilli. Enfin, on aborde l'effet du vieillissement sur la microstructure des zones affectées simulées.

### II.3.1 Traitement thermo-mécanique de simulation

Pour les applications industrielles qui nous concernent, les aciers inoxydables sont soudés à l'état hyperefflué. Or l'acier 316H dont nous disposons a été vieilli en service. Avant de procéder au traitement de simulation de soudage, nous avons donc effectué un traitement d'efflué d'une heure à 1170°C sur cet acier. Afin d'homogénéiser la microstructure de l'acier 316L(N), nous avons également hyperefflué cet acier une demi-heure à 1170°C. Pour ces deux traitements d'efflué la vitesse de refroidissement obtenue sous argon pulsé est de l'ordre de 200°C/min. Ces matériaux à l'état hyperefflué serviront de matériaux de référence lors des essais mécaniques que nous rapporterons dans la partie suivante.

Contrairement aux cas des aciers stabilisés décrits par Chabaud-Reytier (1999) et par Younger et Baker (1960) dans lesquels les fissures de relaxation se développent au voisinage immédiat de la ligne de fusion, les fissures de relaxation que nous avons pu observer sur l'acier 316H sont situées à quelques millimètres de la zone fondue. Dans cette partie de la zone affectée, la dureté est supérieure à 200 HV<sub>30</sub> (Figure 62, page 80) à cause de l'écrouissage subi par le matériau pendant les cycles de soudage. Comme on l'a vu au paragraphe précédent, la température maximale connue lors du soudage à l'endroit le plus efflué de la zone affectée est de l'ordre de 650°C. A cet endroit, la déformation plastique s'accumule donc passe après passe entre la température ambiante et 650°C environ.

Pour reproduire la microstructure de la partie de la zone affectée correspondant au maximum d'écrouissage, on a donc choisi de déformer le matériau par laminage à température intermédiaire. Ce procédé ne reproduit pas le caractère cyclique de la déformation rencontrée dans les zones affectées réelles, mais il permet de traiter rapidement une grande quantité de matériau.

La taille des coupons que nous avons laminés a été déterminée en fonction de la dimension du four situé à côté du laminoir (95×300 mm), leur épaisseur avant laminage est de 25 mm pour les aciers 316H et 316 L(N), et de 15 mm pour l'acier 316L. La direction de laminage des coupons d'acier 316L(N) coïncide avec la direction de laminage de la tôle initiale (voir plans SRMA 464-04 et 464-05). La longueur et la largeur des coupons en acier 316H correspondent respectivement aux directions axiale et radiale du tube. La direction de

laminage des coupons en acier 316H correspond donc à la direction axiale du tube (voir plans SRMA 941-02).

La procédure de laminage est la suivante : après avoir fait chauffer le four à 600°C, on enfourne le coupon et on attend 1h45, on règle la distance entre rouleaux, on fait passer le coupon entre les rouleaux une fois dans un sens, une fois dans le sens opposé (l'autre extrémité en avant et la face qui était au-dessus en dessous), on mesure l'épaisseur du coupon, on remet le coupon dans le four et on recommence 1h45 après : réglage de la distance entre rouleaux, etc. On réussit à obtenir l'épaisseur voulue en trois fois deux passes, puis on trempe le coupon à l'eau. La température mesurée en peau du coupon après deux passes de laminage est de 400°C environ. Le retrait du laminoir est de l'ordre de 0.5mm. Le taux de réduction d'épaisseur imposé lors du laminage a été choisi de telle sorte que la dureté du matériau laminé corresponde au maximum de dureté observé dans les zones affectées réelles, soit environ 230 HV<sub>30</sub>. L'étude bibliographique indiquait en effet qu'une dureté élevée augmentait les risques de fissuration en relaxation. Le Tableau 16 récapitule les taux de réduction d'épaisseur obtenus pour les différents coupons.

Comme le traitement thermo-mécanique de simulation des zones affectées consiste exclusivement en un laminage à température moyenne, on appellera parfois les zones affectées simulées "état écroui" par opposition à l'état hypere trempé caractéristique du métal de base.

316 L(N)		316 H		316 L	
Coupon	$\Delta e/e$ en %	Coupon	$\Delta e/e$ en %	Coupon	$\Delta e/e$ en %
C32C1	14.6	B1 Lin162	15.4	64-10-A	17.5
C32C2	15.4	B1 Lin202	15.4	64-10-B	17.5
C32C3	15.6	B2 Lin141	15.4		
C32C5	15.7	B2 Lin224	15.4		
C32B1	15.7				
C32B2	15.7				
Dans un même coupon la variation de taux de réduction d'épaisseur est de $\pm 0.1$ mm soit environ $\pm 0.4\%$					

Tableau 16 : Taux de réduction d'épaisseur obtenus par laminage entre 400°C et 600°C

### II.3.2 Zones affectées simulées non vieilles

#### II.3.2.1 Taille de grains

La taille de grains de l'acier 316H n'a pas été affectée par le traitement d'hypertrempe destiné à remettre en solution les différents précipités. En revanche, le traitement d'hypertrempe de l'acier 316L(N) conduit à un grossissement de grain de 45  $\mu\text{m}$  à 60  $\mu\text{m}$  (Figure 78). Les zones affectées réelles en acier 316L(N) étudiées au paragraphe précédent ne montraient pas de grossissement de grain dans leur partie la plus écrouie (celle que l'on a cherché à reproduire). Cette différence ne nous paraît cependant pas gênante pour la représentativité des zones affectées simulées car on a pu constater un assez grande variabilité de taille de grains dans les composants utilisés industriellement. D'ailleurs, le code de dimensionnement RCC-MR (1993) impose seulement que la taille de grain moyenne ne dépasse pas 180  $\mu\text{m}$ . De plus, on a vu dans la partie Bibliographie que la ductilité en fluage des aciers 316 diminue lorsque la taille de grains augmente. En termes de fragilité intergranulaire, nos résultats seront donc d'autant plus conservatifs que la taille de grain des zones affectées simulées sera élevée.

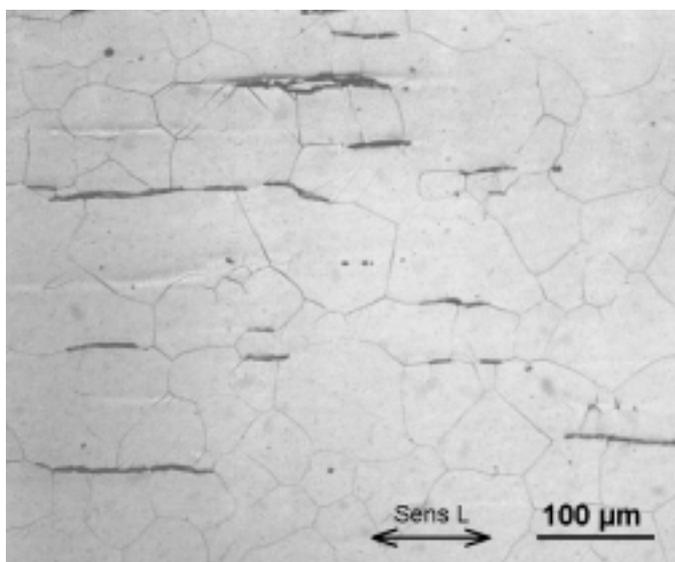


Figure 78 : Micrographie optique de l'acier 316L(N) après le traitement d'hypertrempe à 1170°C

#### II.3.2.2 Dureté

On a présenté dans le Tableau 17 les mesures de dureté moyenne des aciers. Ces mesures indiquent que le traitement d'hypertrempe de l'acier 316 L(N) qui a fait grossir le grain a aussi fait diminuer légèrement la dureté, ce qui semble naturel. Ce même traitement appliqué à l'acier 316 H a fait chuter la dureté d'environ 20 HV, ce qui est certainement dû à la remise en solution des carbures intragranulaires. Les mesures du Tableau 17 montrent également que le laminage conduit bien à un niveau moyen de dureté d'environ 230 HV pour les trois aciers de l'étude.

La Figure 79 montre que l'élévation de dureté par laminage n'est pas homogène dans l'épaisseur de la tôle : la peau est plus écrouie que le cœur. L'écart type est respectivement de 8, 10 et 14 unités Vickers pour les aciers 316L, 316L(N) et 316 H. Etant donné cette hétérogénéité, on sera particulièrement attentifs au lieu de prélèvement des éprouvettes en acier écroui lors de l'interprétation des essais mécaniques.

	316 L(N)	316 H	316 L
Etat de réception	149	149	132
Etat hypertrempé	135	131	132
Etat écroui	227	232	230

Tableau 17 : Dureté Vickers moyenne sous 30 kg des aciers de l'étude à l'état hypertrempé et à l'état écroui

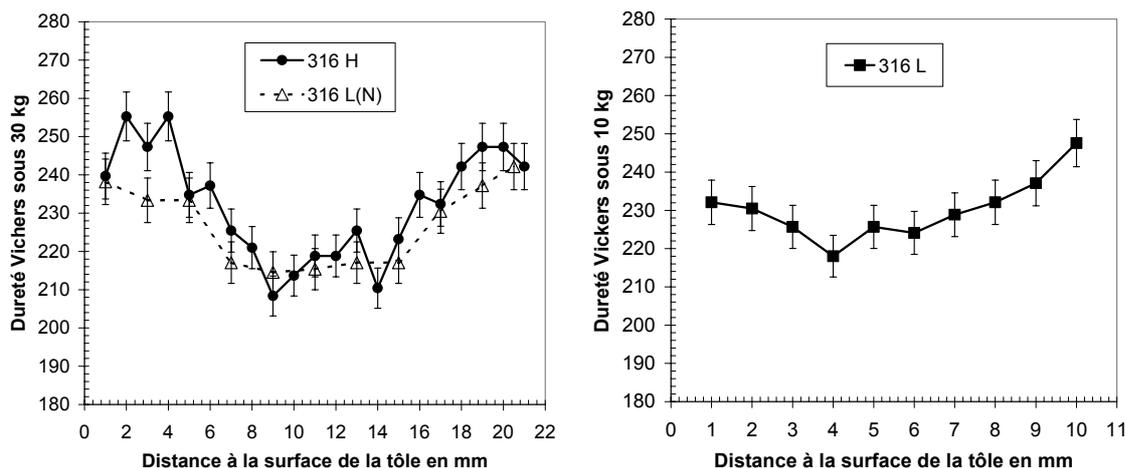


Figure 79 : Profil de dureté dans l'épaisseur des coupons à l'état écroui des aciers de l'étude

### II.3.2.3 Microstructure de dislocations et précipitation

On a réalisé l'examen en microscopie électronique en transmission de lames minces prélevées au quart-épaisseur dans le coupon C32C1 des zones affectées simulées en acier 316L(N). Cet examen montre que l'écrouissage conduit à une densité de dislocations très élevée ( $> 4.10^{14} / m^2$ ). Concernant l'acier 316L(N), la Figure 80 montre des arrangements de dislocations en cellules comme on avait pu en observer dans la zone affectée réelle à 0.2 mm de la zone fondue (Figure 68, page 84). La Figure 80 montre également des arrangements en bandes semblables à ceux observés à 3 mm de la zone fondue dans la zone affectée réelle (Figure 70, page 85). Le développement de sous-joints observé à 0.2 mm de la zone fondue n'a, en revanche, pas été observé dans les zones affectées simulées. Ce dernier point était attendu car les sous-joints, signes de la restauration du réseau de dislocations, ne se forment pas rapidement en dessous de 600°C (cf. § I.3.1.1).

La microstructure des zones affectées simulées en acier 316H a été observée sur des lames minces prélevées au quart-épaisseur du coupon B1Lin162. Elle est tout à fait similaire à celle des zones affectées simulées en acier 316L(N) : densité élevée de dislocations arrangées en bandes et en cellules (Figure 81).

Dans ces deux aciers observés à l'état écroui, on a également pu noter que la précipitation intergranulaire était très faible voire inexistante. De plus, aucune précipitation de carbures intragranulaire n'a pu être détectée. L'état de précipitation des zones affectées simulées en acier 316L(N) est donc conforme à celui des zones affectées réelles (non vieilli). En revanche, les zones affectées réelles en acier 316H, observées à l'état de réception (vieilli) présentaient des précipités inter et intragranulaires. Le fait qu'on en n'observe plus à l'état écroui signifie que le traitement d'hypertrempé de l'acier 316H a bien remis en solution les précipités qui étaient apparus lors du vieillissement en service et que les quelques heures

passées entre 400°C et 600°C lors du laminage n'ont pas suffi pour que des carbures précipitent sur les dislocations.

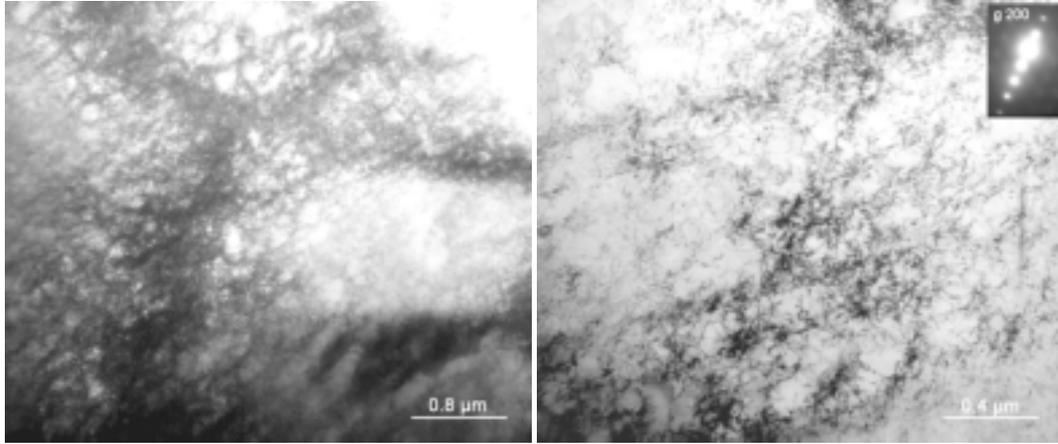


Figure 80 : Acier 316L(N) à l'état écroui : zone affectée simulée au quart-épaisseur, microscopie électronique en transmission

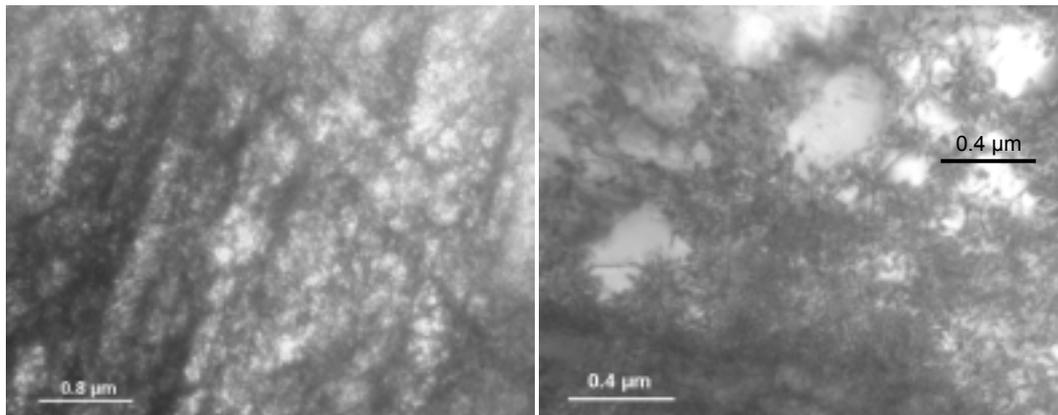


Figure 81 : Acier 316H à l'état écroui : zone affectée simulée au quart-épaisseur, microscopie électronique en transmission

**II.3.2.4 Représentativité des zones affectées simulées non vieilles**

On a juxtaposé dans le Tableau 18 les caractéristiques microstructurales au quart-épaisseur des zones affectées de la soudure n°1 en acier 316L(N) et celles de la zone affectée simulée du même acier. La taille de grains et la dureté des zones affectées simulées sont plus élevées que celles de zones affectées réelles, ce qui augmente le caractère conservatif des résultats à venir. Par ailleurs, le traitement de simulation conduit bien à une élévation de la densité de dislocations similaire à celle obtenue dans les zones affectées réelles. De plus, l'organisation des dislocations en cellules et en parois est bien retranscrite. Enfin, l'état de précipitation est conforme à celui des zones affectées réelles.

Nous n'avons pas réalisé d'étude comparative aussi poussée en ce qui concerne les zones affectées simulées aciers 316H et 316L à l'état non vieilli, mais il ne nous apparaît pas que des différences majeures en ce qui concerne les structures de dislocations puissent apparaître entre ces différentes nuances. La cinétique de précipitation est certes accélérée par l'augmentation de la teneur en carbone, mais sans doute pas suffisamment pour que des précipités intragranulaires puissent se développer pendant le soudage.

En conclusion, on peut dire que, dans les cas des aciers 316, la microstructure de la partie la plus écrouie des zones affectées par le soudage (entre 2 mm et 6 mm de la zone fondue) peut être reproduite par laminage entre 400°C et 600°C. Comme on l'a vu au paragraphe II.2.2, le niveau d'écrouissage de cette zone (et par conséquent sa dureté) augmente avec le nombre de passes de soudage. Or le taux de réduction d'épaisseur appliqué lors du laminage peut être choisi pour obtenir la dureté que l'on souhaite. Le laminage à température moyenne constitue donc un moyen à la fois simple et souple pour produire en grande quantité des zones affectées simulées.

Distance à la zone fondue :	Zone affectée réelle			Zone affectée simulée
	0.2 mm	3 mm	6 mm	
Taille moyenne de grains	45	45	45	60
Dureté Vickers sous 30kg	205	200	175	230
Densité de dislocations	$> 4.10^{14} /m^2$	$\sim 2.10^{14} /m^2$	$\sim 2.10^{14} /m^2$	$> 4.10^{14} /m^2$
Cellules	oui	peu marquées	peu marquées	oui
Sous-joints	quelques uns	non	non	non
Parois ou bandes	oui	oui	oui	oui
Précipitation intergranulaire	très faible	très faible	très faible	très faible
Précipités intragranulaires	non détectés	non détectés	non détectés	non détectés

Tableau 18 : Comparaison des caractéristiques microstructurales au quart-épaisseur des zones affectées réelles et simulées non vieilles, acier 316L(N)

### II.3.3 Zones affectées simulées vieilles

On va étudier l'effet de deux types de vieillissement sur la microstructure des zones affectées simulées. Le premier type de vieillissement est représentatif du fonctionnement en service des composants soudés : quelques centaines ou quelques milliers d'heures à 600°C. C'est en effet à cette température que l'on réalisera la plupart des essais mécaniques présentés dans la partie suivante. Le deuxième type de vieillissement est plutôt représentatif des traitements de détensionnement des soudures : quelques heures à des températures comprises entre 550°C et 750°C. On se demande en effet quelle est la stabilité de la structure d'écroissage introduite lors du laminage et quelle est l'influence de la teneur en carbone et en azote sur cette stabilité.

#### II.3.3.1 Vieillissements de type fonctionnement en service

Nous avons prélevé des lames minces dans les parties faiblement chargées (< 90 MPa) des éprouvettes de fluage entaillées 464-301 et 941-43 en acier 316L(N) et 316H respectivement. Etant donnée la faiblesse de ces chargement nous pensons que l'on peut assimiler ce vieillissement à un vieillissement statique. La température d'essai est de 600°C et la durée est respectivement de 505 heures et de 215 heures pour l'acier 316L(N) et 316H.

La Figure 82 montre qu'après ces traitements thermiques la structure d'écroissage introduite lors du laminage ne semble pas affectée. En revanche, de nombreux précipités intergranulaires sont apparus (Figure 83). Cette constatation, conforme aux résultats tirés de l'étude bibliographique (cf. **Annexe A** § VIII.1.1.1, page 279), indique que les zones affectées simulées ainsi vieilles sont certainement sensibles à la corrosion intergranulaire.

Alors qu'on n'a pas pu détecter de précipitation intragranulaire dans l'acier 316L(N), la Figure 84 révèle la présence de nombreux carbures  $M_{23}C_6$  dans l'acier 316H. Le temps de vieillissement de l'acier 316L(N) est pourtant plus long que celui de l'acier 316H. L'origine de cette différence est certainement la teneur en carbone, plus élevée dans l'acier 316H. On peut relever sur les observations de microscopie électronique en transmission une distance moyenne entre précipité de l'ordre de 100 nm, ce qui correspond approximativement à ce qu'on avait observé dans ce même acier à l'état de réception (vieilli 50000 h à 500°C).

Il sera très intéressant d'étudier les différences entre l'acier 316L(N) et l'acier 316H pour des essais de quelques centaines d'heures à 600°C car elles nous permettront peut-être de mieux cerner l'effet de « précipitation induite par écroissage » décrit dans la partie Bibliographie.

Nous avons mesuré la dureté des parties faiblement chargées des éprouvettes entaillées en acier 316L(N) testées en fluage à 600°C. Ces éprouvettes sont prélevées à mi épaisseur des tôles, la dureté initiale est donc de 215 HV<sub>30</sub>. Nous avons pu constater que la dureté n'évoluait pas avec la durée d'essai. Elle reste égale à 215 ± 3 HV<sub>30</sub> au moins jusqu'à 6300 heures à 600°C. La structure d'écroissage développée à mi épaisseur des coupons pendant le laminage paraît donc stable à 600°C.

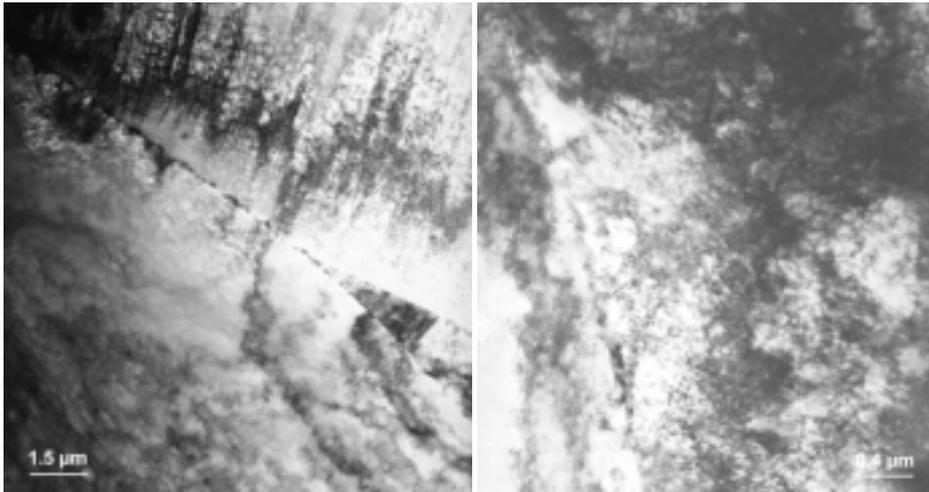


Figure 82 : Acier 316LN écroui puis vieilli 505 heures à 600°C, microscopie électronique en transmission

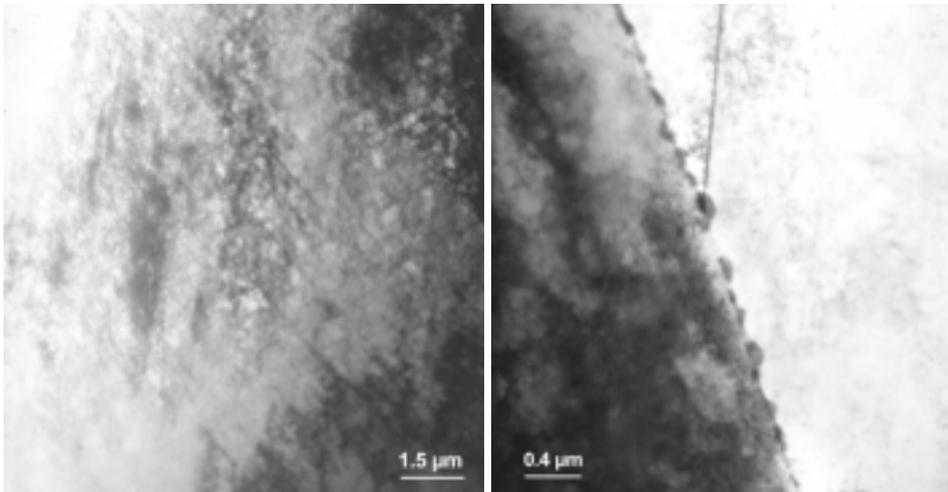


Figure 83 : Acier 316H écroui puis vieilli 215 heures à 600°C, microscopie électronique en transmission

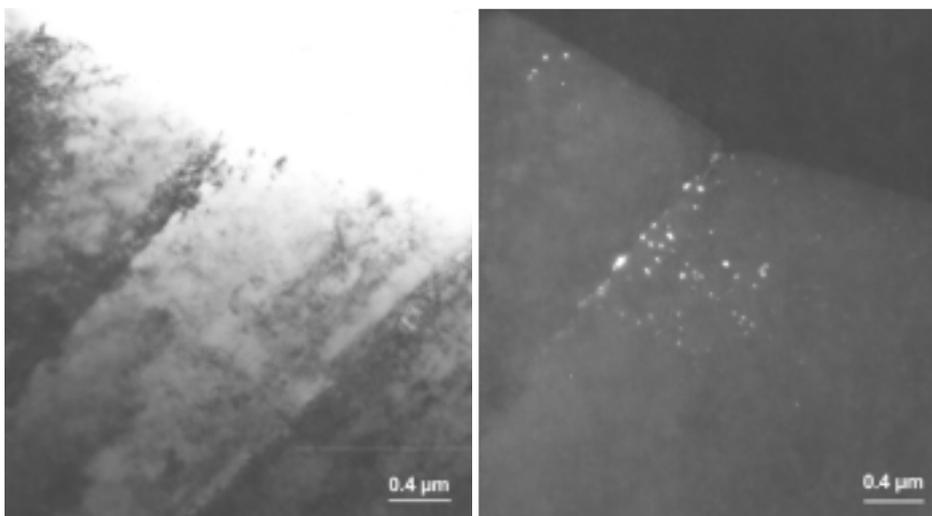


Figure 84 : Acier 316H écroui puis vieilli 215 heures à 600°C, microscopie électronique en transmission (la photo de droite a été réalisée en champ sombre pour révéler les carbures  $M_{23}C_6$  inter et intragranulaires)

### II.3.3.2 Vieillissement de type détensionnement des soudures

Nous avons mesuré la dureté Vickers sous 30 kg des zones affectées simulées par laminage après des vieillissements de 2 heures et de 24 heures à 550°C, 600°C, 650°C, 700°C et 750°C. Pour les aciers 316L(N) et 316H, 4 mesures ont été réalisées par état : à 2, 4, 6 et 8 mm de la surface. Pour l'acier 316L, 3 mesures ont été effectuées pour chaque état : à 2, 4 et 6 mm de la surface. Les résultats présentés sur la Figure 85 sont donc des moyennes par état. Ils montrent, conformément aux résultats présentés sur la Figure 13, page 27, tirée de l'article de Williams (1980), une baisse progressive de la dureté lorsque la durée et la température de traitement augmentent. Pour des vieillissements de 2 heures à 550°C, la dureté des aciers 316H et 316L(N) ne semble pas avoir évolué, alors que l'acier 316L s'est déjà adouci. De manière générale, la Figure 85 montre que l'acier 316L s'adoucit pour des températures et des durées plus faibles que les aciers 316L(N) et 316H. La dureté de ces états écrouis vieillis reste tout de même relativement élevée en comparaison de celle de l'état hypertrempé (135 HV<sub>30</sub>).

On a présenté sur la Figure 86 des observations réalisées par microscopie électronique en transmission sur l'acier 316 L(N) écroui puis vieilli 2 heures à 700°C. Ces observations indiquent que la restauration est loin d'être aboutie. On a mesuré une densité de dislocations de l'ordre de  $4.10^{14}/m^2$ . La Figure 87 montre la microstructure de l'acier 316L écroui puis vieilli dans les mêmes conditions. La comparaison de cette figure à la précédente illustre le fait que l'acier 316L se restaure plus rapidement que l'acier 316L(N). Comme aucune précipitation intragranulaire n'a pu être détectée dans ces aciers, on pense que c'est l'azote en solution (sans doute couplé au molybdène) qui retarde la restauration.

Contrairement à l'acier 316L(N), l'acier 316H est certainement le siège de la précipitation de carbures intragranulaires lors des traitements au-dessus de 600°C. De nombreux auteurs cités dans l'étude bibliographique affirment que les carbures intragranulaires apparus par précipitation induite par écrouissage retardent la restauration du réseau de dislocations. Pourtant, la Figure 85 indique que la dureté de ces aciers évolue de façon identique lors des traitements thermiques. Il nous semble que le rôle de ces précipités intragranulaires ait été surestimé par le passé car les comparaisons s'effectuaient uniquement entre des aciers à haut carbone (qui précipitent rapidement et se restaurent lentement) et des aciers à bas carbone sans ajout d'azote (qui ne précipitent pas et qui se restaurent rapidement). L'ajout d'azote dans un acier à bas carbone ne favorise pas la précipitation de carbures intragranulaires alors qu'il retarde bien la restauration. L'effet durcissant des carbures M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> n'est apparemment pas plus efficace que celui du carbone et de l'azote en solution. On retiendra donc que les aciers à haute teneur en interstitiels résistent mieux à la restauration que les aciers à bas interstitiels, qu'il y ait précipitation ou non.

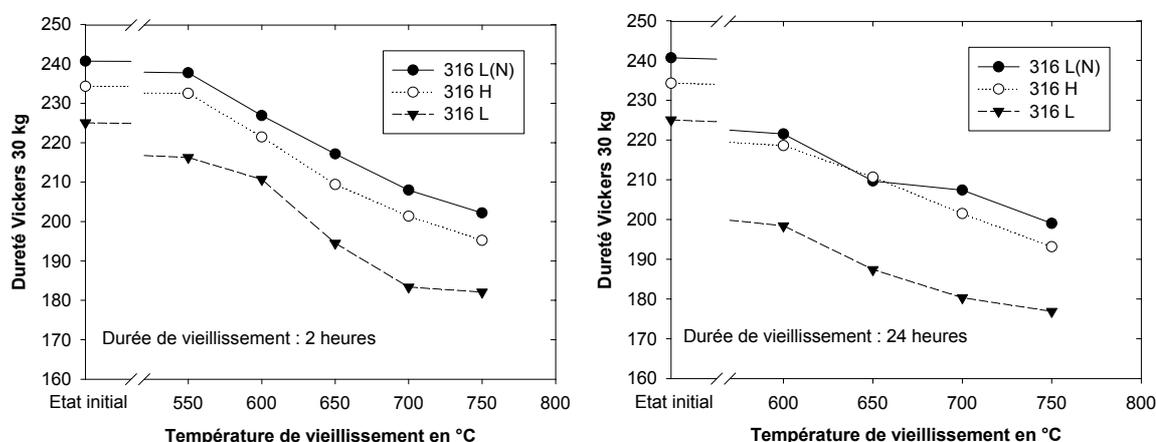


Figure 85 : Dureté Vickers des zones affectées simulées en fonction de la température et de la durée de vieillissement

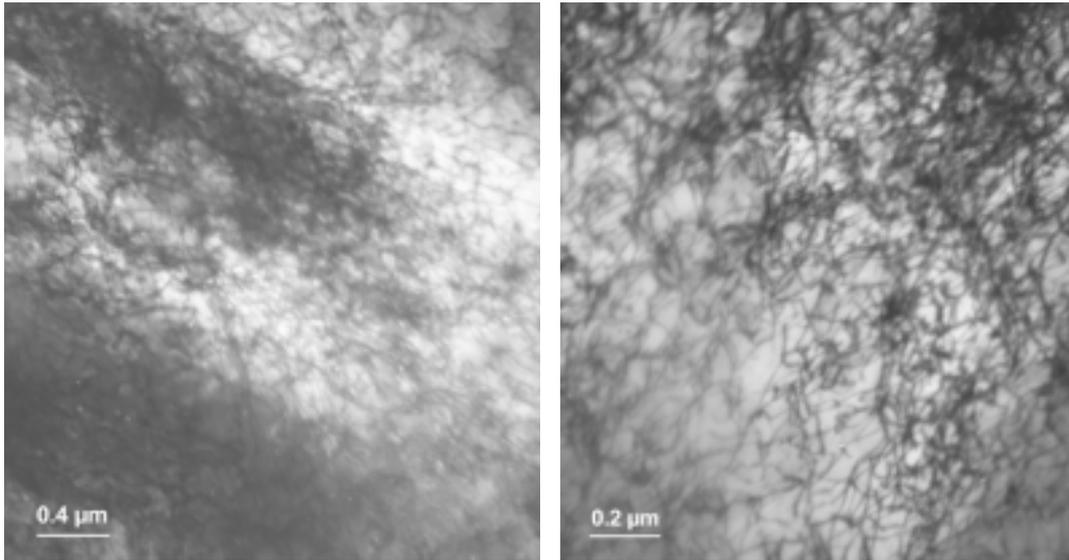


Figure 86 : Acier 316 L(N) écroui puis vieilli 2 heures à 700°C, microscopie électronique en transmission

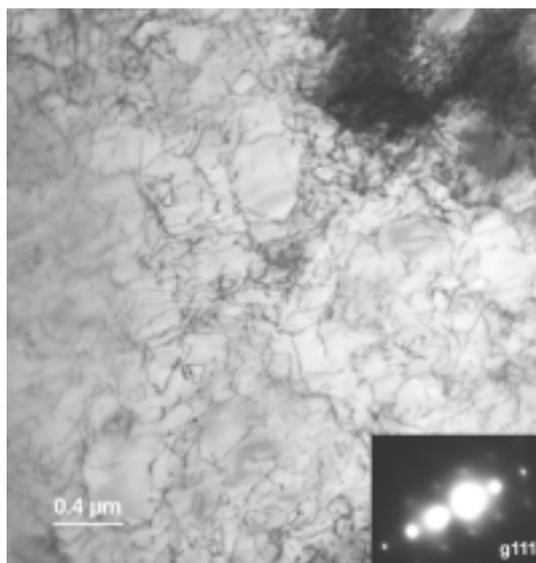


Figure 87 : Acier 316 L écroui puis vieilli 2 heures à 700°C, microscopie électronique en transmission

### II.3.4 Résumé du paragraphe II.3

#### Analyse de zones affectées simulées

- Afin de disposer de matériaux de référence, caractéristiques du métal de base non vieilli, les aciers 316 H et 316 L(N) ont subi une hypertrempe à 1170°C. La dureté de cet état hypertrempé vaut 135 HV<sub>30</sub> environ
- Par laminage entre 400°C et 600°C des trois aciers à l'état hypertrempé une microstructure représentative de la partie la plus dure (230 HV<sub>30</sub> environ) des zones affectées non vieilles a été reproduite
- L'écroissage par laminage n'étant malheureusement pas homogène dans l'épaisseur des tôles, nous serons attentifs dans la suite de l'étude au lieu de prélèvement des éprouvettes destinées aux essais mécaniques sur l'état écroui
- Pour les aciers 316H et 316L(N), ces "zones affectées simulées" que l'on appellera souvent état écroui, présentent, comme les zones affectées réelles non vieilles, une forte densité de dislocations arrangées en bandes ou en cellules, une faible précipitation intergranulaire de carbures M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> mais pas de précipitation intragranulaire
- Lorsque ces zones affectées simulées sont vieilles quelques centaines d'heures à 600°C, des carbures intragranulaires précipitent dans l'acier 316H mais pas dans l'acier 316L(N)
- La restauration de l'écroissage est plus lente dans le cas des aciers 316H et 316L(N) que dans le cas de l'acier 316L. Étonnamment, on n'observe pas de différence de cinétique de restauration entre l'acier 316H et l'acier 316L(N). La précipitation intragranulaire de carbures M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> induite par écroissage ne jouerait donc pas un rôle plus important dans le retard à la restauration que l'azote en solution

## II.4 Conclusions

Les trois aciers de l'étude sont des aciers inoxydables austénitiques non stabilisés de type 316. Entre autres différences, ils possèdent des teneurs en éléments interstitiels différentes : haut carbone, haut azote pour l'acier 316L(N), haut carbone bas azote pour l'acier 316H, et bas carbone, bas azote pour l'acier 316L. A l'état de réception, les aciers 316L(N) et 316L étaient hypertrempés, et l'acier 316H était vieilli en service 50000 heures à 500°C.

Nous avons observé par microscopie optique et électronique les fissures en relaxation que contenait l'acier 316H à l'état de réception. Les observations sont conformes aux indications relevées dans la partie Bibliographie : les fissures, situées à quelques millimètres de la zone fondue, se développent par cavitation autour des précipités intergranulaires, comme en fluage. La dureté de la partie de la zone affectée contenant les fissures est supérieure à 200 HV<sub>30</sub>. L'oxydation, qui ne nous apparaît pas jouer un rôle prépondérant dans la fissuration, prend une forme originale décrite en détail dans l'**Annexe C**.

Dans les zones affectées, les mesures de dureté et les observations réalisées par microscopie électronique en transmission que nous avons réalisées ont révélé un écrouissage lié aux incompatibilités de dilatation lors du soudage. Le durcissement lié à cet écrouissage, qui s'étend jusqu'à environ 15 mm des zones fondues, atteint son maximum à une distance de la zone fondue comprise entre 2 et 6 mm. Au-delà de ce maximum d'écrouissage, la température connue lors du soudage est inférieure à 650°C environ, et les microstructures de dislocations sont majoritairement planaires. Dans la partie des zones affectées situées entre la zone fondue et le maximum d'écrouissage, en revanche, la température connue lors du soudage est supérieure à 650°C et des signes de restauration partielle du réseau de dislocations sont visibles. Le niveau de dureté augmente avec le nombre de passes de soudage et peut atteindre 230 HV<sub>30</sub> alors que celui du métal de base (hypertrempé) est inférieur à 150 HV<sub>30</sub>.

On a pu reproduire en laminant entre 400°C et 600°C des coupons hypertrempés des trois aciers de l'étude une microstructure similaire à celle de la partie la plus écrouie des zones affectées (partie qui contient les fissures). On a choisi le taux de réduction d'épaisseur pour atteindre une dureté moyenne de l'état écroui de 230 HV<sub>30</sub> qui représente la valeur maximale mesurée dans les zones affectées réelles.

La précipitation induite de carbures intragranulaires observée dans l'acier 316H à l'état de réception ainsi qu'à l'état écroui puis vieilli 215 heures à 600°C ne nous paraît pas responsable du fort durcissement des zones affectées car l'acier 316L(N) présente le même type de durcissement alors qu'il ne présente pas de précipitation intragranulaire à l'état soudé non vieilli ni à l'état écroui puis vieilli 505 heures à 600°C.

La restauration de l'écrouissage lors de vieillissements au-dessus de 550°C est plus rapide pour l'acier 316L que pour les deux autres aciers. Contrairement à ce que laissait penser l'étude bibliographique, la précipitation induite des carbures intragranulaires ne semble pas jouer un rôle si important dans la résistance à la restauration des aciers inoxydables non stabilisés. Une forte teneur en interstitiels (qu'ils précipitent ou non) suffirait à stabiliser la structure de dislocations introduite lors de l'écrouissage.

### III Essais mécaniques et observations métallographiques

Dans la partie Matériaux, une microstructure similaire à celle des zones affectées par le soudage a été reproduite par laminage entre 400°C et 600°C. Il s'agit maintenant de déterminer le comportement mécanique et la résistance à la rupture de cet état écroui. En quoi son comportement diffère-t-il de celui du métal non affecté ? Cet état est-il particulièrement sensible à l'endommagement intergranulaire ? Pour mesurer ces effets de l'écrouissage, les trois aciers 316 seront également étudiés dans leur état hyperefféché qui est représentatif du métal non affecté.

La température d'essai choisie doit se situer dans la gamme de sensibilité à la fissuration en relaxation mise en évidence par l'expérience industrielle (cf. § 1.2.1) à savoir entre 500°C et 700°C. Les circuits de refroidissement des réacteurs à neutrons rapides français fonctionnent à 550°C, cette température aurait donc pu être choisie comme température d'essai. Cependant, la diffusion des lacunes joue un rôle important dans le mécanisme de rupture intergranulaire. Or cette diffusion est activée thermiquement. Afin de réaliser des essais dont la durée est compatible avec celle de la thèse, il nous a donc semblé préférable de choisir une température supérieure à 550°C. Comme la ductilité en fluage des aciers inoxydables de type 316 augmente avec la température dans la gamme 500°C-700°C (cf. § 1.3.2) et que la fissuration en relaxation requiert une certaine fragilité des matériaux (cf. § 1.2.1), on ne pouvait pas pour autant choisir une température trop élevée. Résultant donc d'un compromis entre durée d'essai et fragilité, la température d'essai de 600°C a finalement été choisie. Quelques essais complémentaires ont tout de même été réalisés à 550°C.

Comme nous l'avons vu dans les deux parties précédentes, la composition chimique et notamment la teneur en éléments interstitiels (carbone et azote) influencent fortement les cinétiques de précipitation et de restauration de l'écrouissage des aciers inoxydables austénitiques. De plus, les mécanismes de fissuration en relaxation proposés dans la littérature pour les aciers inoxydables stabilisés évoquent le rôle néfaste d'une forte teneur en solutés (cf. 1.2.2). L'influence des solutés sur la fissuration en relaxation des aciers non stabilisés nécessite donc d'être éclaircie. C'est pourquoi le comportement et l'endommagement des trois aciers de l'étude 316L(N), 316H et 316L seront comparés. On prendra garde cependant à ne pas imputer systématiquement les différences observées aux seuls éléments carbone et azote, car ces aciers diffèrent également par leur teneur en impuretés, leur taille de grains, etc.

Le comportement et l'endommagement à 600°C des aciers de type 316 hyperefféchés ont déjà été largement étudiés. L'effet de l'écrouissage à température ambiante sur le comportement et l'endommagement vers 600°C a également fait l'objet d'un certain nombre de publications qui montrent que l'écrouissage renforce la tenue mécanique et réduit la ductilité. En comparant ces résultats et les nôtres (portant sur des aciers écrouis entre 400°C et 600°C) on pourra donc estimer l'effet de la température d'écrouissage sur le comportement et l'endommagement à 600°C.

Pour mettre en évidence les points communs et les différences entre les trois aciers étudiés, les résultats sont présentés par type d'essai et non par matériau. Cette partie expérimentale aborde successivement l'étude du comportement mécanique et celle de l'endommagement.

## III.1 Comportement mécanique

Trois types d'essais mécaniques ont été choisis pour étudier le comportement des aciers 316L(N), 316H et 316L à l'état écroui et à l'état hypere trempé. Il s'agit d'essais de traction, de fluage et de relaxation. Ces trois types d'essai permettent d'explorer le comportement elastoviscoplastique des aciers pour des sollicitations monotones. Dans le cadre de l'étude, on ne considérera pas le cas des sollicitations cycliques. En effet, ce type de sollicitation n'intervient pas a priori dans la problématique de la fissuration en relaxation.

Le comportement mécanique des aciers étudiés sera comparé aux résultats de la littérature et discuté dans le présent paragraphe; la partie « Discussion » étant entièrement consacrée à l'endommagement intergranulaire et à la fissuration en relaxation.

Les plans des éprouvettes utilisées se trouvent en **Annexe D**. Les tableaux de résultats des essais mécaniques sont regroupés en **Annexe E**.

### III.1.1 Essais de traction sur éprouvettes lisses

#### III.1.1.1 Conditions expérimentales et remarques préliminaires

Les essais de traction ont été réalisés au SRMA sur une machine électromécanique INSTRON série 4507. La capacité de la cellule de force est de 200 kN. Le chauffage est assuré par un four à lampes. La régulation thermique s'effectue grâce à un thermocouple attaché à l'aide d'un fil en fibres céramiques au fût de l'éprouvette. Un autre thermocouple permet de vérifier que le gradient thermique mesuré ne dépasse pas trois degrés au cours de l'essai. La pièce elle-même est climatisée à  $20^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ .

Les essais ont été réalisés à vitesse de déplacement imposée. La déformation longitudinale de l'éprouvette est également suivie par un extensomètre de marque EPSILON positionné sur un système de report d'extensométrie comprenant deux tiges d'alumine en appui sur le fût de l'éprouvette. La déformation maximale enregistrable avec l'extensomètre est de 20%. Les données concernant des déformations supérieures à 20% sont donc obtenues par l'intermédiaire de la position de la traverse, moyennant bien sûr une correction liée à la raideur de la machine. Le module de Young imposé pour cette correction est de 150 GPa (voir RCC-MR 1993).

La contrainte vraie ( $F/S$ ) est calculée à partir de la contrainte conventionnelle ( $F/S_0$ ) en supposant la déformation plastique isovolumique ( $S/S_0 = l_0/l$ ). Ce calcul comme celui de la déformation vraie  $\ln(l/l_0)$  est réalisé après avoir retranché à  $l/l_0$  la partie élastique  $F/S_0E$ . Les courbes de traction présentées dans cette partie sont tronquées pour ne faire apparaître que les déformations homogènes (allongement inférieur à l'allongement réparti).

#### III.1.1.2 Effet de l'écrouissage par laminage

La Figure 88 présente les courbes de traction obtenues pour l'acier 316H à l'état hypere trempé et à l'état écroui. L'effet de vitesse entre  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  est très faible. L'état hypere trempé montre, conformément aux données bibliographiques, une limite d'élasticité relativement faible et une forte capacité d'écrouissage. Comme on pouvait s'y attendre, l'état écroui présente, en revanche, une limite d'élasticité élevée et une relativement faible capacité d'écrouissage résiduelle. L'allongement réparti mesuré sur l'état écroui est par conséquent bien plus faible que celui de l'état hypere trempé.

Les courbes de traction obtenues sur l'acier 316L(N) sont présentées sur la Figure 89. Elles sont tout à fait similaires à celles de l'acier 316H et n'amènent pas de remarques supplémentaires.

L'état écroui a été obtenu par laminage entre  $400^{\circ}\text{C}$  et  $600^{\circ}\text{C}$  avec un taux de réduction d'épaisseur de 15.5% environ (cf. § II.3.1). En supposant que le laminage s'effectue en déformation plane on peut calculer le rapport entre la déformation équivalente de Von Mises moyenne et le taux de réduction d'épaisseur: il vaut  $2/\sqrt{3}$ . Selon cette hypothèse, l'écrouissage par laminage correspondrait donc à une déformation équivalente de 17.9%. On a tracé sur la Figure 90 la courbe de l'état hypere trempé et celle de l'état écroui décalée

de cette déformation équivalente correspondant au laminage. On constate que les courbes se superposent approximativement. L'écart entre les courbes résulte certainement des différences de température et de direction entre la déformation de laminage et la déformation en traction.

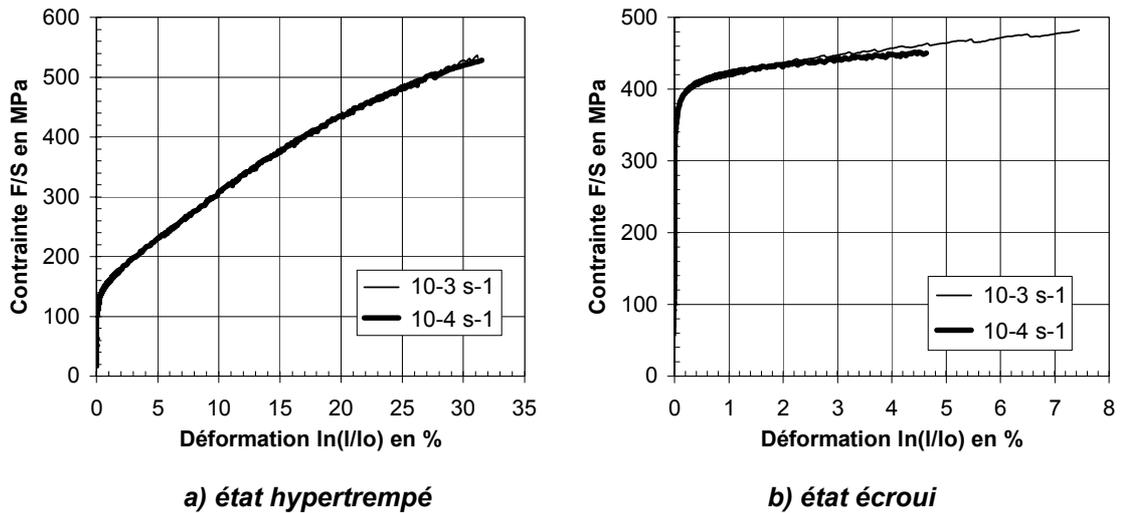


Figure 88 : Courbes de traction de l'acier **316H** à 600°C pour des vitesses de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , éprouvettes prélevées au quart épaisseur des coupons dans le sens long

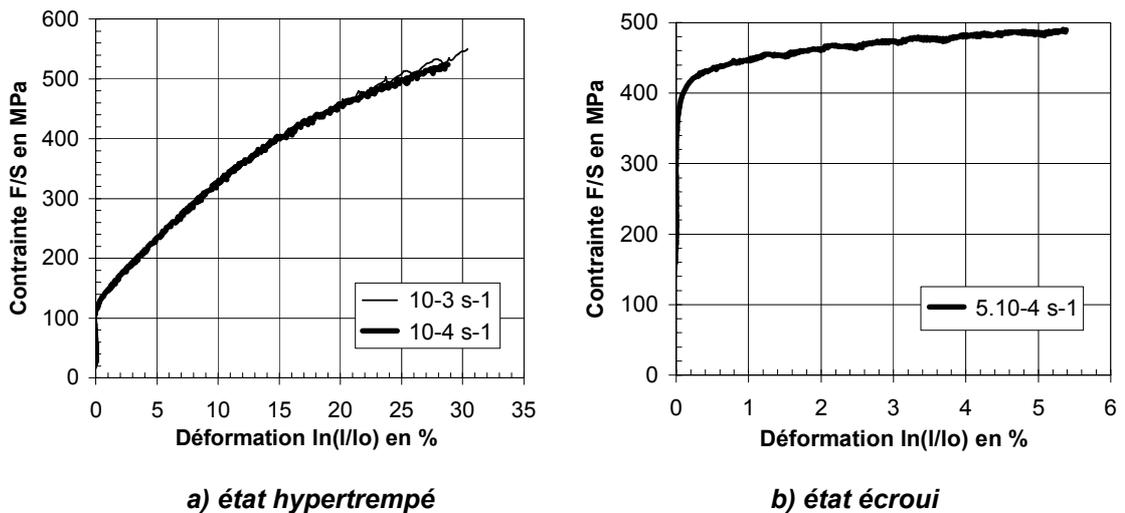


Figure 89 : Courbes de traction de l'acier **316L(N)** à 600°C pour des vitesses de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ,  $5.10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , éprouvettes prélevées au quart épaisseur des coupons dans le sens travers

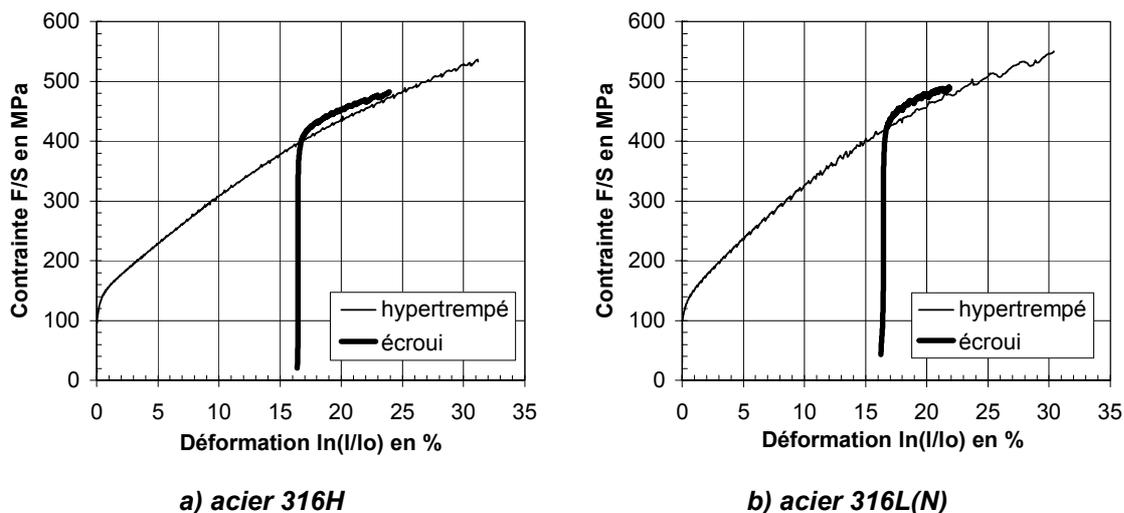


Figure 90 : Courbes de traction des aciers 316H et 316L(N) à 600°C, vitesses de déformation de  $10^{-3} s^{-1}$  et  $5.10^{-4} s^{-1}$

On a également réalisé à 600°C sur l'acier 316L(N) un essai de traction interrompu à 17.9% de déformation plastique. La décharge rapide de l'éprouvette a été suivie d'un maintien à charge nulle pendant 1h30. Nous n'avons pas pu faire l'acquisition de la déformation pendant la phase de décharge, cependant nous avons suivi la déformation pendant toute la durée du maintien à charge nulle (Figure 91). Nous avons alors constaté que l'éprouvette s'est contractée progressivement selon la loi suivante :

$$\varepsilon = -0.48(1 - \exp(-t/28.5)) \text{ avec } \varepsilon \text{ en } \% \text{ et } t \text{ en minutes}$$

Une partie importante de l'écrouissage de cet acier à 600°C est donc de nature cinématique. Il est même fort probable que l'éprouvette se soit contractée de manière plastique lors de la décharge. En effet, lors de la remontée en charge pratiquée après le maintien sous charge nulle, la plasticité s'est développée pour une contrainte inférieure de 30 MPa à la contrainte atteinte lors du premier chargement (voir Figure 92).

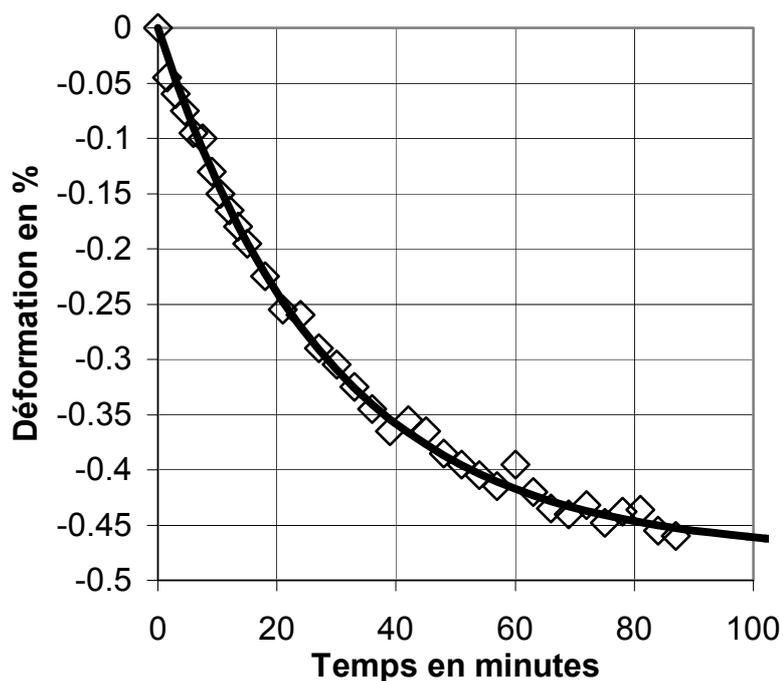


Figure 91 : Fluage négatif sous charge nulle après écouissage de 17.9% en traction à 600°C de l'acier **316L(N)**, vitesse de déformation  $10^{-4} s^{-1}$

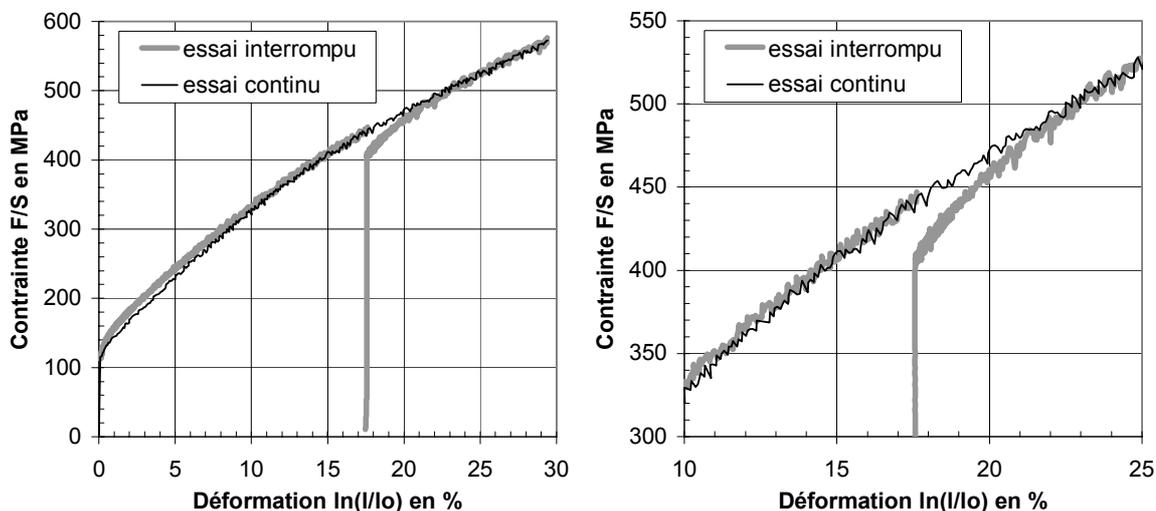


Figure 92 : Courbes de traction à 600°C de l'acier **316L(N)** à l'état hyperefforté, vitesse de déformation  $10^{-4} s^{-1}$ , essai continu et essai interrompu à 17.9% de déformation plastique, éprouvettes prélevées au quart épaisseur des coupons dans le sens travers

III.1.1.3 Effet de la vitesse de déformation

On a vu au paragraphe précédent que l'acier 316H ne présente pas d'effet de vitesse en traction à 600°C entre les vitesses de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . La Figure 93a montre que pour des déformations plastiques comprises entre 5% et 15%, il existe un effet de vitesse inverse entre  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $3.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Cet effet est certainement lié aux interactions entre dislocations et solutés mobiles. Les oscillations périodiques de la charge en cours d'essai, révélatrices du phénomène Portevin-Le Chatelier (dit PLC, voir § VIII.3.1) sont présentes à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  mais pas à  $3.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ .

Pour l'acier 316H à 600°C, le phénomène PLC se manifeste pour l'état écroui aux mêmes vitesses de déformation que pour l'état hyperecroui. L'écrouissage ne modifie apparemment pas la vitesse de déformation critique séparant le domaine PLC et le domaine de traînage des solutés par les dislocations.

Les résultats obtenus sur l'acier 316L(N) (Figure 94) ne présentent pas de différence notable avec ceux obtenus sur l'acier 316H.

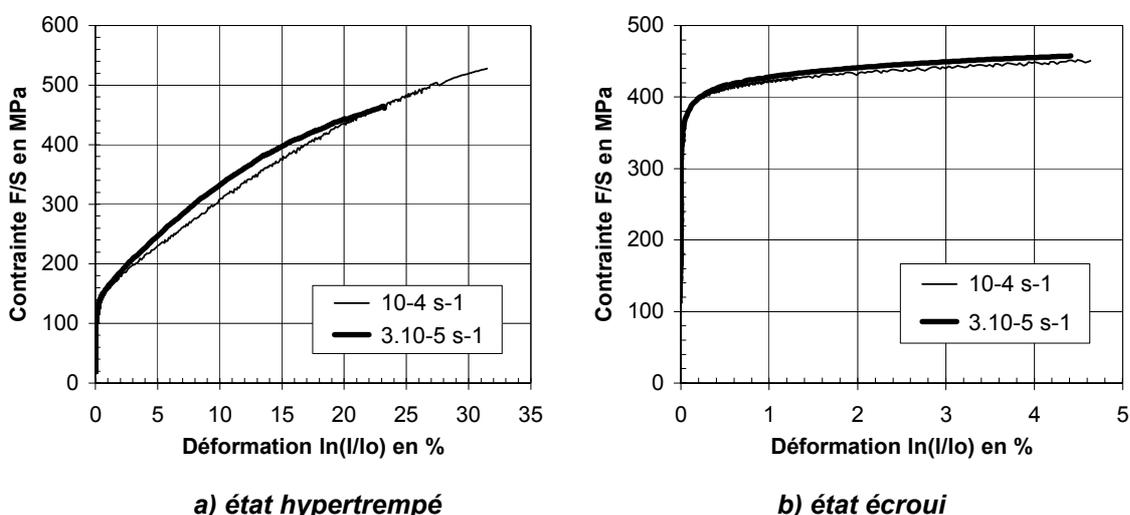


Figure 93 : Courbes de traction de l'acier 316H à 600°C pour des vitesses de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $3.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , éprouvettes prélevées au quart épaisseur des coupons dans le sens long

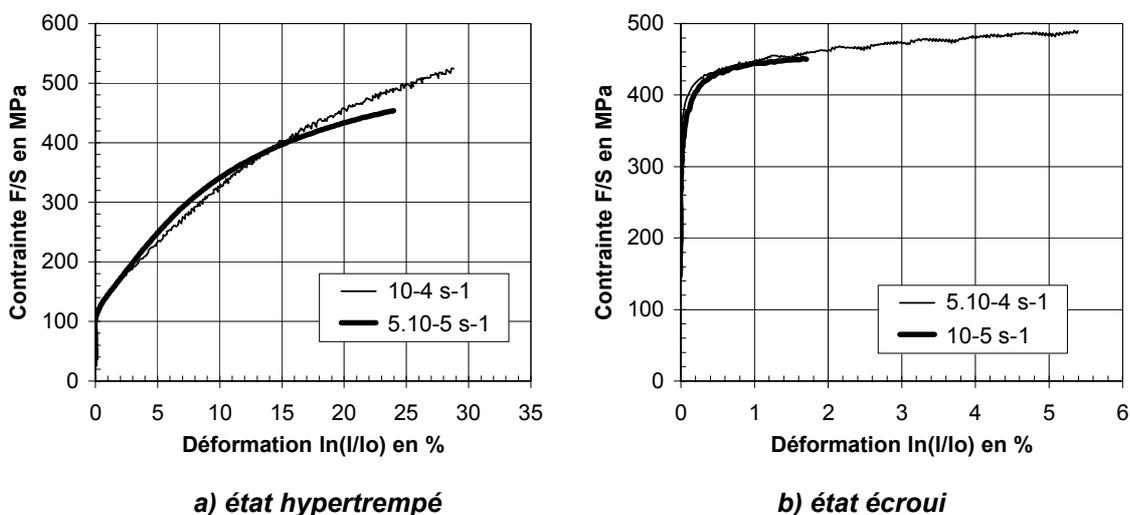


Figure 94 : Courbes de traction de l'acier 316L(N) à 600°C pour des vitesses de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ,  $5.10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , éprouvettes prélevées au quart épaisseur des coupons dans le sens travers

**III.1.1.4 Effet du lieu et du sens de prélèvement des éprouvettes**

L'effet du lieu de prélèvement (quart ou mi épaisseur de la tôle) est pratiquement inexistant dans le cas de l'acier 316L(N) à l'état hyperecroui (Figure 95a). La Figure 95b montre que dans le cas de l'acier 316L(N) à l'état écroui, l'effet du lieu de prélèvement est plus important. En comparaison de l'éprouvette prélevée au quart épaisseur, l'éprouvette prélevée à mi-épaisseur possède une limite d'élasticité plus faible ainsi qu'une plus forte capacité d'écrouissage et donc un allongement réparti plus important. Autrement dit, l'état laminé est plus écroui au quart épaisseur qu'à mi épaisseur. Cette remarque est cohérente avec les mesures de dureté réalisées après laminage (voir Figure 79, page 96).

Le sens de prélèvement (travers ou long) des éprouvettes en acier 316L(N) à l'état hyperecroui n'influence pas le comportement mesuré en traction (Figure 96a). La texture cristallographique de cet état n'est donc pas suffisamment prononcée pour conduire à une anisotropie du comportement mécanique. En revanche, l'état écroui est légèrement plus résistant dans le sens long que dans le sens travers (Figure 96b). La déformation de laminage induit donc une légère anisotropie de comportement.

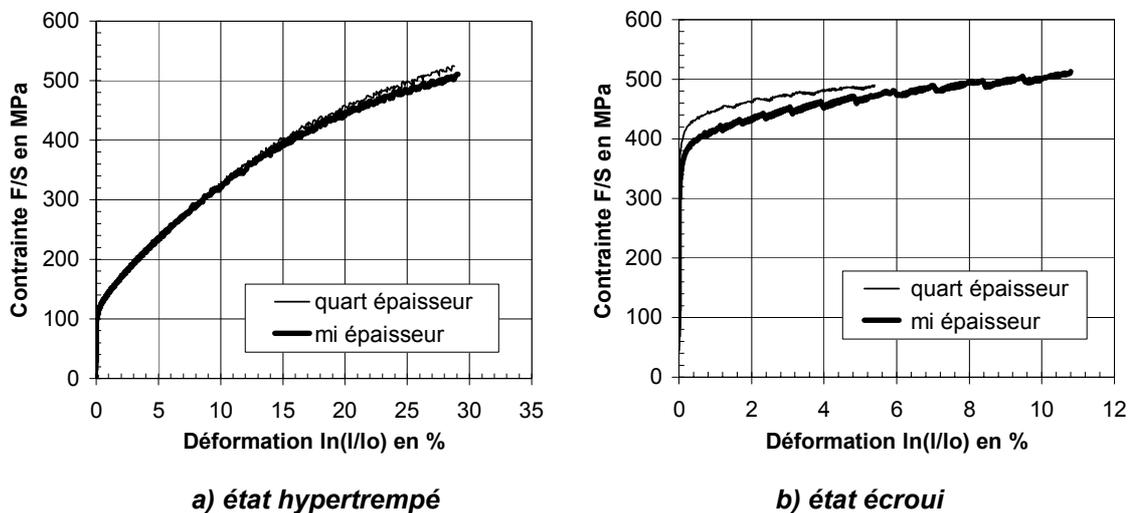


Figure 95 : Courbes de traction de l'acier 316L(N) à 600°C, vitesse de  $5.10^{-4} s^{-1}$ , éprouvettes prélevées dans le sens travers au quart épaisseur ou à mi épaisseur des coupons

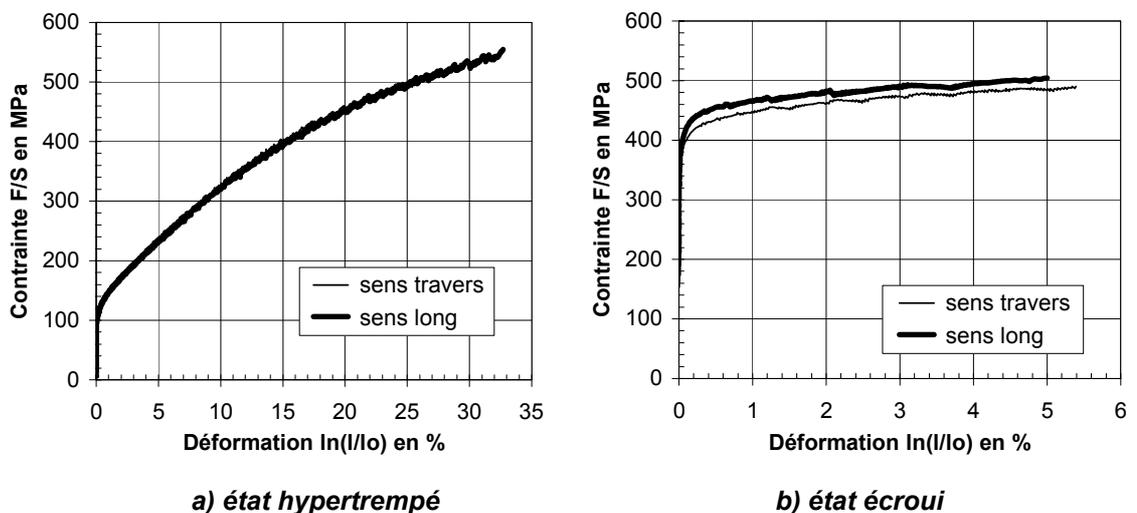


Figure 96 : Courbes de traction de l'acier 316L(N) à 600°C, vitesses de  $5.10^{-4} s^{-1}$ , éprouvettes prélevées au quart épaisseur des coupons dans le sens travers ou dans le sens long

### III.1.1.5 Comparaison entre les différents aciers

La Figure 97 montre que les courbes de traction à 600°C des différents aciers étudiés à l'état hyperefforté ainsi qu'à l'état efforté sont relativement proches. L'acier 316L(N) est tout de même plus résistant que l'acier 316H qui est lui-même plus résistant que l'acier 316L. Rappelons que pour les trois aciers, la dureté de l'état efforté est d'environ 230 HV<sub>30</sub> et celle de l'état hyperefforté de 135 HV<sub>30</sub>.

Comme les mesures de dureté réalisées sur l'acier 316L à l'état efforté ont montré un certain adoucissement avec la durée de vieillissement à 600°C (cf. § II.3.3), un essai de traction a été mené sur cet acier après avoir maintenu l'éprouvette 2 heures dans le four à 600°C. Conformément à ce qu'on attendait, la Figure 98 montre que la limite d'élasticité chute rapidement à cette température.

L'effet PLC se manifeste indépendamment de l'acier et de l'état d'efforté testé. Cet effet disparaît lorsque la vitesse de déformation devient inférieure ou égale à  $3.10^{-5} s^{-1}$ .

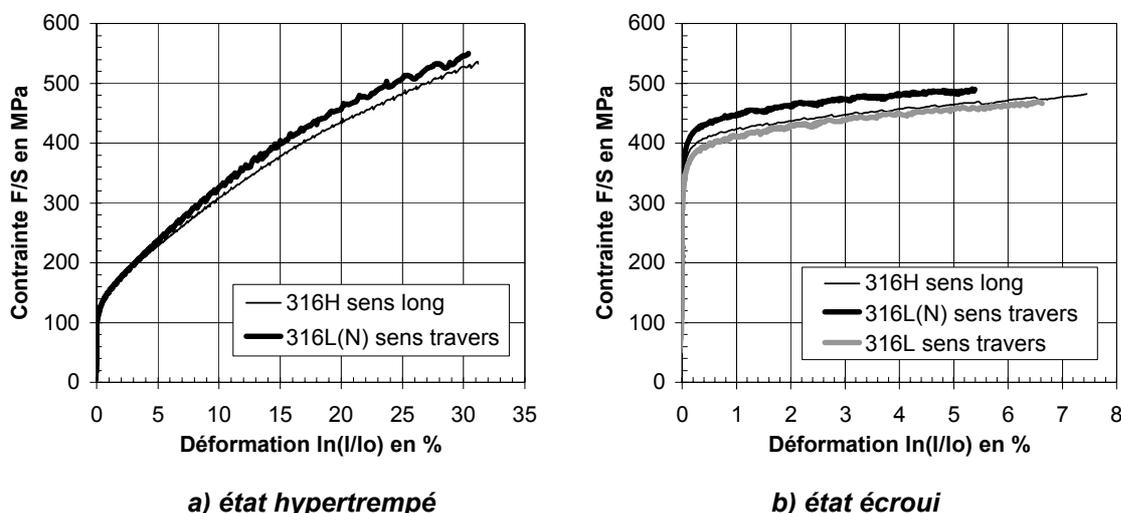


Figure 97 : Courbes de traction des aciers 316H, 316L(N) et 316L à 600°C, vitesses de déformation de  $10^{-3} s^{-1}$  et de  $5.10^{-4} s^{-1}$ , éprouvettes prélevées au quart épaisseur des coupons

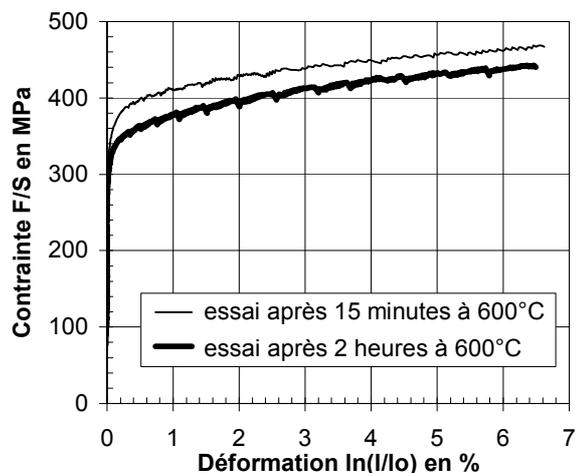


Figure 98 : Courbes de traction à 600°C de l'acier 316L à l'état efforté, vitesse de déformation de  $5.10^{-4} s^{-1}$ , éprouvettes prélevées à mi-épaisseur des coupons dans le sens travers

### III.1.2 Essais de fluage sur éprouvettes lisses

#### III.1.2.1 Conditions expérimentales et remarques préliminaires

Les essais de fluage sur éprouvettes lisses ont été réalisés au SRMA sur des machines à poids mort ADAMEL type TR. Il s'agit donc d'essais à effort constant et non à contrainte constante. Les fours à résistance comportent trois zones. Trois thermocouples sont attachés au fût de l'éprouvette et permettent de vérifier que le gradient de température le long de l'éprouvette est inférieur à 3°C. La puissance de chauffage est réglée à l'aide d'un contrôleur EURO THERM par rapport à un quatrième thermocouple solidaire du four. Les salles contenant les machines de fluage sont climatisées à 20°C. L'allongement des éprouvettes est mesurée par l'intermédiaire d'un extensomètre prenant appui dans les trous usinés dans les têtes des éprouvettes (voir plan page 306). Les capteurs capacitifs d'allongement ont une précision de l'ordre de 0.3 µm. Leur stabilité dans le temps est vérifiée périodiquement. La mise en charge s'effectue à l'aide d'une manivelle permettant une montée en charge progressive d'une durée variant entre une et deux minutes. Le temps entre la mise en chauffe du four et la mise en charge de l'essai est compris entre quatre et cinq heures.

Les éprouvettes lisses testées en fluage ont été prélevées au quart épaisseur dans le sens travers pour les aciers 316L et 316L(N) et au quart épaisseur dans le sens long pour l'acier 316H.

La dispersion observée pour une même contrainte nominale en termes de vitesse de déformation secondaire ainsi qu'en termes de temps à rupture est d'environ un facteur 2. Cette dispersion s'explique avant tout par la forte sensibilité de la vitesse de fluage à la température (énergie d'activation de l'ordre de 300 kJ/mol).

Les essais de fluage sur éprouvettes lisses en acier 316L à l'état hypere trempé que nous présentons ici n'ont pas été réalisés dans le cadre de la présente thèse mais sont issus du document n°4 du groupe de travail « matériaux » (référence CEA : D.tech RMA/GMM, 74, 1969). Ces essais n'ont pas été réalisés sur la même tôle que l'acier 316L de la thèse. La composition chimique des deux coulées est cependant très voisine et correspond aux mêmes spécifications VIRGO 14 SSB.

#### III.1.2.2 Mise en charge

Les contraintes auxquelles ont été effectués les essais sont choisies de telle sorte que la durée des essais soit comprise entre 10 et 10000 heures (ce qui correspond à des vitesses de déformation en stade secondaire comprises entre  $10^{-10} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$  environ). Il se trouve que ces contraintes sont inférieures à la limite d'élasticité des aciers à l'état écroui. La mise en charge des essais réalisés sur cet état est donc purement élastique. En revanche, ces contraintes sont nettement supérieures à la limite d'élasticité des aciers à l'état hypere trempé. La mise en charge des essais réalisés sur cet état conduit donc à une déformation plastique importante (entre 5% et 10%). La Figure 99 montre que les courbes de mise en charge des essais de fluage sur l'acier 316L(N) à l'état hypere trempé correspondent bien aux courbes de traction à vitesse élevée ( $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ). On retiendra que l'état hypere trempé est en réalité écroui lors de la mise en charge des essais de fluage. Le niveau d'écrouissage en question augmente bien sûr avec la contrainte appliquée. La contrainte nominale représente le rapport de la force appliquée à la section initiale de l'éprouvette ( $F/S_0$ ), elle ne tient donc pas compte de la déformation de mise en charge.

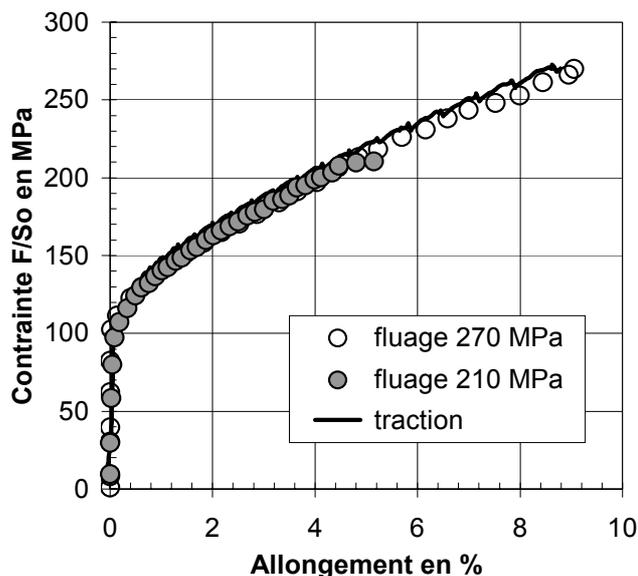


Figure 99 : Courbes de mise en charge d'essais de fluage et courbe de traction à 600°C de l'acier 316L(N) à l'état hypereffé, vitesse de déformation de l'ordre de  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , éprouvettes prélevées au quart épaisseur dans le sens travers

### III.1.2.3 Effet de l'érouissage par laminage

Comme on peut le voir sur la Figure 100 la vitesse de déformation de l'acier 316L(N) en stade secondaire de fluage est très fortement diminuée par l'érouissage. Pour une contrainte nominale donnée, plus de deux ordres de grandeur séparent les vitesses de déformation secondaire de l'état éroui et de l'état hypereffé. La Figure 101 montre que les aciers 316H et 316L présentent un effet d'érouissage sur la vitesse de déformation tout à fait similaire à celui de l'acier 316L(N).

Le Tableau 19 montre que l'effet de l'érouissage sur la sensibilité de la vitesse de déformation à la contrainte n'est pas très marqué. Les valeurs des coefficients  $n$  mesurés sont de l'ordre de 18 aussi bien pour l'état hypereffé que pour l'état éroui. Ces valeurs élevées ne sont pas inhabituelles pour ce type d'acier à 600°C dans ce domaine de contraintes (Deleury 1980). On a vu dans la partie Bibliographie (§ I.3.1.1) que la valeur de ce coefficient augmente avec la vitesse de déformation concernée, ce qui a d'ailleurs amené certains auteurs à proposer des lois en sinus hyperbolique plutôt que des lois puissance. La Figure 102 semble indiquer que les essais que nous avons réalisés sur l'acier 316L(N) à l'état hypereffé suivent cette tendance.

Les résultats de fluage à 600°C présentés ici ont été obtenus sur des aciers 316 érouis par laminage entre 400°C et 600°C. Les études citées dans la partie Bibliographie portant sur l'effet de l'érouissage à température ambiante sur le fluage vers 600°C montrent que l'érouissage renforce considérablement la résistance à la déformation de fluage. D'après nos résultats, l'augmentation de la température d'érouissage ne modifie donc pas la tendance. De même, l'étude de Wilshire et Willis (2001) portant sur le fluage à 575°C d'un acier 316H éroui par traction à température ambiante indique que l'érouissage réduit la déformation de fin de stade primaire. Les essais que nous avons réalisés montrent une tendance similaire (voir Tableau 20).

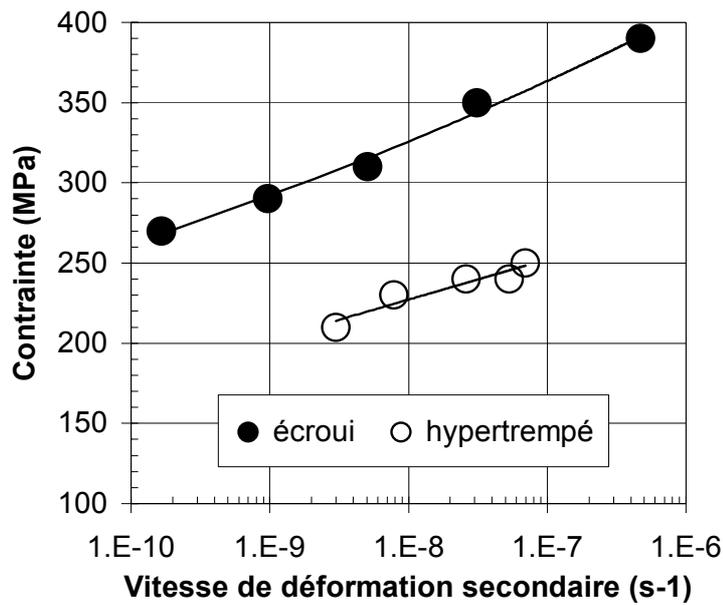
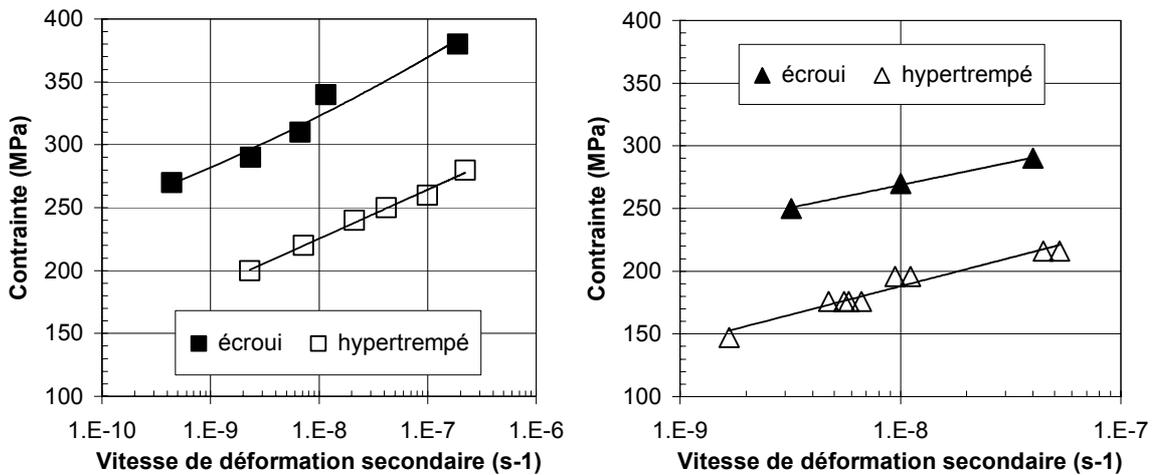


Figure 100 : Vitesse de déformation en stade secondaire de fluage à 600°C en fonction de la contrainte nominale appliquée, acier 316L(N) à l'état écroui et à l'état hypertrempé



a) acier 316H

b) acier 316L

Figure 101 : Vitesse de déformation en stade secondaire de fluage à 600°C en fonction de la contrainte nominale appliquée, aciers 316H et 316L à l'état écroui et à l'état hypertrempé

	316L(N)	316H	316L
Etat hypertrempé	21	14	21
Etat écroui	21	17	17
$\dot{\epsilon}_s = A \sigma^n$			

Tableau 19 : Coefficient n apparent des lois de fluage secondaires à 600°C des aciers 316L(N), 316H et 316L à l'état hypertrempé et à l'état écroui, lois calculées avec la contrainte nominale de fluage

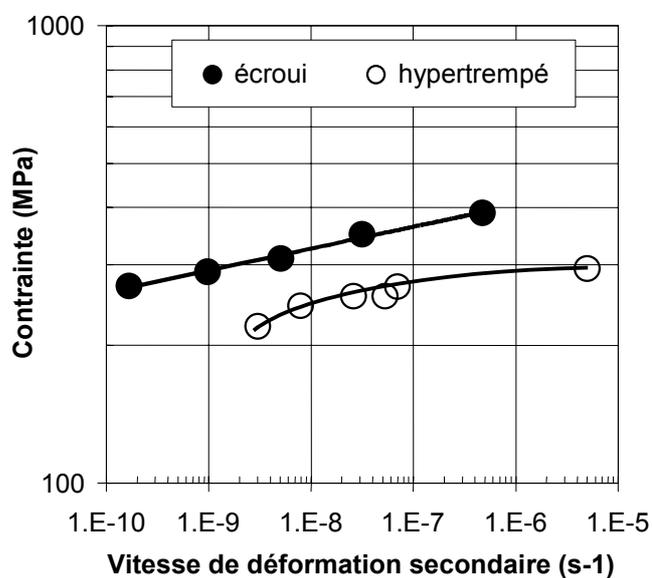


Figure 102 : Vitesse de déformation en stade secondaire de fluage à 600°C en fonction de la contrainte appliquée (contrainte nominale augmentée par la déformation de mise en charge), acier 316L(N) à l'état écroui et à l'état hypertrempé

	316L(N)	316H	316L
Etat hypertrempé	2.7	1.7	-
Etat écroui	0.3	0.3	0.3

Tableau 20 : Allongement moyen (en %) en fin de stade primaire de fluage à 600°C, aciers 316H, 316L(N) et 316L à l'état écroui et à l'état hypertrempé, l'allongement de mise en charge n'est pas pris en compte

### III.1.2.4 Comparaison des différents aciers

La Figure 103 compare la résistance à la déformation de fluage des différents aciers 316 testés. A l'état hypertrempé comme à l'état écroui, les aciers 316H et 316L(N) possèdent des comportements en fluage relativement proches. L'acier 316L quant à lui est bien moins résistant que ceux-ci. Sa dureté à l'état hypertrempé et à l'état écroui est cependant identique à celle des deux autres aciers (cf. II.3.2.2), et son comportement en traction à 600°C à l'état écroui est très proche de celui de l'acier 316H (cf. Figure 97). Pour les essais les plus longs, il semble que l'acier 316L(N) soit légèrement plus résistant que l'acier 316H.

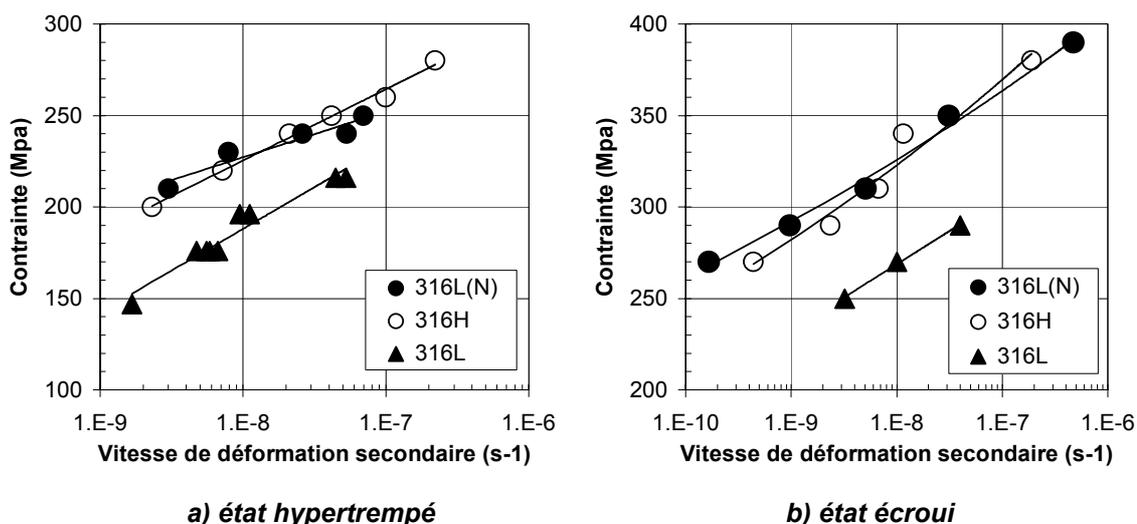


Figure 103 : Vitesse de déformation en stade secondaire de fluage à 600°C en fonction de la contrainte nominale appliquée, aciers 316L(N), 316H et 316L à l'état hypertrempé et à l'état écroui

### III.1.3 Essais de relaxation sur éprouvettes lisses

#### III.1.3.1 Conditions expérimentales et remarques préliminaires

Seul l'acier 316L(N) a été testé en relaxation sur éprouvettes lisses. Les éprouvettes ont été prélevées en sens travers, à mi épaisseur des coupons écrouis ou hypertrempés. La longueur utile des éprouvettes est de 30 mm. La machine électromécanique utilisée pour les essais de relaxation est de marque MAYES modèle ESM 100. Lors de ces essais, l'asservissement est effectué sur le signal moyen fourni par deux capteurs de déplacement de type capacitif reliés à un système d'extensométrie particulièrement rigide qui se fixe au niveau des collerettes usinées sur les éprouvettes (cf. plan en **Annexe D**). Avant de procéder à l'essai proprement dit, on effectue en asservissant la machine sur le signal de la cellule de force quelques cycles de charge et de décharge (à une contrainte maximale inférieure à 50 MPa). Cette étape permet d'assurer la bonne stabilité ultérieure du positionnement de l'extensomètre.

Trois thermocouples permettent de vérifier que le gradient de température mesuré ne dépasse pas un degré. La température réelle est donc de  $600^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ . La pièce est climatisée à  $20^{\circ}\text{C}$ .

La mise en charge des essais s'effectue à vitesse de déformation constante ( $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ,  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  ou  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$ ) jusqu'à ce qu'on atteigne un niveau de déformation donné. La déformation est alors maintenue constante. Les variations sur la mesure du déplacement pendant la phase de relaxation sont de plus ou moins  $0.5 \mu\text{m}$ . En réalisant dix acquisitions par seconde en fin de mise en charge et en début de relaxation, on a pu mettre en évidence l'existence d'un « overshoot » de  $1.5 \mu\text{m}$  et d'une durée de  $0.4 \text{ s}$  environ lorsque la vitesse de mise en charge la plus élevée ( $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) est utilisée. L'overshoot ne dépasse pas  $0.5 \mu\text{m}$  dans le cas des vitesses de mise en charge plus faibles.

A chaque condition d'essai donnée (vitesse de mise en charge et niveau de déformation atteint) correspond une éprouvette. Après 96 heures de relaxation, chaque éprouvette est déchargée jusqu'à 50 MPa puis testée à nouveau dans des conditions identiques mais pendant 24 heures uniquement. Seules les premières relaxations sont décrites dans ce paragraphe; les données correspondant aux deuxièmes relaxations se trouvent en **Annexe E**, avec l'ensemble des tableaux de résultats des essais mécaniques.

#### III.1.3.2 Mises en charge

On a réalisé des essais à 0.6% de déformation plastique pour l'état hypertrempé comme pour l'état écroui. Etant donnée la différence de limite d'élasticité entre ces deux états, la contrainte atteinte en fin de mise en charge est très différente, comme on peut le constater sur la Figure 104. Cette figure confirme la présence de l'effet Portevin-Le Chatelier (PLC) pour une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , et son absence à pour les vitesses inférieures ou égales à  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . L'effet de vitesse négatif entre  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  est lui aussi confirmé. La Figure 104 indique également que l'effet de vitesse redevient positif entre  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$ .

Après les 96 heures de relaxation, les éprouvettes sont déchargées puis déformées à nouveau jusqu'à 0.6% de déformation. On peut comparer alors les courbes de remontée en charge de la Figure 105 et les courbes de mise en charge initiales (Figure 104). En ce qui concerne l'état hypertrempé, on constate que l'effet PLC se manifeste après la relaxation pour une vitesse de  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , contrairement au cas de la mise en charge initiale. On peut remarquer aussi qu'en ce qui concerne l'état hypertrempé, la plasticité débute lors du rechargement au niveau de contrainte atteint à la fin de la mise en charge initiale. En revanche, en ce qui concerne l'état écroui, la plasticité débute lors du rechargement à un niveau de contrainte légèrement inférieur à celui atteint à la fin de la mise en charge initiale.

Les modules d'Young mesurés lors de la mise en charge des essais de relaxation varient entre 130 et 140 GPa, ce qui est légèrement inférieur aux valeurs de la littérature (RCC-MR 1993).

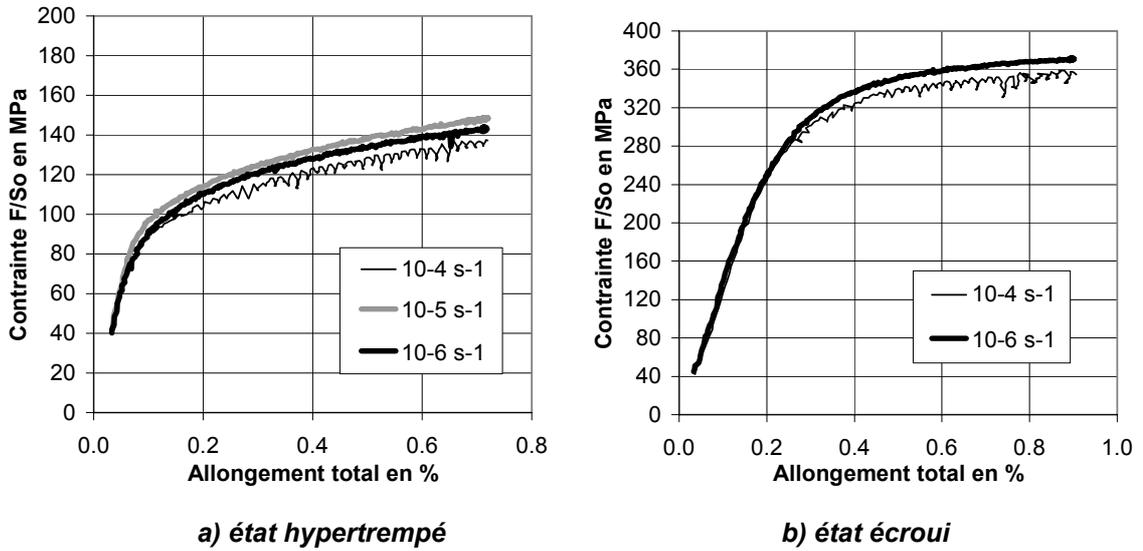


Figure 104 : Courbes de mise en charge des essais de relaxation réalisés sur l'acier **316L(N)** à 600°C à l'état hypertrempé et à l'état écroui, 0.6% de déformation plastique imposée à la vitesses de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ,  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  ou de  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$

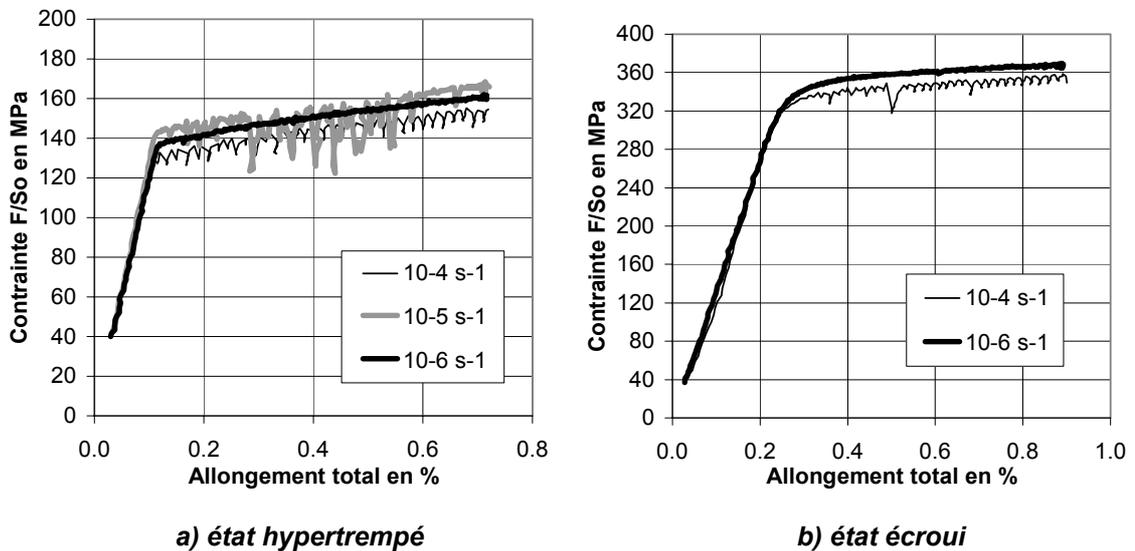


Figure 105 : Courbes de remontée en charge de l'acier **316L(N)** à 600°C après 96 heures de relaxation, à l'état hypertrempé et à l'état écroui, 0.6% de déformation plastique imposée à la vitesse de déformation  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ,  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  ou  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$

### III.1.3.3 Relaxation

Les courbes de relaxation obtenues pour une déformation plastique imposée à la mise en charge de 0.6% sont présentées en échelle linéaire sur la Figure 106, et en échelle logarithmique sur la Figure 107. La Figure 108 présente, pour les mêmes essais, l'évolution en fonction du temps du rapport entre la contrainte et la contrainte initiale. Ces figures montrent que le comportement en relaxation de l'acier 316L(N) à l'état hypertympé comme à l'état écroui dépend relativement peu de la vitesse de mise en charge. Par ailleurs, le taux de relaxation de l'état écroui après 96 heures d'essai n'est que peu supérieur à celui de l'état hypertympé (35% contre 28%), alors que la contrainte initiale est environ deux fois plus élevée pour les essais sur l'état écroui que sur l'état hypertympé.

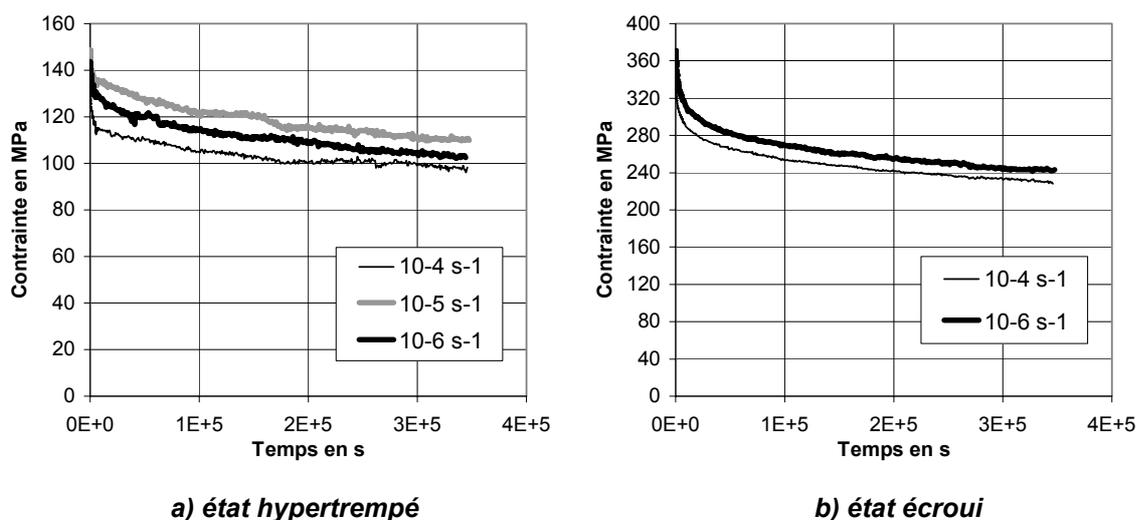


Figure 106 : Courbes de relaxation de la contrainte en fonction du temps (échelle linéaire) de l'acier 316L(N) à 600°C, état hypertympé et état écroui, pour 0.6% de déformation plastique imposée à la mise en charge à une vitesse de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ,  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$

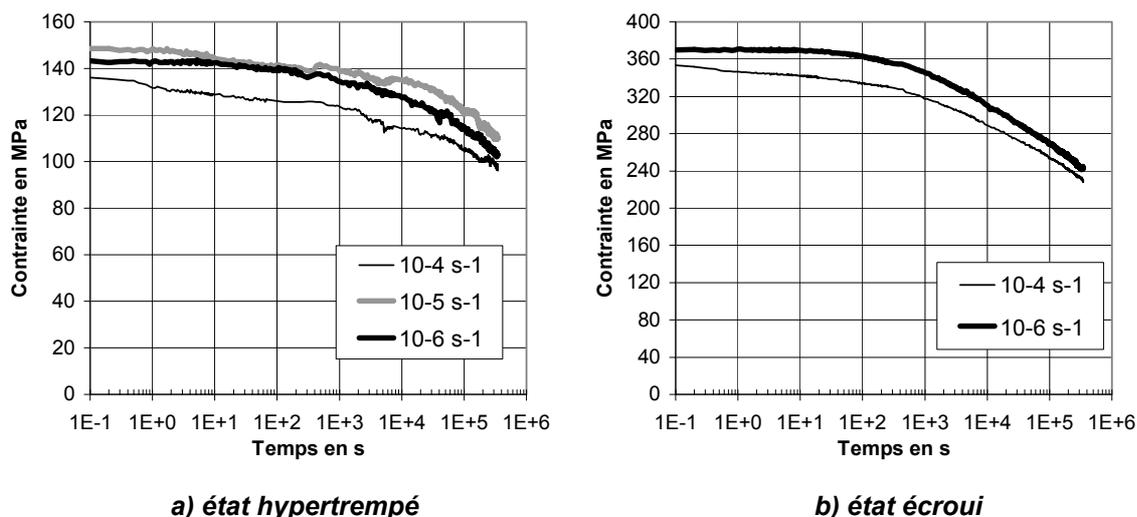


Figure 107 : Courbes de relaxation de la contrainte en fonction du temps (échelle logarithmique) de l'acier 316L(N) à 600°C, état hypertympé et état écroui, pour 0.6% de déformation plastique imposée à la mise en charge à une vitesse de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ,  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$

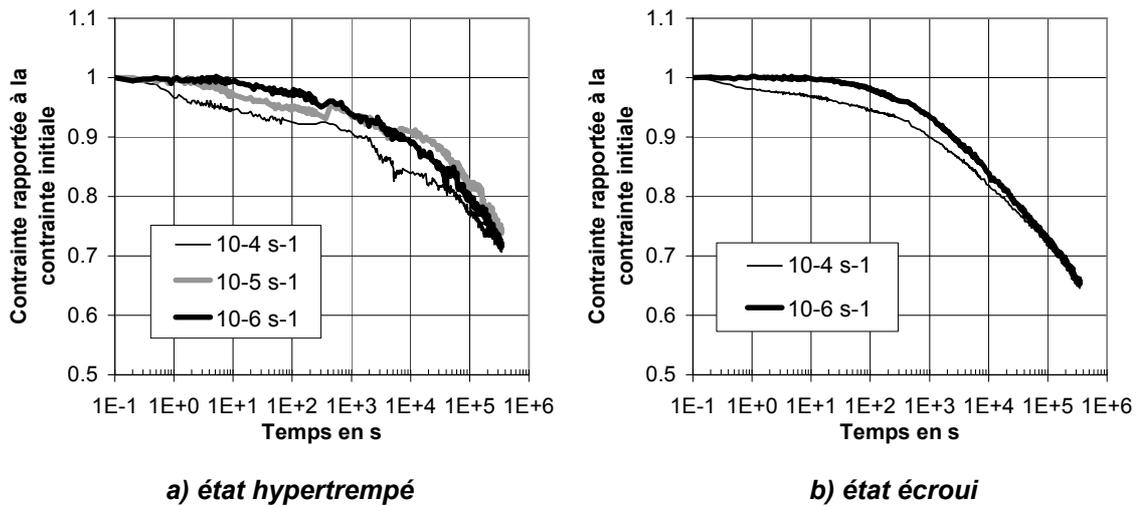


Figure 108 : Courbes de relaxation de la contraite rapportée à la contraite initiale en fonction du temps (échelle logarithmique) de l'acier **316L(N)** à 600°C, état hypertrempé et état écroui, pour 0.6% de déformation plastique imposée à la mise en charge à une vitesse de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ,  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$

Pour comparer le comportement en relaxation de l'acier 316L(N) à l'état écroui avec celui de l'état hypertrempé, on a également réalisé des essais à même contraite initiale pour les deux états. Dans ce cas, la déformation imposée diffère fortement entre les deux états. On a choisi une déformation plastique de 6% pour l'état hypertrempé, ce qui correspond à une contraite d'environ 270 MPa (la vitesse de mise en charge étant de  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ). La déformation de l'état écroui correspondant à cette contraite est donc purement élastique et vaut environ 0.2%. La Figure 109 présente les résultats obtenus lors de ces essais. L'allure des courbes est peu modifiée par l'écroissage, cependant le taux de relaxation après 96 heures de relaxation est moins élevé pour l'état écroui (30%) que pour l'état hypertrempé (40%).

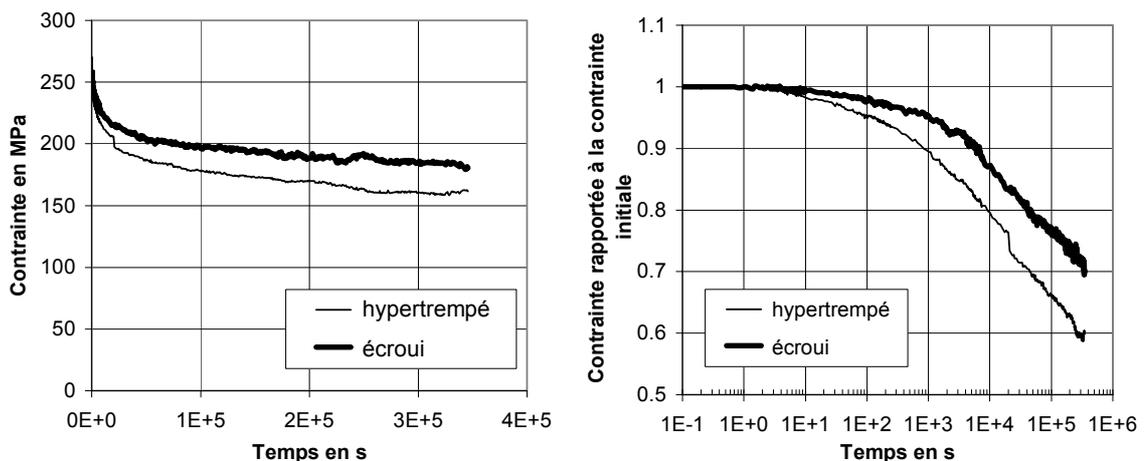


Figure 109 : Courbes de relaxation de l'acier **316L(N)** à 600°C pour des déformations imposée à la mise en charge de 6% plastique pour l'état hypertrempé (270 MPa) et de 0.2% élastique pour l'état écroui (260MPa), vitesse de déformation lors de la mise en charge de  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$

Lors de la phase de relaxation, la déformation totale de l'éprouvette ( $\epsilon_{TOT}$ ) est maintenue constante, en décomposant la déformation totale en une partie élastique ( $\epsilon_{EL}$ ) et une partie viscoplastique ( $\epsilon_{VP}$ ) on obtient alors l'équation suivante :

$$\dot{\epsilon}_{TOT} = \dot{\epsilon}_{EL} + \dot{\epsilon}_{VP} = 0 \quad \text{soit} \quad \dot{\epsilon}_{VP} = -\frac{\dot{\sigma}}{E}$$

Dans l'objectif de calculer cette vitesse de déformation plastique en fonction du temps de relaxation (t), on a réalisé un lissage des données expérimentales selon la formule suivante :

$$\sigma(t) = \sigma_{\infty} + (\sigma_0 - \sigma_{\infty}) \exp(-A t^B)$$

D'où l'on tire :

$$\dot{\epsilon}_{VP} = \frac{AB}{E} (\sigma_0 - \sigma_{\infty}) t^{B-1} \exp(-A t^B)$$

Les valeurs des coefficients A, B,  $\sigma_0$  et  $\sigma_{\infty}$  identifiées sur chaque essai se trouvent en **Annexe E** avec l'ensemble des résultats des essais mécaniques réalisés.

La Figure 110 présente l'évolution de la vitesse de déformation plastique pendant les essais de relaxation à 0.6% de déformation imposée. Cette figure appelle plusieurs remarques :

- La vitesse de déformation viscoplastique en tout début de relaxation est toujours voisine de la vitesse de déformation de mise en charge, ce qui est cohérent avec l'hypothèse de continuité de la vitesse des dislocations (Blanc 1986)
- La vitesse de déformation viscoplastique diminue rapidement au cours de la relaxation et atteint rapidement des valeurs très faibles
- Deux régimes de déformation semblent apparaître : un régime de vitesse élevée où la contrainte évolue peu avec la vitesse de déformation et un régime faible vitesse où la contrainte évolue plus fortement avec la vitesse de déformation.

En ce qui concerne l'état hyperefflué, des résultats similaires avaient été obtenus à 600°C sur un acier 316L(N) par Blanc (1986). La vitesse de déformation séparant les deux régimes de déformation observés par cet auteur était environ  $3.10^{-8} s^{-1}$ . Les résultats que nous obtenons sur l'état écroui indiquent plutôt une transition aux alentours de  $2.10^{-7} s^{-1}$ .

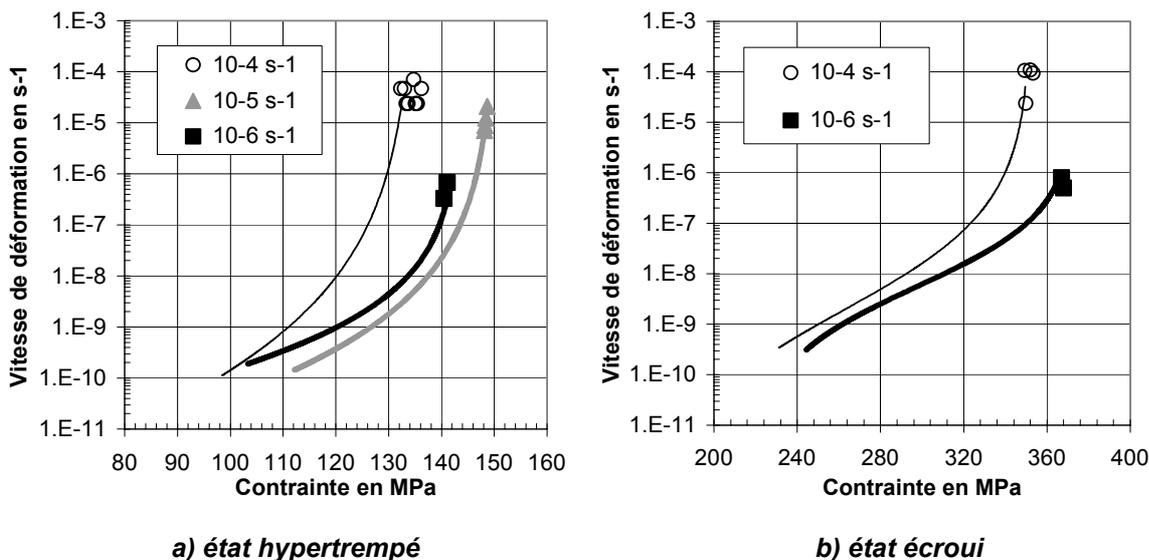


Figure 110 : Vitesse de déformation viscoplastique en fonction de la contrainte lors d'essais de relaxation sur l'acier **316L(N)** à 600°C, déformation plastique imposée à la mise en charge de 0.6% à la vitesse de déformation de  $10^{-4} s^{-1}$ ,  $10^{-5} s^{-1}$  ou  $10^{-6} s^{-1}$

Sur la Figure 111, on a placé les points correspondants aux fluage secondaire dans le même diagramme que les données de relaxation. La comparaison n'est bien sûr pas véritablement valide car la relaxation s'apparente davantage au stade primaire qu'au stade secondaire du fluage. On s'attend donc à observer, pour une contrainte donnée, des vitesses de relaxation plus élevées en relaxation qu'en fluage secondaire.

A l'état écroui, la correspondance entre la vitesse de fluage secondaire et la vitesse de relaxation est relativement bonne (Figure 111b). Les éprouvettes de fluage ayant été prélevées au quart épaisseur des coupons, elles sont légèrement plus écrouies que les éprouvettes de relaxation prélevées à mi épaisseur. De plus, les vitesses de fluage secondaire sont environ vingt fois plus faibles que les vitesses de fluage primaires. Ces deux phénomènes expliquent donc le décalage observé.

A l'état hyperecroui, en revanche, le décalage entre les données de fluage stationnaire et celles de relaxation à 0.6% est très important (Figure 111a). L'écart entre les vitesses de fluage primaire et secondaire ne peut l'expliquer. Comme les essais de fluage sont réalisés à des contraintes telles que l'acier à l'état hyperecroui se déforme fortement à la mise en charge (de 5% à 10%), le niveau d'écrouissage lors des essais de fluage et des essais de relaxation à 0.6% est très différent. Cet effet d'écrouissage expliquerait le décalage observé sur la Figure 111a. Afin de confirmer cette hypothèse, on a ajouté sur la Figure 112 les données de relaxation à 6%. Comme prévu, l'accord est cette fois relativement bon.

La comparaison des données de fluage et de relaxation confirme ainsi l'importance de la déformation plastique préalable sur le comportement viscoplastique.

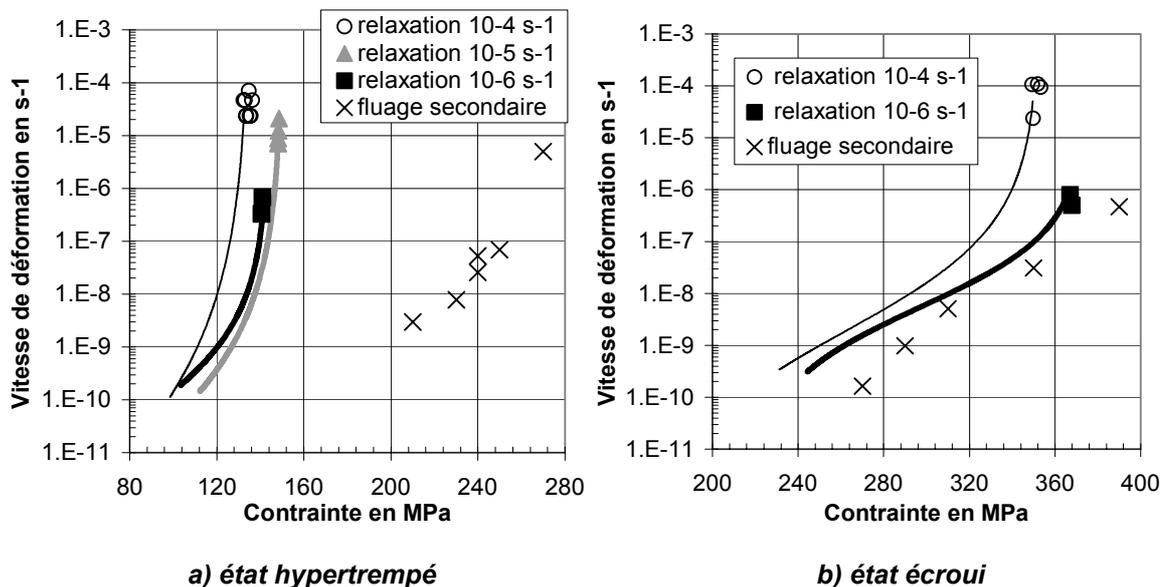


Figure 111 : Vitesse de déformation viscoplastique en fonction de la contrainte pour l'acier 316L(N) à 600°C à l'état hyperecroui et à l'état écroui, lors d'essais de relaxation (déformation plastique imposée à la mise en charge de 0.6% à la vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ,  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  ou  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$ ) et lors d'essai de fluage en stade secondaire

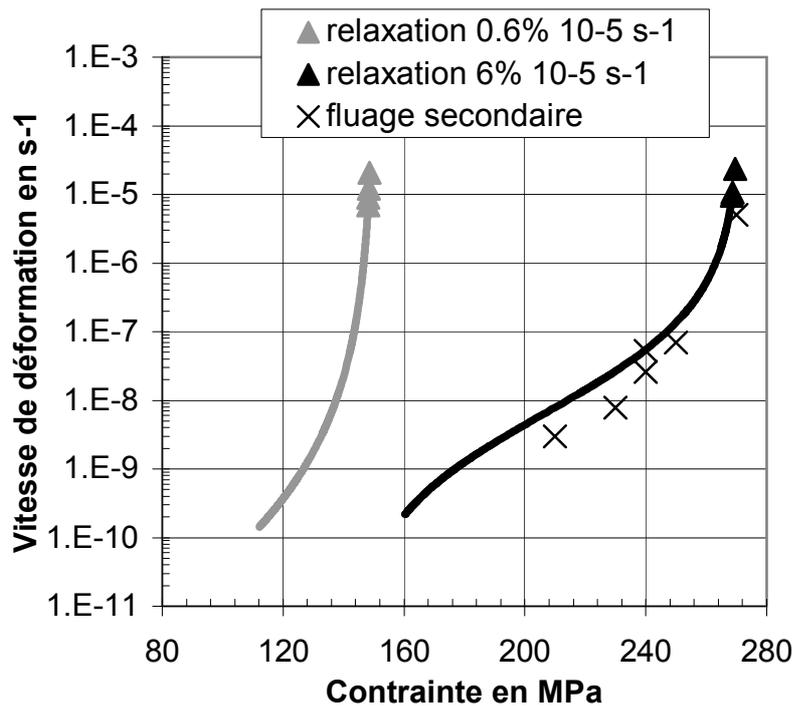


Figure 112 : Vitesse de déformation viscoplastique en fonction de la contrainte pour l'acier 316L(N) à 600°C à l'état hypertrempé, lors d'essais de relaxation (déformation plastique imposée à la mise en charge 0.6% ou 6% à la vitesse de déformation de  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ) et lors d'essais de fluage en stade secondaire

### III.1.4 Mécanismes de déformation

Les résultats obtenus permettent de compléter la description des différents mécanismes de déformation des aciers de type 316 à l'état hypertrempé comme à l'état écroui évoqués dans la partie Bibliographie ainsi qu'au paragraphe VIII.3 de l'Annexe A.

Blanc (1986) a montré pour un acier 316L(N) hypertrempé que l'effet Portevin-Le Chatelier disparaît à 600°C pour les vitesses de déformation inférieures ou égales à  $3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  (cf. Figure 258, page 287). Les essais présentés ici confirment ce résultat et montrent également que cette frontière ne semble dépendre ni de l'écrouissage ni de l'acier 316 considéré. Rappelons que la disparition de l'effet PLC correspond au fait que les dislocations passent majoritairement en régime de traînage des solutés.

D'après Challenger (1978), la restauration commence à jouer un rôle important dans les mécanismes de déformation pour les aciers 316 à l'état hypertrempé à des vitesses de fluage d'environ  $10^{-8} \text{ s}^{-1}$  à 600°C. Or c'est également autour de cette vitesse de déformation que les essais de relaxation réalisés sur l'acier 316L(N) mettent en évidence une transition de mécanisme de déformation. On est donc tenté d'associer cette vitesse de déformation au passage d'un régime de glissement activé à un régime contrôlé par la montée des dislocations. Cette hypothèse est cohérente avec la diminution de la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation lorsque celle-ci augmente.

Une augmentation très significative de la résistance au fluage par écrouissage a été observée sur l'acier 316L(N). Cependant, l'écrouissage modifie peu le coefficient  $n$  des lois de fluage secondaire, ce qui semble indiquer qu'il ne change pas fondamentalement les mécanismes contrôlant la déformation. Les essais de relaxation réalisés sur l'acier 316L(N) à l'état écroui ainsi qu'à l'état hypertrempé (plus ou moins déformé à la mise en charge) sont cohérents avec les essais de fluage. La vitesse de déformation à une contrainte donnée

diminue fortement lorsque le niveau d'écroissage augmente, sans pour autant que la pente de la courbe logarithmique donnant la vitesse en fonction de la contrainte soit modifiée.

A contrainte donnée, la diminution de la vitesse de déformation de fluage liée à l'écroissage est sensiblement identique pour les trois aciers étudiés. Or le vieillissement pendant quelques centaines d'heures à 600°C de l'acier 316L(N) écroui ne conduit pas à la précipitation de carbures intragranulaires, contrairement au cas de l'acier 316H (cf. § II.3.3). Il apparaît donc que l'augmentation de la résistance au fluage par écroissage est liée à l'effet direct de l'augmentation de la densité de dislocations plutôt qu'à l'effet indirect de la précipitation induite.

Bien que les aciers 316L(N) et 316H possèdent des cinétiques de précipitation intragranulaires différentes, ils présentent des comportements en fluage très proches. L'effet durcissant de la précipitation intragranulaire sur le fluage de l'acier 316H paraît donc du même ordre que celui de l'azote en solution dans l'acier 316L(N). Les essais de fluage les plus longs indiquent que l'acier 316L(N) est légèrement plus résistant à long terme que l'acier 316H. La coalescence des carbures et/ou la diminution de la teneur en carbone en solution dans l'acier 316H sont sans doute à l'origine de cette tendance.

La résistance au fluage des aciers 316L(N) et 316H à l'état écroui comme à l'état hypereffort est bien plus élevée que celle de l'acier 316L alors que leur dureté et leur comportement en traction à 600°C sont relativement proches. Cette différence est selon nous révélatrice de l'importance du rôle joué à 600°C par le carbone et l'azote dans le mécanisme de déformation à vitesse lente (traînage des solutés par les dislocations). On peut sans doute rapprocher ce résultat des mesures et des observations du paragraphe II.3.3 qui ont montré que les aciers 316H et 316L(N) résistaient mieux à la restauration de l'écroissage que l'acier 316L.

### III.1.5 Résumé du paragraphe III.1

#### Comportement mécanique

- Les trois aciers étudiés présentent en traction à 600°C des comportements mécaniques similaires. L'écroissage par laminage augmente très nettement la limite d'élasticité de ces aciers, diminue leur capacité d'écroissage résiduelle ainsi que leur allongement réparti. Le comportement de la tôle en acier 316L(N) à l'état hypertrempé apparaît homogène et isotrope. En revanche le même acier à l'état écroui est légèrement anisotrope et présente une hétérogénéité de comportement dans l'épaisseur de la tôle car l'écroissage induit par le laminage est plus élevé à la surface des coupons qu'en leur cœur. L'effet Portevin-Le Chatelier est observé indépendamment de l'acier et de l'état d'écroissage pour des vitesses de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  mais pas pour des vitesses inférieures ou égales à  $3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Le comportement ne dépend pas de la vitesse de déformation dans le domaine compris entre  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  mais un effet de vitesse inverse a été observé entre  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ .
- Les essais de fluage à 600°C sont réalisés à des contraintes telles que les aciers à l'état hypertrempé se déforment à la mise en charge entre 5% et 10%. La mise en charge des aciers à l'état écroui est en revanche purement élastique. Pour les trois aciers testés, l'écroissage par laminage diminue d'environ deux ordres de grandeur la vitesse de fluage stationnaire pour une contrainte donnée. L'écroissage diminue également la déformation de fin de stade primaire. Les aciers 316H et 316L(N) ont des comportements en fluage similaires aussi bien à l'état hypertrempé qu'à l'état écroui. A même niveau d'écroissage, l'acier 316L est moins résistant que ceux-ci.
- Seul l'acier 316L(N) a été testé en relaxation à 600°C. Pour une déformation plastique de mise en charge de 0.6%, les comportements en relaxation de l'état écroui et de l'état hypertrempé sont similaires bien que le niveau de contrainte soit très différent. A même niveau de contrainte initiale, l'état écroui se relaxe moins rapidement que l'état hypertrempé. La continuité de la vitesse de déformation viscoplastique entre la mise en charge et la relaxation proprement dite a été vérifiée pour l'ensemble des essais. Les essais de relaxation indiquent une transition de régime de déformation située entre  $10^{-8} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-7} \text{ s}^{-1}$ .
- **L'écroissage par laminage renforce nettement la résistance à la déformation des trois aciers 316 étudiés.** Les mécanismes de déformation ne semblent pas pour autant modifiés par cet écroissage. Le passage des dislocations en régime de traînage s'effectue à 600°C aux alentours de  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , indépendamment de l'écroissage. La transition correspondant au changement de mécanisme de déformation entre glissement activé et montée des dislocations se situe entre  $10^{-8} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-7} \text{ s}^{-1}$ .
- **L'effet durcissant de l'écroissage est directement lié à l'augmentation de la densité de dislocations et non à l'effet de précipitation induite.** Dans le domaine couvert par les essais réalisés, l'azote en solution dans l'acier 316L(N) produit un durcissement équivalent ou supérieur à celui de la précipitation induite du carbone dans l'acier 316H.

## III.2 Endommagement et rupture

Une microstructure similaire à celle des zones affectées par le soudage a été reproduite par laminage entre 400°C et 600°C. L'étude du comportement mécanique à 600°C de trois aciers 316 dans cet état écroui a montré que l'écrouissage augmentait nettement leur résistance à la déformation. Il s'agit maintenant de mesurer leur résistance à l'endommagement et à la rupture.

Dans un premier temps, il nous faut déterminer si la fissuration en relaxation peut être reproduite sur les aciers 316 à l'état écroui par laminage. Dans ce but, des éprouvettes CT (Compactes de Traction) pré-fissurées en acier 316 écroui seront testées en relaxation. Ces éprouvettes ont l'avantage de présenter une pré-fissure qui simule la présence d'un défaut de soudage à partir duquel la fissuration en relaxation peut se développer. Le chargement des éprouvettes CT simule quant à lui les contraintes résiduelles de soudage. Ce chargement décroît au fur et à mesure que l'acier se déforme en pointe de fissure de même que les contraintes résiduelles se relaxent dans un composant soudé que l'on réchauffe.

Dans un deuxième temps, on étudiera sur différentes géométries et sous différentes sollicitations mécaniques, les modes de rupture des aciers à l'état écroui et à l'état hyperecroui. L'étude bibliographique a révélé l'existence d'une transition de mécanisme de rupture avec le temps ainsi que l'effet, néfaste à la ductilité, d'une augmentation de la triaxialité des contraintes ou de la taille de grains. Cependant, on ne dispose pas de données équivalentes concernant les aciers écrouis. Ces données sont pourtant nécessaires à la compréhension et à la modélisation de la fissuration en relaxation car les fissures se développent justement dans des zones écrouies. Les mesures et les observations métallographiques de cette étude concernent des essais de traction et de fluage sur éprouvettes lisses, des essais de fluage sur éprouvettes axisymétriques entaillées et des essais de traction lente sur éprouvettes CT pré-fissurées.

Le lecteur trouvera le plan des éprouvettes utilisées en **Annexe D** et les tableaux récapitulatifs de l'ensemble des résultats d'essais en **Annexe E**.

### III.2.1 Essais de relaxation sur éprouvettes CT

#### III.2.1.1 Conditions expérimentales et remarques préliminaires

Pour les aciers 316L et 316L(N), le sens de prélèvement des éprouvettes est tel que la charge est appliquée dans le sens travers des coupons et que la fissure se propage dans le sens long. Pour l'acier 316 H, la charge est appliquée dans le sens long des coupons (ce qui correspond à la direction axiale du tube) et la fissure se propage dans le sens travers des coupons. Toutes les éprouvettes CT ont été prélevées à mi épaisseur des coupons.

On appelle  $a_0$  la longueur de fissure initiale et  $W$  la distance entre l'axe de traction et l'extrémité des l'éprouvettes CT. L'entaille mécanique correspond à un rapport  $a_0/W$  de 0.3. La pré-fissuration s'effectue à température ambiante en fatigue à 20 Hz sur une machine hydraulique MAYES ESHF50 jusqu'à  $a_0/W = 0.5$ . Le rapport de chargement est de 0.1 et le facteur d'intensité des contraintes maximal appliqué décroît par paliers de  $20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  à  $16 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Le rapport  $a_0/W$  effectif est déterminé post mortem pour chaque éprouvette. Les entailles latérales sont usinées initialement à 0.5 mm de profondeur, ce qui correspond à un rapport  $B/20$ , avec  $B$  l'épaisseur de l'éprouvette. Elles sont usinées de nouveau après la pré-fissuration pour atteindre 1 mm de profondeur. Cette procédure permet d'obtenir un front de pré-fissure relativement rectiligne (l'écart type par éprouvette de  $a_0/W$  est inférieur à 0.01).

Deux systèmes d'extensométrie ont été utilisés. Les deux systèmes utilisent le même capteur d'allongement ASL de type capacitif refroidi par un circuit d'eau et possédant une résolution inférieure au micromètre. Le premier système dit « Sur Goupilles » ou encore « SG » est vissé à l'extrémité des goupilles. Ces goupilles mesurent 40 mm car les chapes sont prévues pour pouvoir admettre des éprouvettes d'épaisseur 20 mm. L'inconvénient de ce système est qu'il introduit une complaisance parasite liée à la flexion des goupilles qui se trouve être du même ordre de grandeur que la complaisance des éprouvettes CT. Le deuxième système prend appui au fond de petits trous percés en haut et en bas de

l'éprouvette au niveau de la ligne de charge (cf. plan page 308). La complaisance des éprouvettes mesurée à l'aide de ce système d'extensométrie dit « Hors Goupilles » ou « HG » est conforme aux formules analytiques de la norme ISO/DIS 12135. Ce système d'extensométrie a donc été utilisé préférentiellement. Connaissant la complaisance théorique ( $C_{\text{théorique}}$ ) des éprouvettes, on peut calculer l'ouverture de l'éprouvette ( $\delta_{\text{érouvette}}$ ) à partir de l'ouverture mesurée par le système d'extensométrie SG ( $\delta_{\text{extensomètre}}$ ) à l'aide de la formule suivante :

$$\delta_{\text{érouvette}} = \delta_{\text{extensomètre}} - C_{\text{extensomètre}} \times (P - P_0) + (C_{\text{théorique}} \times P)$$

Avec  $C_{\text{extensomètre}}$  la complaisance mesurée,  $P$  la charge courante et  $P_0$  la précharge initiale. Cette précharge initiale, imposée pour tendre la ligne, est d'environ 50 daN.

La mise en charge des essais de relaxation s'effectue à une vitesse d'ouverture de 24  $\mu\text{m}/\text{min}$ . Une fois la charge désirée atteinte, l'ouverture de l'extensomètre est maintenue constante (à 1  $\mu\text{m}$  près) pendant toute la durée de la relaxation. Après décharge et refroidissement, l'éprouvette est rompue par propagation de fissure en fatigue à température ambiante dans des conditions similaires à celle de la pré-fissuration. On peut alors mesurer, par la méthode des neuf points, l'éventuelle propagation de fissure en relaxation.

La machine electro-mécanique utilisée pour ces essais est équipée d'un four à résistance PYROX à trois zones. A chaque changement de la température d'essai, on règle les températures de consigne correspondantes en utilisant une éprouvette CT équipée de 7 thermocouples. Les gradients de température mesurés sont alors inférieurs à 3°C. Les essais débutent lorsque la température d'essai est atteinte et stabilisée soit environ 4 heures après le début de la mise en chauffe.

Le facteur d'intensité des contraintes ( $K$ ) est calculé selon la norme ISO/DIS 12135, soit avec  $x = a/W$ , et  $B_{\text{net}}$  l'épaisseur minimale des éprouvettes compte tenu des entailles latérales :

$$K = \frac{P}{\sqrt{B_{\text{net}} W}} \frac{(2 + x) (0.886 + 4.64x - 13.32 x^2 + 14.72 x^3 - 5.6 x^4)}{(1 - x)^{3/2}}$$

### III.2.1.2 Reproduction de la fissuration en relaxation

D'après Haigh et Richards (1974) le chargement élastique limite des éprouvettes CT à  $a_0/W = 0.5$  peut être estimé par la formule  $P_{\text{limite}} = m.B.\sigma_Y$  avec  $m = 0.08$  en contraintes planes,  $B$  l'épaisseur de l'éprouvette et  $\sigma_Y$  la limite d'élasticité du matériau. Pour les aciers à l'état écroui, on obtient ainsi  $P_{\text{limite}} \approx 1000$  daN. Pour tenter de reproduire la fissuration en relaxation, on a choisi un niveau de charge initial ( $P_0$ ) de 780 daN. La mise en charge est donc globalement élastique. Le facteur d'intensité des contraintes initial ( $K_0$ ) vaut alors 42  $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ . La taille de la zone plastique estimée par la formule d'Irwin vaut alors 4  $\mu\text{m}$ .

Les courbes de relaxation sont présentées sur la Figure 113. Une fois les éprouvettes rompues en fatigue à température ambiante, on a constaté que les trois aciers testés à l'état écroui ont fissuré en relaxation. Les longueurs de propagation sont de 2.4 mm, 7.3 mm et 9.8 mm pour les aciers 316L(N), 316H et 316L respectivement.

En début de propagation, le faciès de rupture de l'acier 316L(N) est très oxydé. On distingue cependant le caractère intergranulaire de la rupture là où la couche d'oxyde est cassée (Figure 114). En fin de propagation, la couche d'oxyde est moins épaisse et le caractère intergranulaire de la propagation en relaxation apparaît plus nettement (Figure 115). Les faciès de rupture des aciers 316H et 316L testés dans les mêmes conditions sont similaires à celui de l'acier 316L(N). Lorsque l'oxydation ne recouvre pas les facettes intergranulaires, il est possible de distinguer sur celles-ci de petites cupules (Figure 116). A cette échelle la rupture est donc ductile. En revanche, à l'échelle de l'éprouvette, la rupture est particulièrement fragile. On appellera donc ce mode de rupture « intergranulaire fragile ». Notons qu'il s'agit bien du même mécanisme de rupture que celui observé sur les

composants réels au voisinage des soudures (cf. II.2.1.1). La propagation de fissure intergranulaire en relaxation a donc été reproduite sur les trois aciers étudiés à l'état écroui.

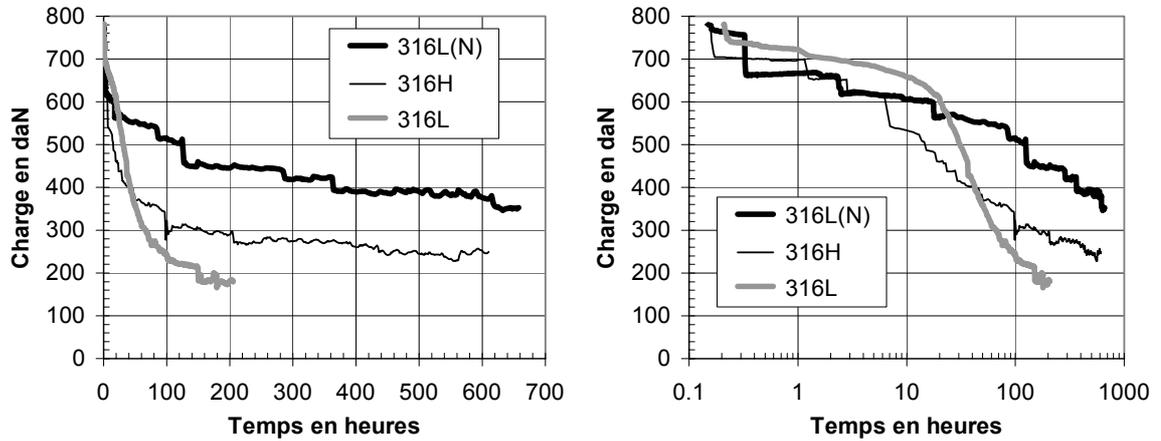


Figure 113 : Courbe de relaxation à 600°C sur éprouvette CT pré-fissurées, aciers 316L(N), 316H et 316L à l'état écroui,  $P_0 = 780 \text{ daN}$  soit  $K_0 = 42 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , système d'extensométrie HG

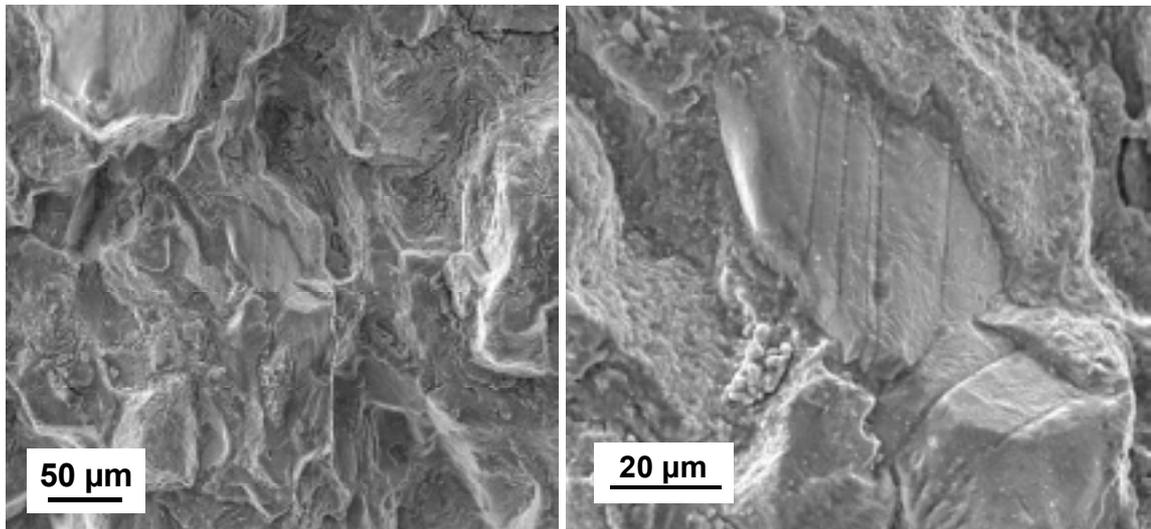


Figure 114 : Fractographie en microscopie électronique à balayage de l'éprouvette CT pré-fissurée testée en relaxation à 600°C, acier 316L(N) à l'état écroui,  $P_0 = 780 \text{ daN}$  soit  $K_0 = 42 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , durée d'essai 619 heures, **début de propagation**, système HG

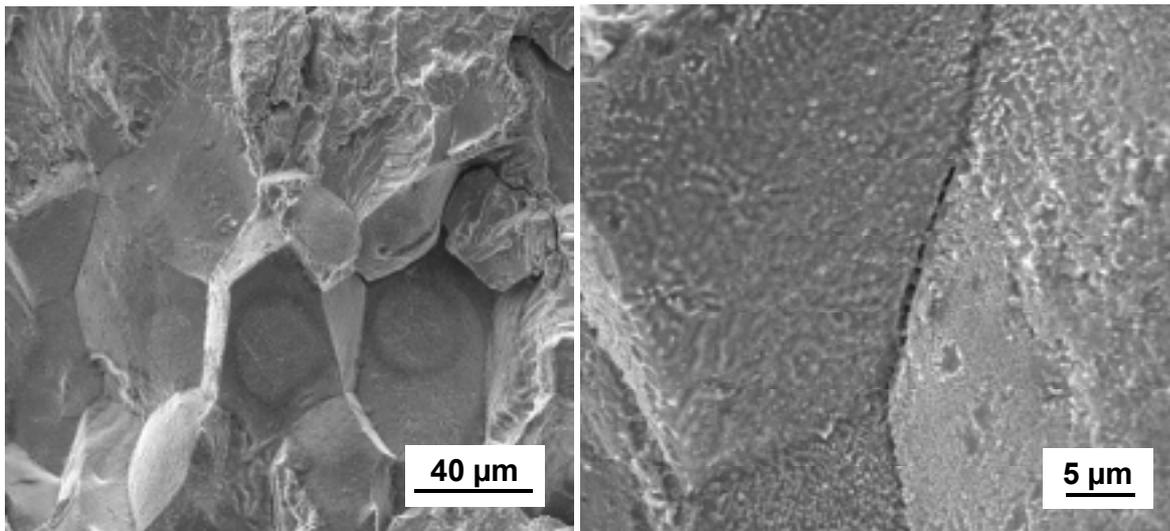


Figure 115 : Fractographie en microscopie électronique à balayage de l'éprouvette CT pré-fissurée testée en relaxation à 600°C, acier **316L(N)** à l'état **écroui**,  $P_0 = 780$  daN soit  $K_0 = 42 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , durée d'essai 619 heures, sens de propagation de bas en haut, **fin de propagation**, système d'extensométrie HG

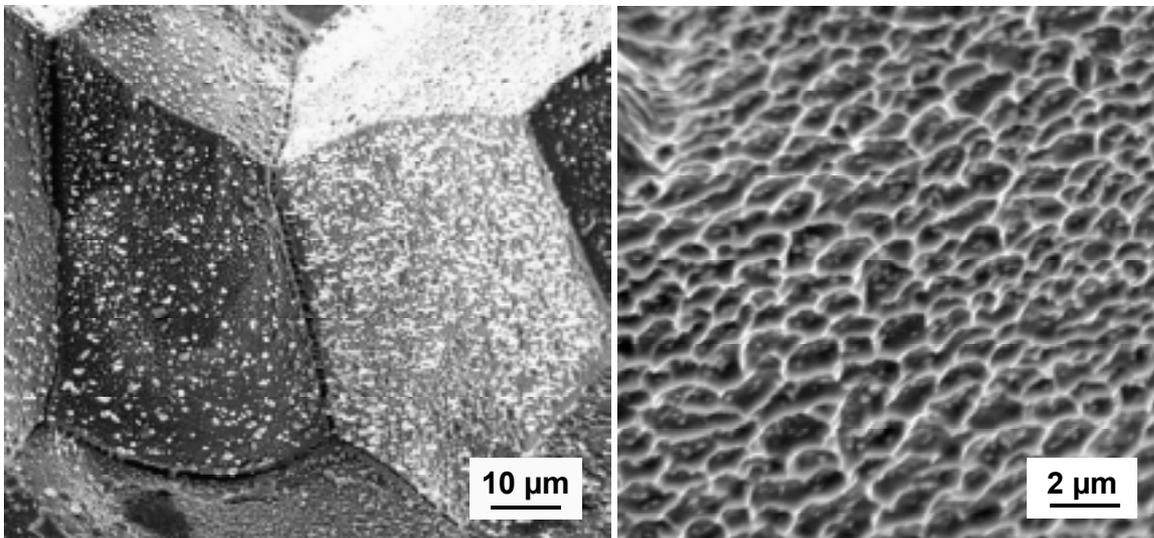


Figure 116 : Fractographie en microscopie électronique à balayage de l'éprouvette CT pré-fissurée testée en relaxation à 600°C, acier **316H** à l'état **écroui**,  $P_0 = 780$  daN soit  $K_0 = 42 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , durée d'essai 571 heures, **fin de propagation**, système d'extensométrie HG

Sur l'acier 316L(N) à l'état écroui, quelques essais de relaxation ont été réalisés à l'aide du système d'extensométrie « Sur Goupilles ». La Figure 117 montre les courbes de relaxation obtenues pour des essais de même durée réalisés à même charge initiale mais avec des systèmes d'extensométrie différents. Les chutes d'effort soudaines, constatées lors de l'utilisation du système HG, n'apparaissent pas avec le système SG. De plus, la longueur de propagation de fissure mesurée est de 7.8 mm avec le système SG contre 2.4 mm avec le système HG. L'effet de « ressort » sur la propagation de fissure est donc très important. Rappelons que la complaisance parasite liée au système SG est de l'ordre de celle de l'éprouvette. Par conséquent, lorsque la charge chute de moitié, l'ouverture de l'éprouvette augmente de 50% avec le système SG alors qu'elle reste constante lorsque le système HG est utilisé. Les fractographies réalisées montrent que le système d'extensométrie n'affecte pas le mode de rupture.

Des essais de relaxation plus courts ont également été réalisés à  $K_0 = 42 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  avec le système SG sur l'acier 316L(N) à l'état écroui. Comme le montre la Figure 118, la propagation de fissure débute dans les premières heures de la relaxation et ne semble pas s'arrêter avant plusieurs centaines d'heures.

Quatre essais de relaxation à différents niveaux de charge initiale ont été conduits à 600°C sur l'acier 316H à l'état écroui avec le système HG. Les courbes de relaxation correspondantes sont présentées sur la Figure 119. La Figure 120 montre que la longueur de propagation de fissure en 600 heures de relaxation diminue avec la charge initiale. Cependant, s'il existe un facteur d'intensité des contraintes seuil en dessous duquel la fissure ne se propage pas, il est très faible : de l'ordre de  $12 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Cette figure montre également que l'acier 316H résiste moins bien à la propagation de fissure en relaxation que l'acier 316L(N). Les fractographies réalisées montrent que le niveau de charge initiale ne modifie pas le mode de rupture. On a indiqué sur la Figure 121, en plus du facteur d'intensité des contraintes initial, le facteur d'intensité des contraintes en fin de relaxation. Bien que la fissure se propage en cours d'essai, le facteur d'intensité des contraintes diminue car la charge diminue également.

Des essais ont été menés à 550°C sur les aciers 316L et 316L(N) à l'état écroui avec le système HG. Ils ont également conduit à la propagation de fissure en relaxation. Les faciès de rupture, légèrement moins oxydés qu'à 600°C, sont également du type « intergranulaire fragile ». Pour une même charge initiale de 780 daN, la longueur de fissure mesurée après 206 heures d'essai sur l'acier 316L à l'état écroui est de 4.3 mm à 550°C et de 9.8 mm à 600°C.

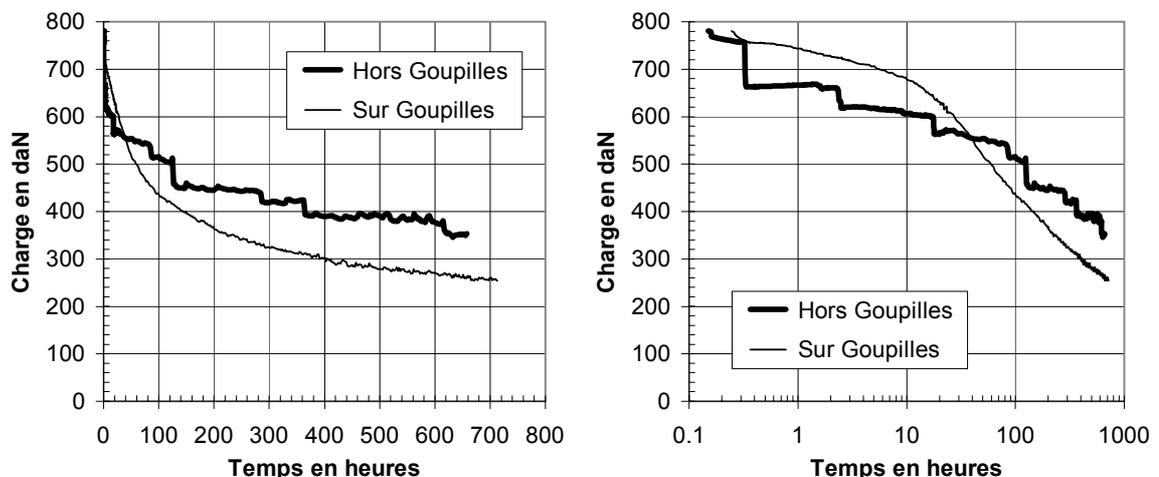


Figure 117 : Effet du système d'extensométrie choisi sur la courbe de relaxation à 600°C des éprouvettes CT pré-fissurées en acier 316L(N) à l'état écroui,  $P_0 = 780 \text{ daN}$  soit  $K_0 = 42 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$

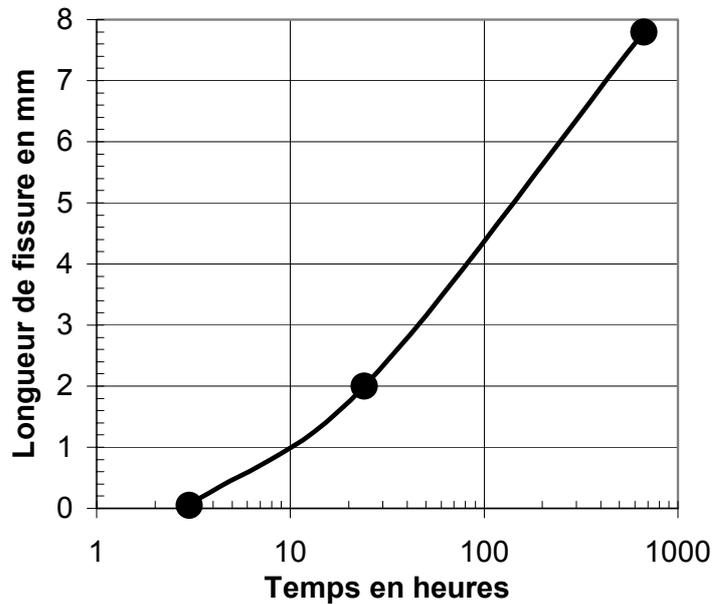


Figure 118 : Effet de la durée d'essai sur la longueur de propagation de fissure sur éprouvettes CT pré-fissurée testées en relaxation à 600°C, acier 316L(N) à l'état écroui,  $K_0 = 42 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , système d'extensométrie SG, un essai par point

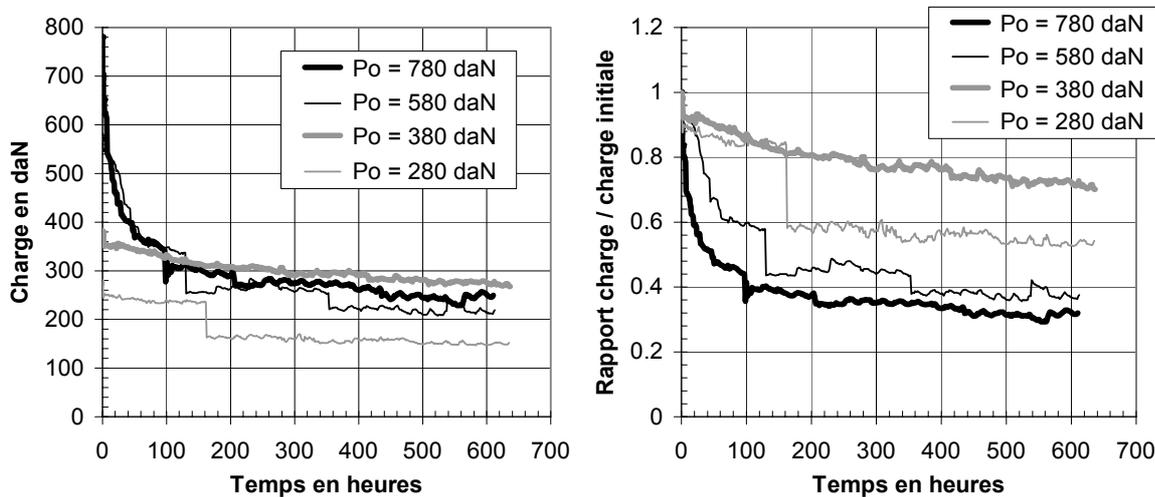


Figure 119 : Effet de la charge initiale sur la relaxation à 600°C d'éprouvettes CT pré-fissurées en acier 316H à l'état écroui, système d'extensométrie HG

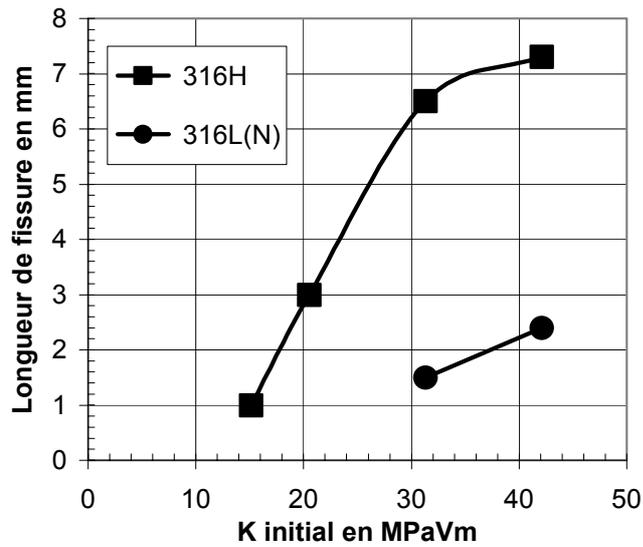


Figure 120 : Effet du facteur d'intensité des contraintes initial sur la longueur de propagation de fissure sur éprouvettes CT pré-fissurée testées en relaxation à 600°C, acier **316L(N)** et **316 H** à l'état **écroui**, durée d'essai 600 heures environ, système HG

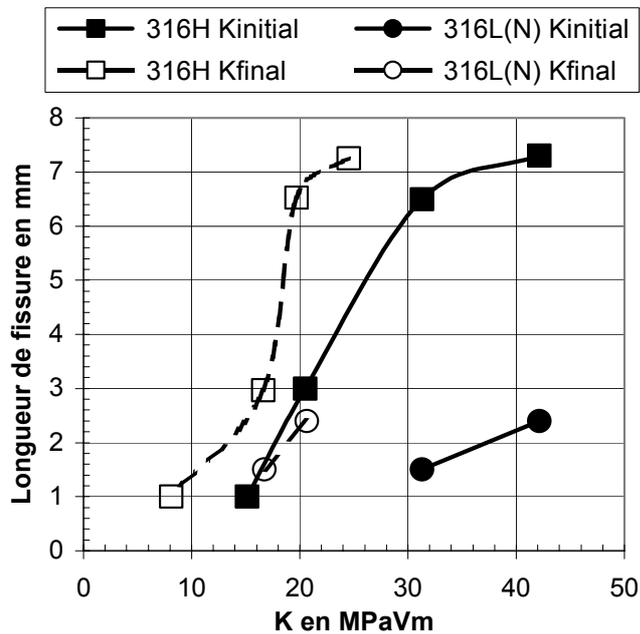


Figure 121 : Facteur d'intensité des contraintes avant et après propagation de fissure sur éprouvettes CT pré-fissurée testées en relaxation à 600°C, acier **316L(N)** et **316 H** à l'état **écroui**, durée d'essai 600 heures environ, système HG

### III.2.1.3 Comparaison entre l'état écroui et l'état hypertympé

L'état écroui représentatif des zones affectées par le soudage est susceptible de fissurer en relaxation. Qu'en est-il pour l'état hypertympé représentatif du métal non affecté ?

Le chargement élastique limite des éprouvettes CT en acier à l'état hypertympé est de l'ordre de 350 daN. Imposer à ces éprouvettes un chargement comparable à celui imposé précédemment aux éprouvettes en acier à l'état écroui requiert le franchissement de ce chargement limite. Les courbes de mise en charge ne sont donc pas linéaires (Figure 122a). Le facteur d'intensité des contraintes n'est défini que pour des chargements faibles correspondant à des zones plastiques très confinées, cependant on s'est permis d'utiliser abusivement ce facteur qui est sans doute plus évocateur pour le lecteur que le niveau de charge.

Les courbes de relaxation obtenues à 600°C et à 550°C sur l'acier 316L(N) à l'état hypertympé sont présentées sur la Figure 122b. Bien que le temps de relaxation soit de mille heures environ, aucune propagation de fissure n'a été constatée. Seules quelques facettes intergranulaires ont pu être mises en évidence au cœur des éprouvettes testées à 600°C (Figure 123).

L'acier 316H à l'état hypertympé s'est en revanche révélé légèrement sensible à la fissuration en relaxation sur éprouvette CT. En effet, une propagation de fissure de 0.5 mm a été mesurée après 652 heures de relaxation à 600°C sous une charge initiale de 580 daN. Cette longueur reste faible devant celle mesurée dans les mêmes conditions sur l'acier 316H à l'état écroui : 6.5 mm en 577 heures. La Figure 124 compare les courbes de relaxation obtenues sous une charge initiale de 580 daN pour les aciers 316L(N) et 316H à l'état hypertympé et à l'état écroui.

Contrairement à l'état écroui, l'état hypertympé des aciers 316 étudiés résiste donc bien à la propagation de fissure en relaxation sur éprouvette CT pré-fissurée. L'écrouissage subi par les zones affectées lors du soudage altère donc la résistance à la fissuration intergranulaire en relaxation des aciers 316.

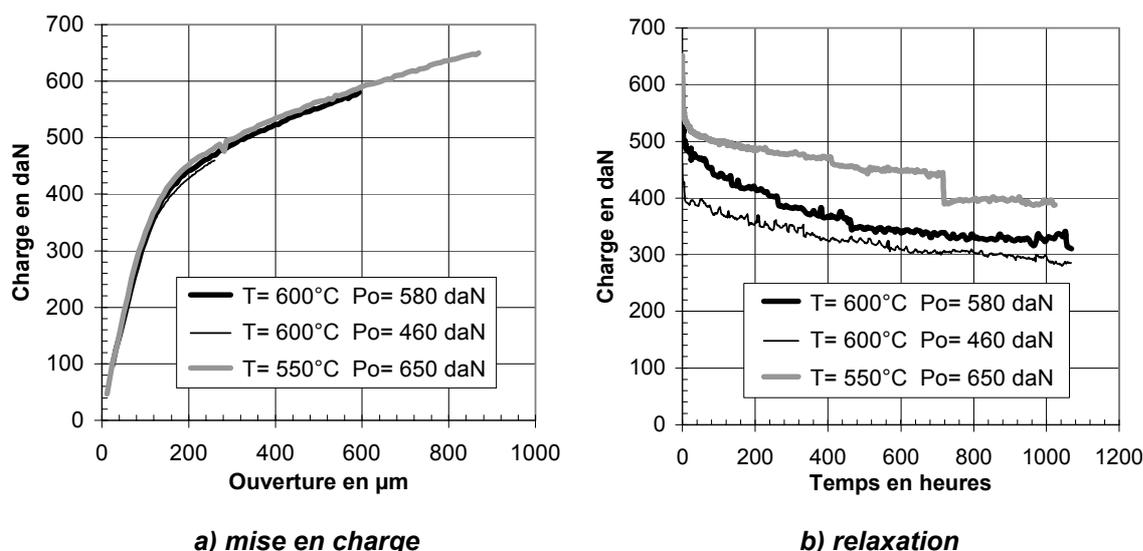


Figure 122 : Essais de relaxation à 600°C et 550°C sur éprouvettes CT pré-fissurées en acier 316L(N) à l'état hypertympé, système d'extensométrie HG

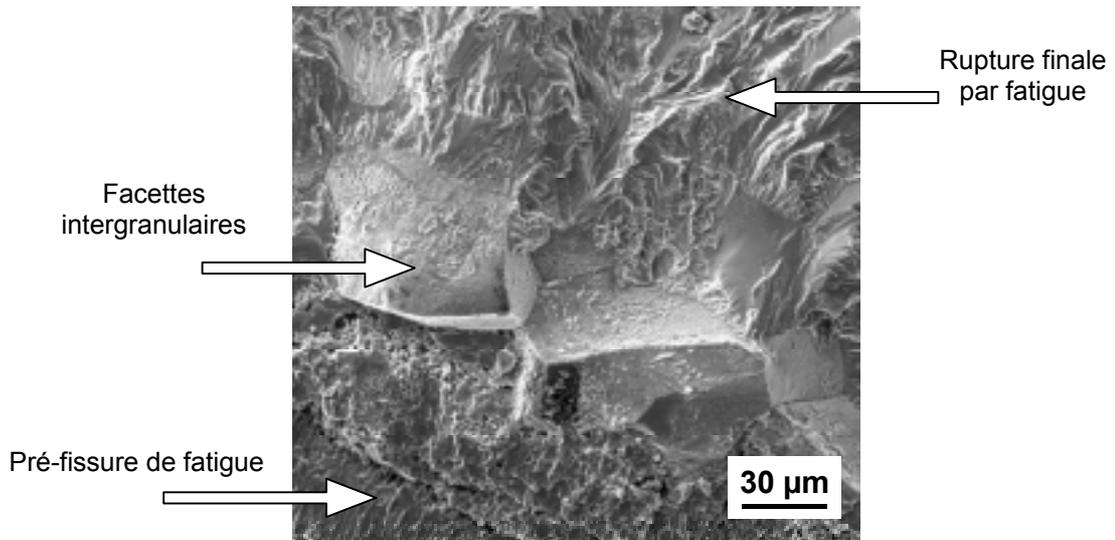


Figure 123 : Fractographie en microscopie électronique à balayage de l'éprouvette CT pré-fissurée testée en relaxation à 600°C, acier **316L(N)** à l'état **hypertrempé**,  $P_0 = 580$  daN soit  $K_0 = 31 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , durée d'essai 1004 heures, sens de propagation de bas en haut, système d'extensométrie HG

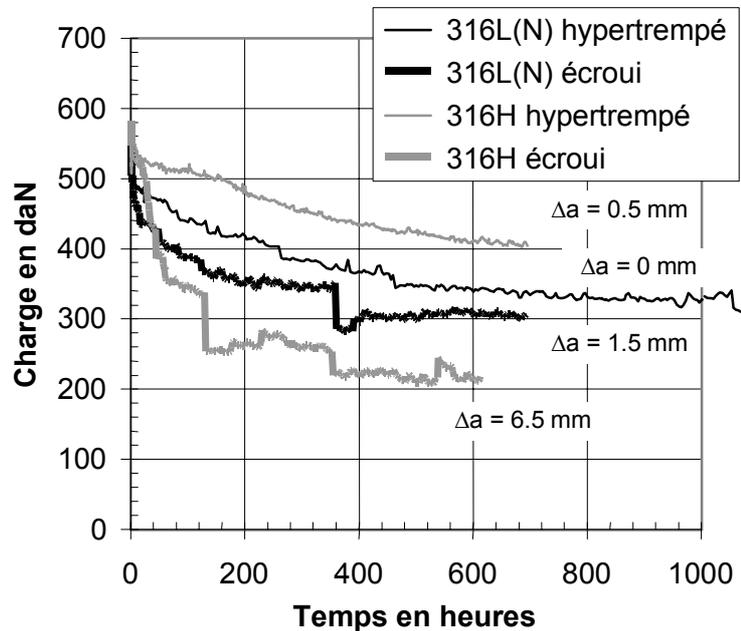


Figure 124 : Courbe de relaxation à 600°C sur éprouvettes CT pré-fissurées, **aciers 316L(N) et 316H** à l'état **écroui** et à l'état **hypertrempé**,  $P_0 = 580$  daN soit  $K_0 = 31 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , système d'extensométrie HG,  $\Delta a$  représente la longueur de propagation de fissure mesurée après essai

### III.2.1.4 Effet d'un pré-vieillissement

La microstructure de dislocations créée par l'érouissage engendre une certaine augmentation de la sensibilité des aciers 316 étudiés à la propagation de fissure en relaxation sur éprouvette CT. On peut chercher à retrouver une microstructure plus ductile en effectuant des traitements thermiques sur les aciers à l'état éroui. L'hypertrempe serait un traitement radical, mais il n'est pas toujours réalisable sur les structures soudées des sites industriels. On a vu au paragraphe II.3.3.2 que la microstructure de dislocations se restaure partiellement lors de vieillissements à température intermédiaire. Ainsi, après un vieillissement de 2 heures à 700°C la dureté de l'acier 316L éroui ne vaut plus que 185 HV. La dureté de l'acier 316L(N) chute moins nettement et vaut encore 210 HV après 2 heures à 700°C. Qu'en est-il de leur résistance à la fissuration en relaxation sur éprouvette CT ?

La Figure 125a montre que la courbe de relaxation obtenue après vieillissement de l'acier 316L diffère nettement de celle obtenue à l'état non vieilli. La longueur de propagation de fissure est fortement diminuée mais les fractographies montrent que le mode de rupture reste intergranulaire fragile. La Figure 125 montre en revanche que la résistance à la fissuration de l'acier 316L(N) éroui est peu modifiée par ce vieillissement.

La diminution de la dureté par restauration partielle de la microstructure de dislocations introduite par érouissage apparaît donc comme un moyen de réduire la sensibilité des aciers érouis à la fissuration en relaxation. Cependant nous voudrions insister sur le fait qu'il n'existe pas de corrélation directe entre la dureté et la sensibilité à la fissuration en relaxation sur éprouvette CT. En effet, les trois aciers étudiés présentent à l'état éroui des niveaux de dureté similaires mais conduisent à des longueurs de propagation de fissure très différentes. Par ailleurs, les aciers à forte teneur en interstitiels (l'acier 316 L(N) et l'acier 316 H) résistent bien à la restauration de l'érouissage, ce qui limite l'efficacité des traitements thermiques à température intermédiaire.

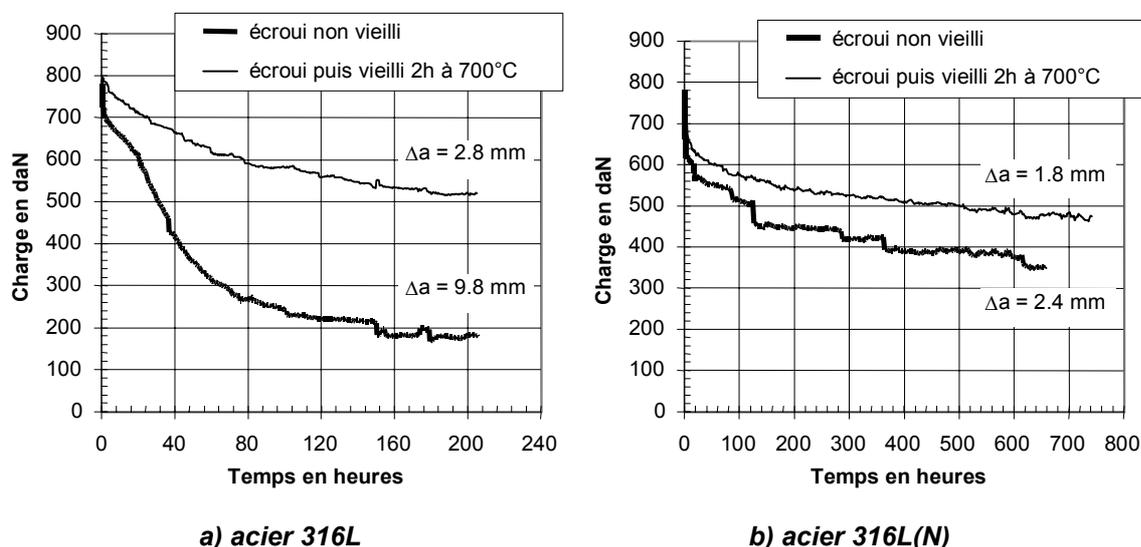


Figure 125 : Courbe de relaxation à 600°C sur éprouvettes CT pré-fissurées, aciers 316L et 316L(N) à l'état éroui non vieilli et à l'état éroui puis vieilli 2h à 700°C,  $P_0 = 780$  daN soit  $K_0 = 42$  MPa  $\sqrt{m}$ , système d'extensométrie HG,  $\Delta a$  représente la longueur de propagation de fissure mesurée après essai

### III.2.2 Essais de traction et de fluage sur éprouvettes lisses

Les conditions dans lesquelles ont été menés les essais de traction et de fluage sur éprouvettes lisses ont été décrites aux paragraphes III.1.1.1 et III.1.2.1. Ces essais conduisent à la rupture des éprouvettes. Le présent paragraphe a pour objectif de décrire qualitativement et quantitativement cette rupture. Les trois aciers 316L(N), 316H et 316L sont examinés à l'état écroui ainsi qu'à l'état hypere trempé.

#### III.2.2.1 Mesures

La Figure 126 montre que pour une contrainte nominale donnée, l'écrouissage de l'acier 316L(N) augmente la durée de vie en fluage. Cependant, ce gain en termes de temps à rupture est plus faible que le gain constaté en termes de vitesse de déformation secondaire (cf. § III.1.2.3). La constante de Monkman-Grant permet de visualiser ce phénomène (Figure 127). Cette « constante » représente le produit de la vitesse de déformation secondaire de fluage et du temps à rupture. Pour un état métallurgique donné, ce produit varie effectivement peu d'un essai à l'autre. Cependant, il est environ dix fois plus faible pour l'état écroui que pour l'état hypere trempé.

La Figure 128 et la Figure 129 présentent les résultats concernant les aciers 316H et 316L. L'effet d'écrouissage observé sur ces aciers est tout à fait similaire à celui observé sur l'acier 316L(N).

Les durées de vie en fluage des différents aciers sont comparées sur la Figure 130. L'acier 316L(N) est plus résistant que l'acier 316H qui est lui-même plus résistant que l'acier 316L. Le classement des aciers en termes de durée de vie est donc identique au classement établi à partir des vitesses de fluage secondaires (cf. § III.1.2.4).

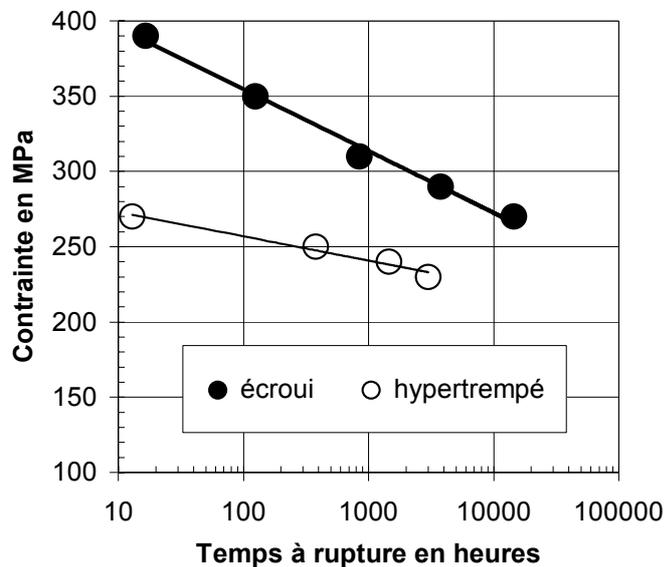


Figure 126 : Temps à rupture en fonction de la contrainte nominale lors d'essais de fluage à 600°C sur éprouvettes lisses en acier 316L(N) à l'état écroui et à l'état hypere trempé

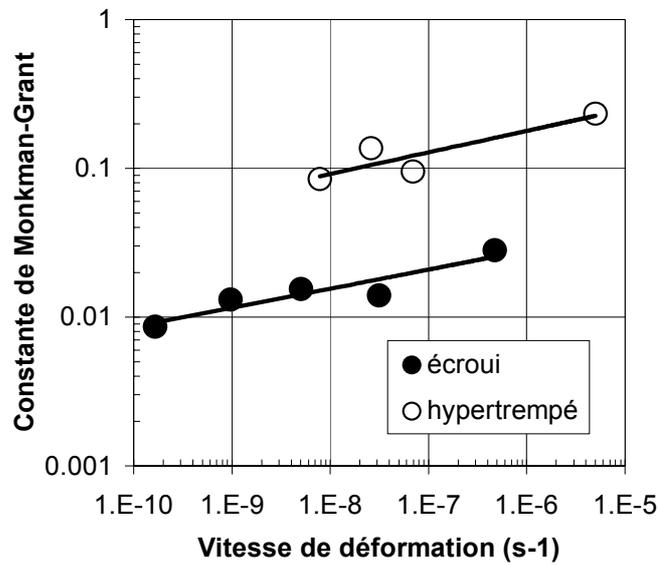


Figure 127 : Constante de Monkman-Grant (produit de la vitesse de déformation secondaire et du temps à rupture) pour les essais de fluage à 600°C sur éprouvettes lisses en acier 316L(N) à l'état écroui et à l'état hypertrempé

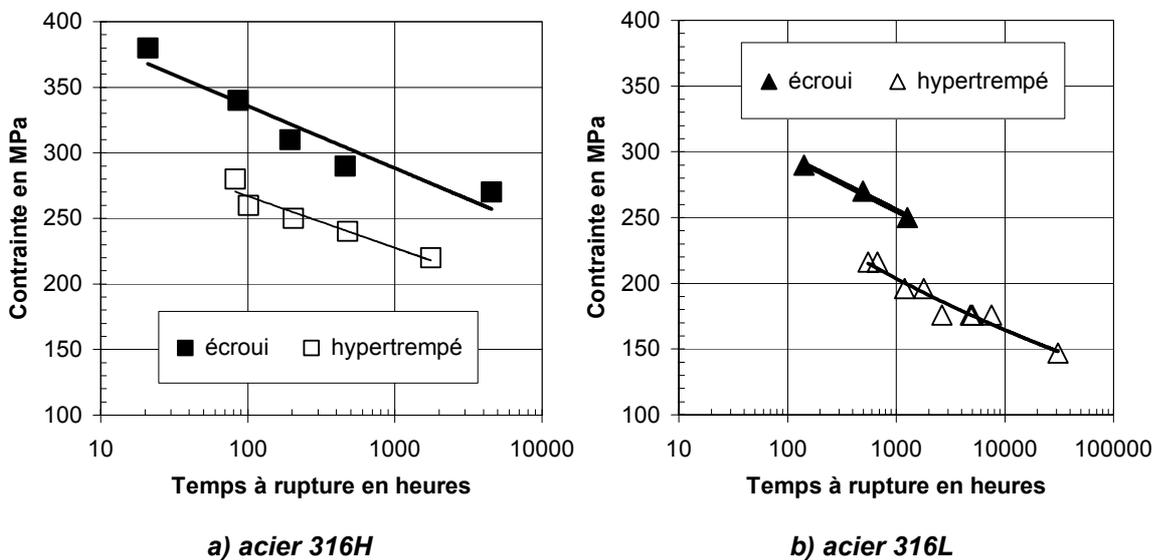


Figure 128 : Temps à rupture en fonction de la contrainte nominale lors d'essais de fluage à 600°C sur éprouvettes lisses en acier 316H et 316L à l'état écroui et à l'état hypertrempé

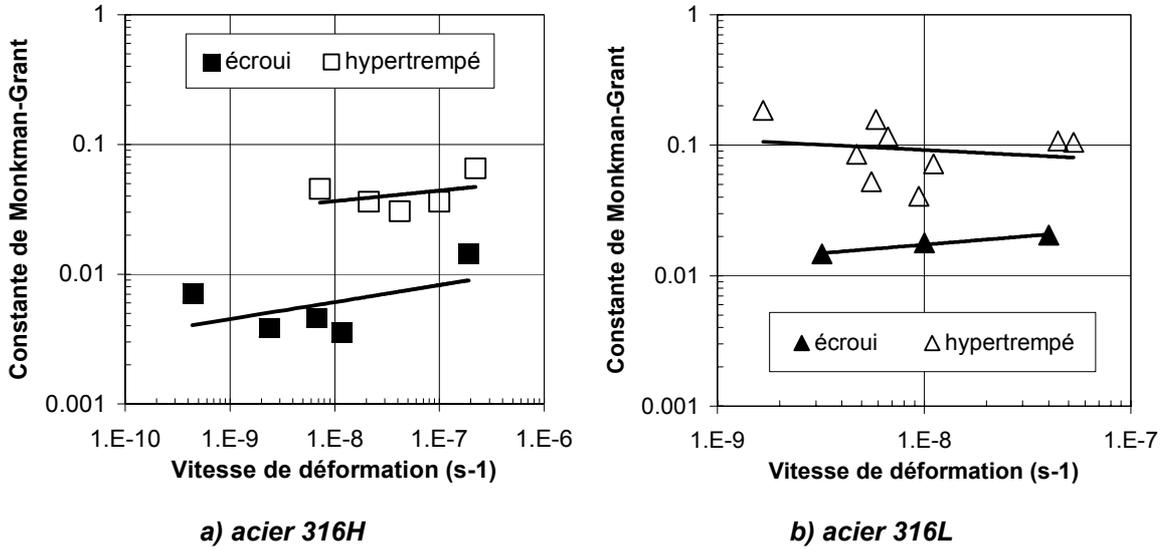


Figure 129 : Constante de Monkman-Grant (produit de la vitesse de déformation secondaire et du temps à rupture) pour les essais de fluage à 600°C sur éprouvettes lisses en acier 316H et 316L à l'état écroui et à l'état hypertempé

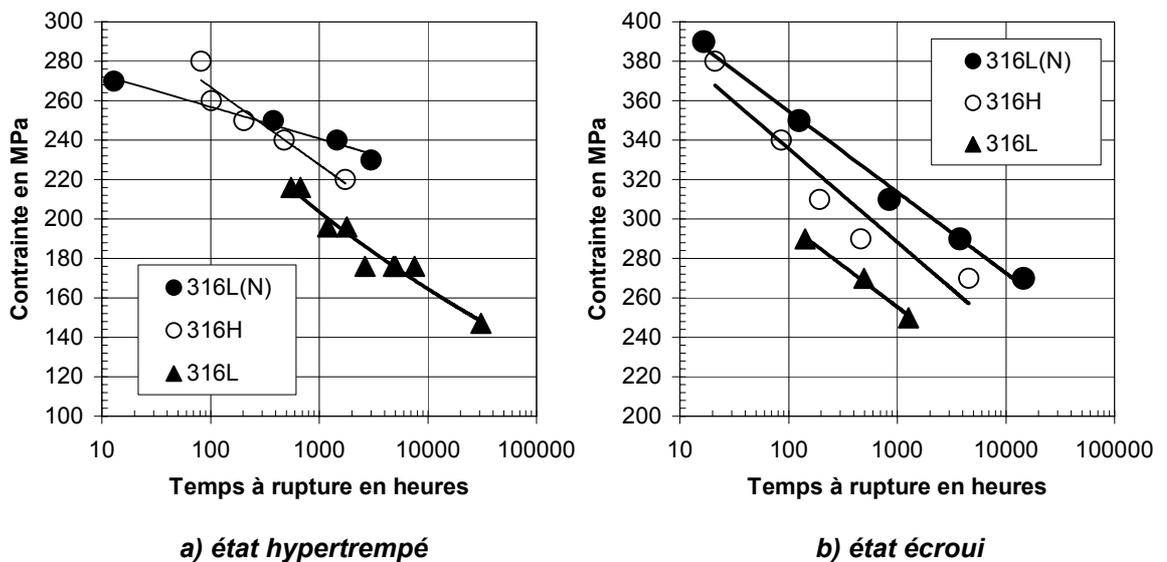


Figure 130 : Temps à rupture en fonction de la contrainte nominale lors d'essais de fluage à 600°C sur éprouvettes lisses en acier 316L(N), 316H et 316L à l'état écroui et à l'état hypertempé

Les courbes de fluage obtenues lors des essais réalisés sur l'acier 316L(N) sont présentées sur la Figure 131. Le niveau de contrainte appliquée ne change pas l'allure des courbes. L'écroissage, en revanche, diminue nettement l'allongement de fin de stade primaire ainsi que l'allongement à rupture. A l'état écroui, l'allongement de fin de stade secondaire est très faible, de l'ordre de 1%, l'accroissement de la vitesse de déformation lors du stade tertiaire ne peut donc être associée à l'augmentation de la contrainte liée à la réduction de section. Comme on le verra au paragraphe III.2.2.2 c'est le développement de l'endommagement intergranulaire qui provoque cette accélération.

L'écroissage de l'acier 316H produit un effet similaire (Figure 132). On remarque également que cet acier est plus fragile que l'acier 316L(N), à l'état hyperecroui comme à l'état écroui. Des allongements à rupture inférieurs à 1% ont été mesurés sur l'acier 316H à l'état écroui ! L'acier 316L à l'état écroui possède quant à lui une ductilité similaire à celle de l'acier 316L(N) écroui (Figure 133).

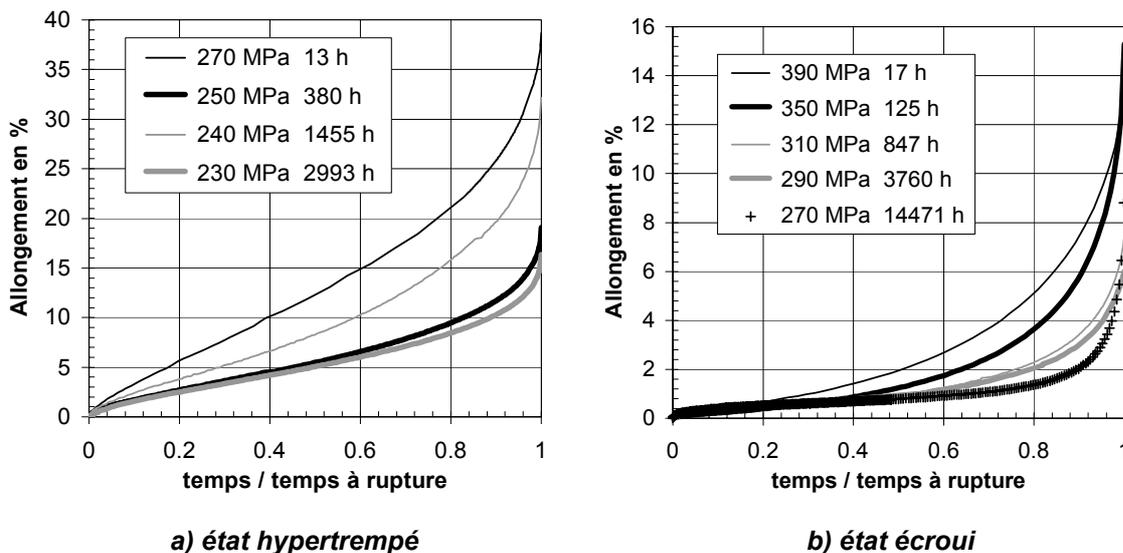


Figure 131 : Allongement de fluage en fonction du rapport entre le temps de fluage et le temps à rupture lors d'essais à 600°C sur éprouvettes lisses en acier 316L(N) à l'état écroui et à l'état hyperecroui

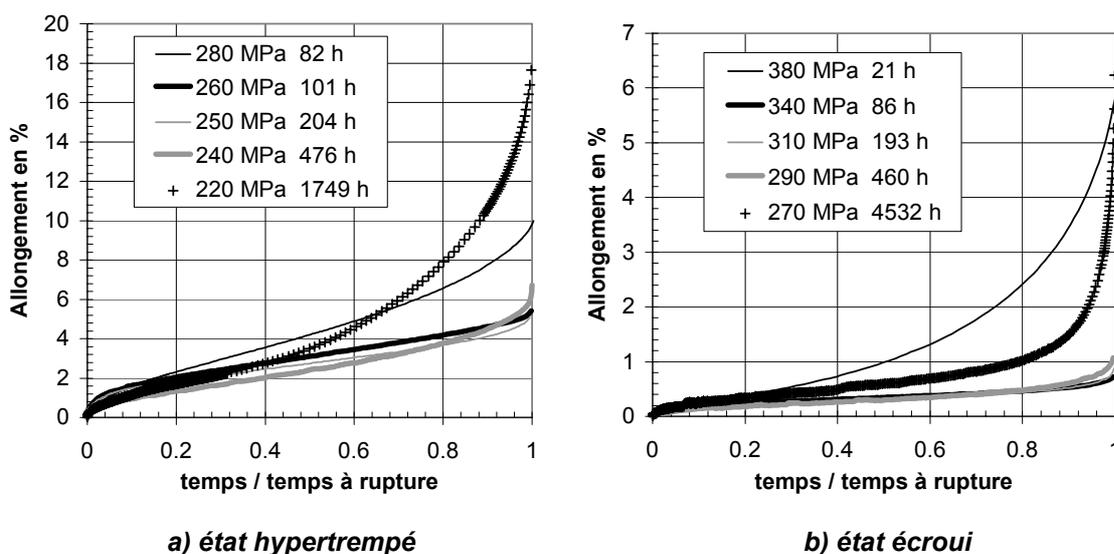


Figure 132 : Allongement de fluage en fonction du rapport entre le temps de fluage et le temps à rupture lors d'essais à 600°C sur éprouvettes lisses en acier 316H à l'état écroui et à l'état hyperecroui

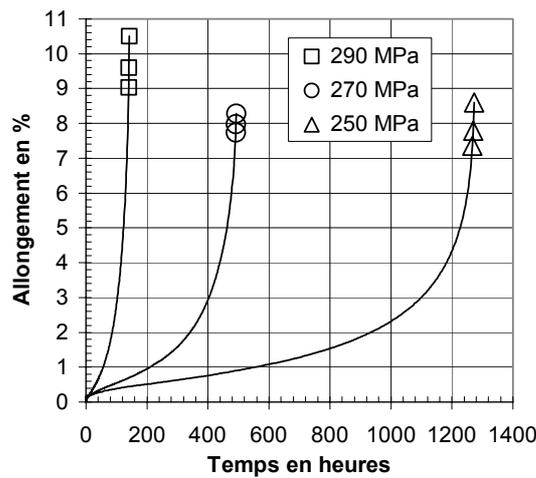


Figure 133 : Allongement de fluage en fonction du temps de fluage lors d'essais à 600°C sur éprouvettes lisses en acier 316L à l'état écroui

La Figure 134 présente, en fonction de la vitesse de déformation, l'allongement et la réduction de section à rupture des éprouvettes lisses en acier 316L(N) testées en traction et en fluage. La réduction de section ( $S/S_0$ ) est mesurée au banc laser après essai. L'allongement à rupture mesuré lors des essais de fluage correspond à la somme de l'allongement de mise en charge et de l'allongement de fluage proprement dit. La vitesse de déformation en question est la vitesse de fluage secondaire pour les essais de fluage et la vitesse de déformation totale pour les essais de traction. On constate sur cette figure que la ductilité de cet acier baisse progressivement avec la vitesse de déformation. Les valeurs de réduction de section concernant l'état hypertrempé et l'état écroui sont relativement proches. En revanche, l'allongement à rupture est nettement plus faible pour l'état écroui que pour l'état hypertrempé.

Des tendances tout à fait similaires sont observées sur l'acier 316H (Figure 135) et sur l'acier 316L (Figure 136). A vitesse de déformation relativement faible, on remarque que l'acier 316H est plus fragile que les deux autres aciers à l'état écroui comme à l'état hypertrempé. En revanche, à vitesse de déformation élevée les trois aciers possèdent une ductilité équivalente. Notons que la baisse de la ductilité liée à l'érouissage ne semble pas dépendre de l'acier étudié.

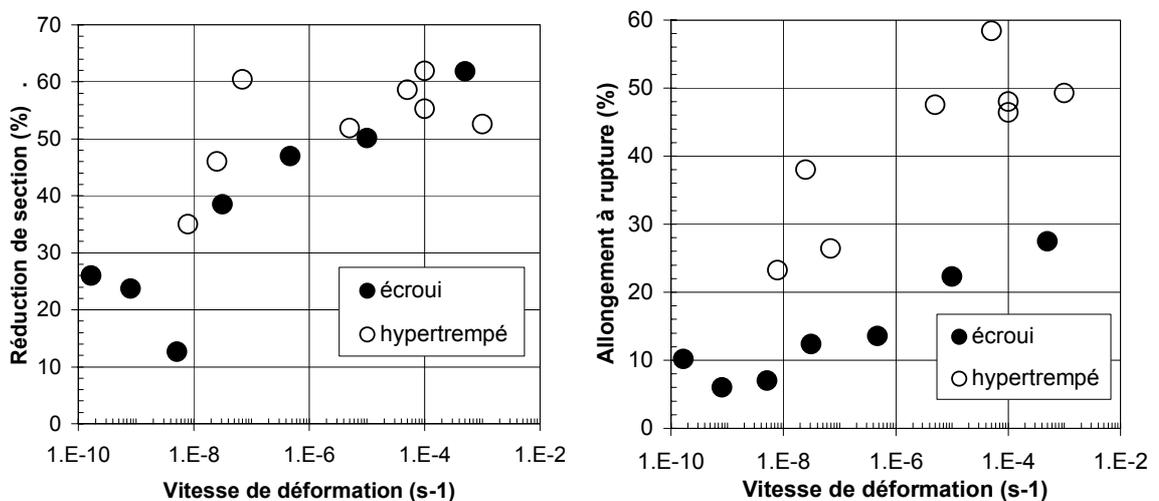


Figure 134 : Réduction de section et allongement à rupture mesurés sur éprouvettes lisses en acier 316L(N) à l'état écroui et à l'état hypertrempé après traction ou fluage à 600°C

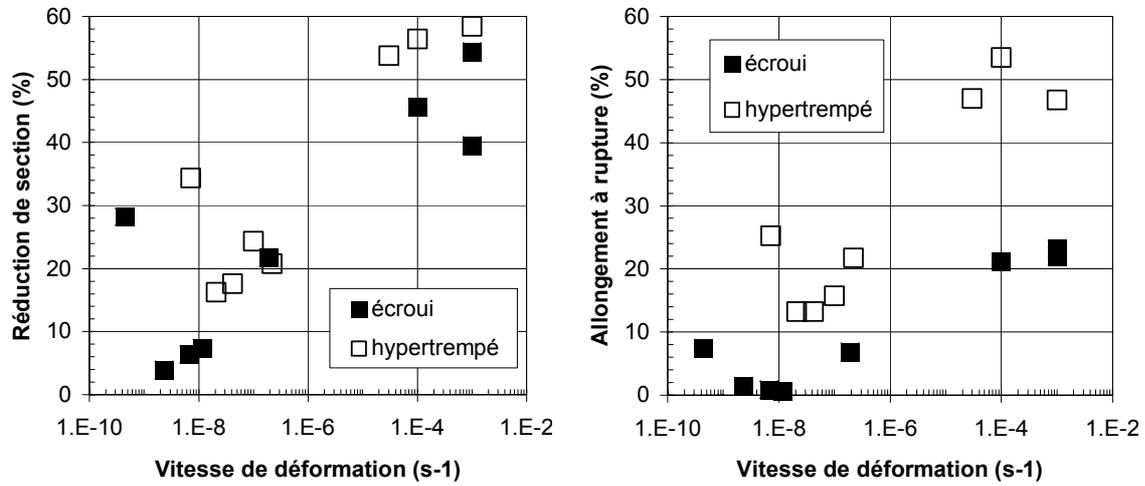


Figure 135 : Réduction de section et allongement à rupture mesurés sur éprouvettes lisses en acier 316H à l'état écroui et à l'état hypertrempé après traction ou fluage à 600°C

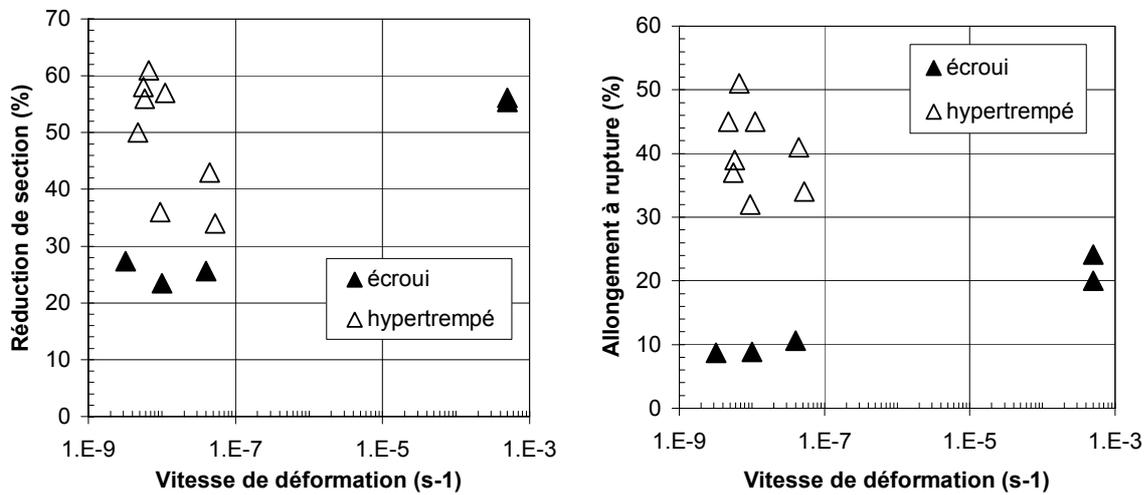


Figure 136 : Réduction de section et allongement à rupture mesurés sur éprouvettes lisses en acier 316L à l'état écroui et à l'état hypertrempé après fluage à 600°C

### III.2.2.2 Observations

#### a) Acier 316H

Les éprouvettes en acier 316H à l'état hypertrempé testées en traction présentent des faciès de rupture ductiles de type « cup and cone » : Une zone relativement plate (perpendiculaire à l'axe de traction) au centre du faciès est entourée par des zones de cisaillement (plans orientés à 45° vis-à-vis de l'axe de traction)

Des fractographies réalisées sur ces deux zones sont présentées sur la Figure 137. Les éprouvettes en acier 316H à l'état écroui présentent exactement le même mode de rupture en traction : striction importante puis germination et croissance de cavités dans la zone centrale autour des inclusions et enfin rupture par localisation de la déformation dans des plans à 45°. Les faciès de rupture des éprouvettes à l'état écroui sont donc identiques à ceux des éprouvettes à l'état hypertrempé (Figure 138). L'allongement à rupture des éprouvettes à l'état écroui est pourtant bien plus faible (Figure 135). En effet, la striction intervient pour une déformation plus faible dans le cas des éprouvettes à l'état écroui car la capacité d'écrouissage résiduelle est faible. Rappelons que l'application du critère de Considère ( $dF = Sd\sigma + \sigma dS = 0$  soit  $d\sigma/d\varepsilon = \sigma$ ) prédit bien ce résultat. La chute de l'allongement à rupture constatée après écrouissage est donc un phénomène directement lié au comportement de l'acier et non à un changement de mode de rupture.

Les éprouvettes rompues en fluage à 600°C présentent un faciès de rupture différent de celui des éprouvettes rompues en traction : une partie du faciès est de type intergranulaire fragile (Figure 139) et l'autre partie est transgranulaire ductile (Figure 140). Contrairement à la partie intergranulaire qui est relativement plate, la partie transgranulaire est orientée à 45° vis à vis de l'axe de traction. Aucune différence entre l'état écroui et l'état hypertrempé n'a pu être constatée sur les fractographies.

Ces observations montrent que la baisse de la ductilité avec la vitesse de déformation (Figure 135) est liée à l'apparition de l'endommagement intergranulaire de fluage. En revanche, ces observations ne permettent pas d'expliquer la baisse de l'allongement à rupture consécutive à l'écrouissage, car le mode de rupture n'est pas modifié par l'écrouissage.

Concernant l'acier 316H à l'état hypertrempé, les observations décrites ici sont conformes à celles évoquées dans la partie Bibliographie. L'existence d'une transition de mécanisme de rupture (transgranulaire ductile à vitesse rapide et en partie intergranulaire fragile à vitesse lente) est confirmée. On a pu constater que l'acier 316H à l'état écroui présente le même type de transition.

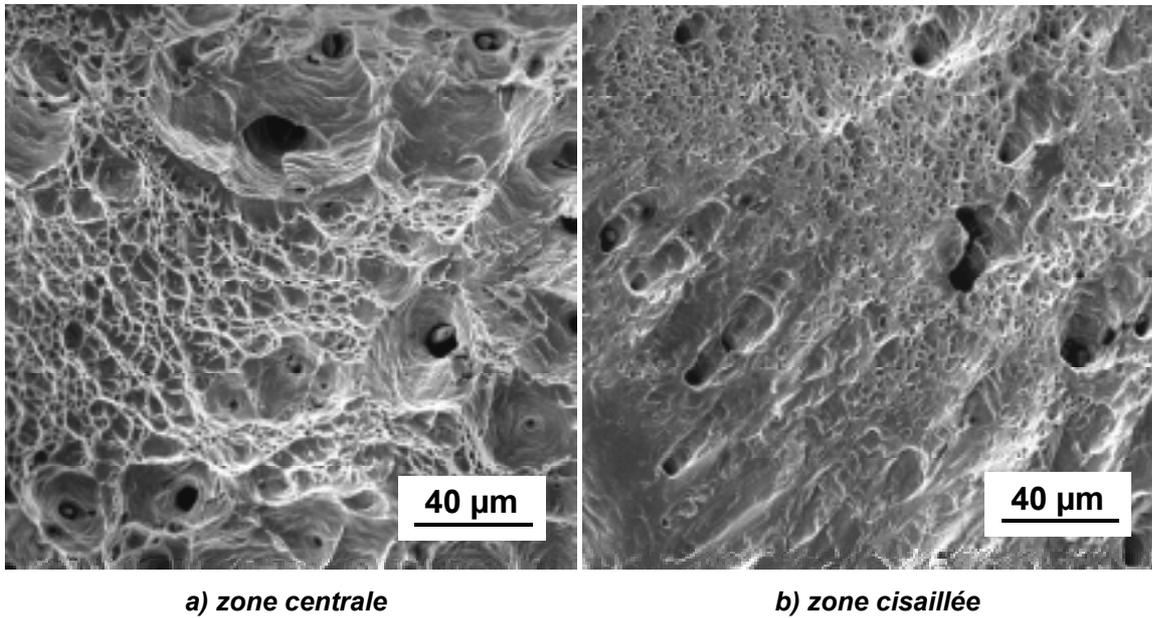


Figure 137 : Fractographie en microscopie électronique à balayage de l'acier **316H** à l'état **hypertrempé** testé en **traction** à 600°C, vitesse de déformation  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$

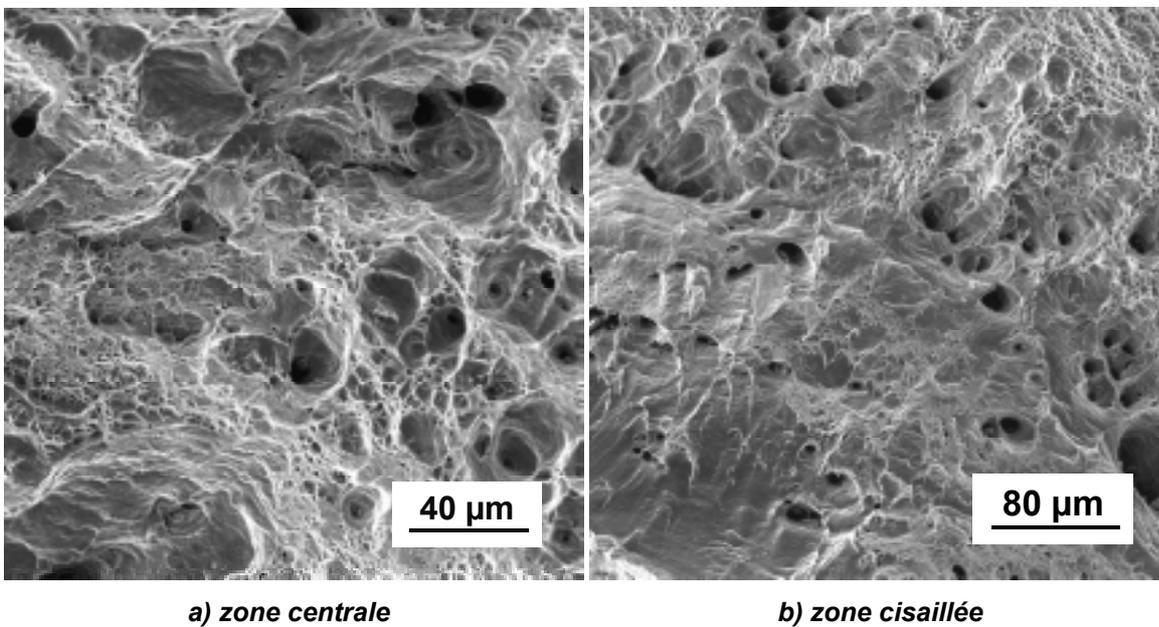


Figure 138 : Fractographie en microscopie électronique à balayage de l'acier **316H** à l'état **écroui** testé en **traction** à 600°C, vitesse de déformation  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$

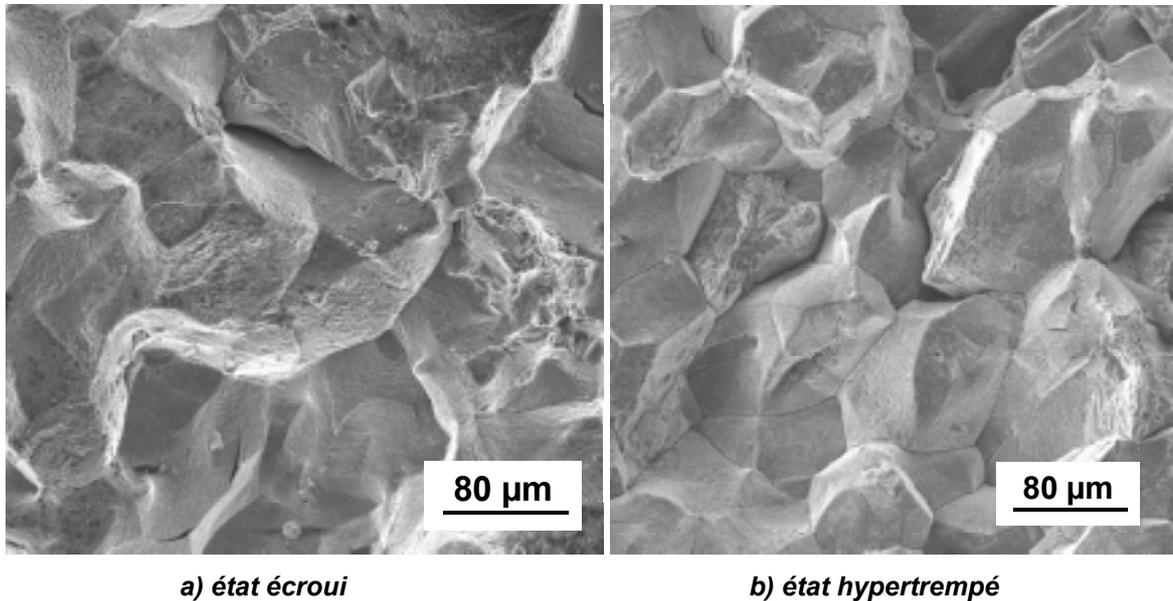


Figure 139 : Fractographie en microscopie électronique à balayage de l'acier **316H** à l'état écroui et à l'état hypertrempé testé en **fluage** à 600°C, vitesse de déformation en stade secondaire  $7.10^{-9} s^{-1}$  et  $2.10^{-8} s^{-1}$  respectivement

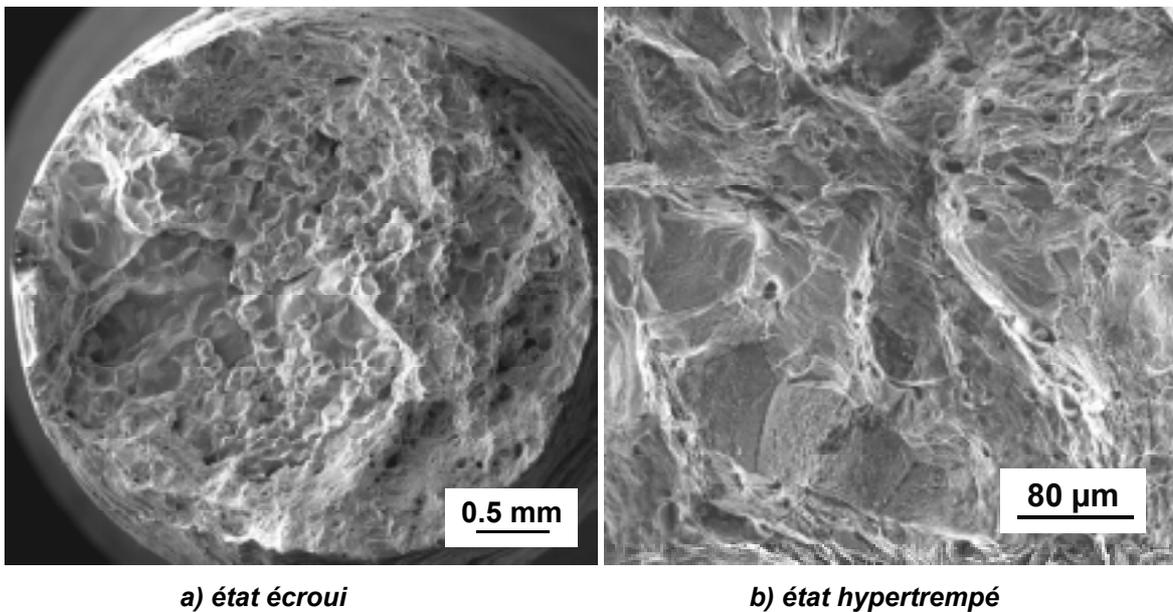


Figure 140 : Fractographie en microscopie électronique à balayage de l'acier **316H** à l'état écroui et à l'état hypertrempé testé en **fluage** à 600°C, vitesse de déformation en stade secondaire  $7.10^{-9} s^{-1}$  et  $2.10^{-8} s^{-1}$  respectivement

**b) Acier 316L(N)**

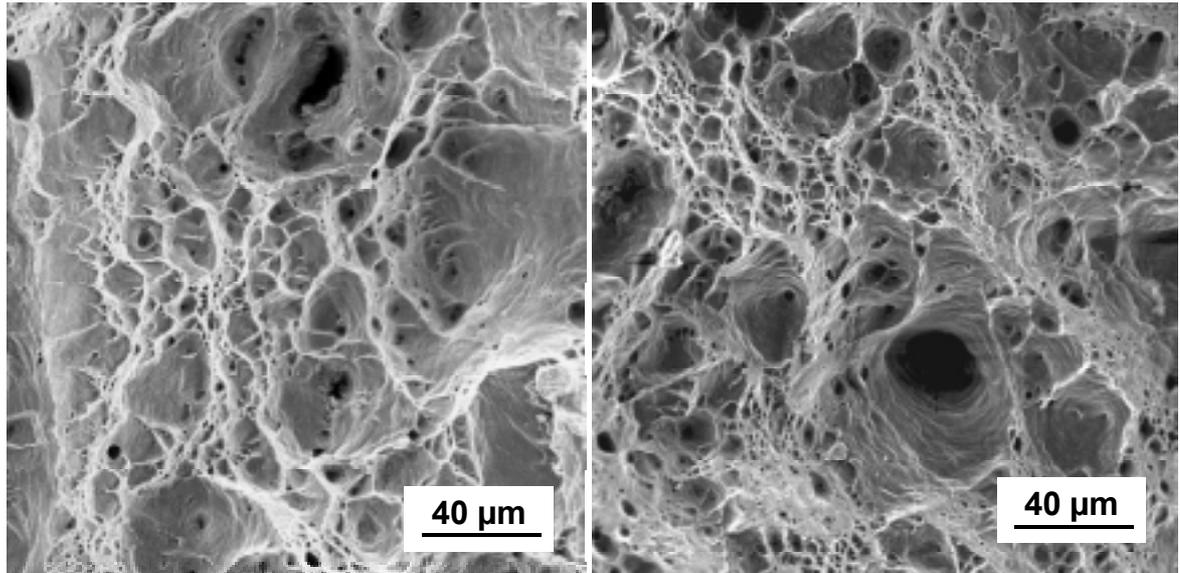
Comme pour l'acier 316H, la rupture en traction des éprouvettes en acier 316L(N) à l'état écroui ou à l'état hypertrempé est de type ductile à cupules (Figure 141). Cet acier étant particulièrement « propre », il contient peu d'inclusions de sulfure de manganèse. On a pu remarquer que les alignements de ferrite servent alors de sites de germination des cavités. La Figure 142 présente une coupe polie d'une éprouvette en acier 316L(N) à l'état hypertrempé qui met en évidence la zone centrale endommagée et les zones latérales cisailées. Comme pour l'acier 316H, la diminution de l'allongement à rupture en traction consécutive à l'écrouissage de l'acier 316L(N) n'est pas due à un changement de mécanisme de rupture, mais à l'effet de la loi de comportement sur l'apparition de la striction.

Contrairement au cas de l'acier 316H, seul le faciès d'une éprouvette en acier 316L(N) à l'état écroui testée en fluage présente une zone de rupture intergranulaire ; toutes les autres éprouvettes ont rompu de manière apparemment transgranulaire ductile (Figure 143). Ces faciès de rupture ductile en fluage sont tout de même différents de ceux obtenus par rupture en traction. En les examinant attentivement, on peut parfois distinguer quelques facettes intergranulaires oxydées au fond de grandes cupules (Figure 144). L'observation de coupes longitudinales des éprouvettes à l'état hypertrempé (Figure 145) confirme l'existence de ces grandes cavités qui croissent de manière ductile à partir de facettes intergranulaires. Plus les micro-fissures intergranulaires sont éloignées du faciès de rupture moins elles sont ouvertes. Il y a donc transition de mécanisme de rupture pendant l'essai : endommagement intergranulaire fragile dans un premier temps et transgranulaire ductile dans un deuxième temps. Des observations similaires ont été réalisées sur les éprouvettes testées à l'état écroui (Figure 146). Sur cette figure on remarque également que la dernière étape de la rupture s'effectue par cisaillement localisé de l'acier. Cette déformation importante explique que le caractère intergranulaire de l'endommagement des éprouvettes n'apparaisse pas clairement sur les faciès de rupture.

Afin de déterminer si l'endommagement intergranulaire se développe ou non lors des essais de fluage, une coupe polie de chaque éprouvette a donc été observée. Les résultats apparaissent dans le Tableau 21. On constate alors que l'endommagement intergranulaire ne se développe pas lors des essais de courte durée. De plus, l'écrouissage semble favoriser l'apparition de l'endommagement intergranulaire car pour un temps à rupture de 125 h, l'endommagement est intergranulaire dans le cas de l'état écroui alors que pour un temps à rupture de 380 h, l'endommagement de l'acier à l'état hypertrempé ne l'est pas. En revanche, en termes de vitesse de déformation secondaire, la différence entre les deux états métallurgiques est moins nette. Il semble même qu'il existe une vitesse seuil commune aux deux états en-deçà de laquelle l'endommagement devient intergranulaire (environ  $5 \cdot 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ ).

Si, à vitesse de déformation donnée, le mode d'endommagement et de rupture ne semble pas modifié par l'écrouissage, le développement de l'endommagement intergranulaire est quant à lui fortement accéléré par l'écrouissage : Une coupe longitudinale d'une éprouvette en acier 316L(N) à l'état hypertrempé réalisée après 11.7% de déformation de fluage (vitesse secondaire de  $3 \cdot 10^{-9} \text{ s}^{-1}$ ) n'a révélé que quelques facettes intergranulaires endommagées. A l'état écroui, une déformation de 6.5% a suffi en revanche pour endommager fortement l'éprouvette présentée sur la Figure 147. La diminution de l'allongement à rupture liée à l'écrouissage (Figure 134) apparaît donc comme une conséquence de l'accélération du développement de l'endommagement intergranulaire.

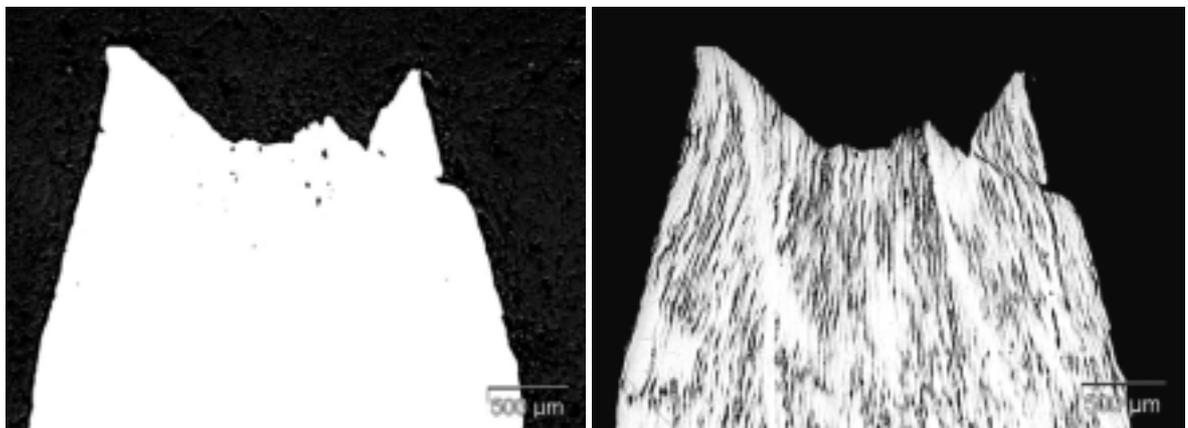
La Figure 147 montre que les facettes intergranulaires endommagées sont orientées préférentiellement de façon perpendiculaire à la direction de traction. Cette remarque ainsi que les autres résultats sont conformes à ceux présentés dans la partie Bibliographie.



**a) état écroui**

**b) état hypertrempé**

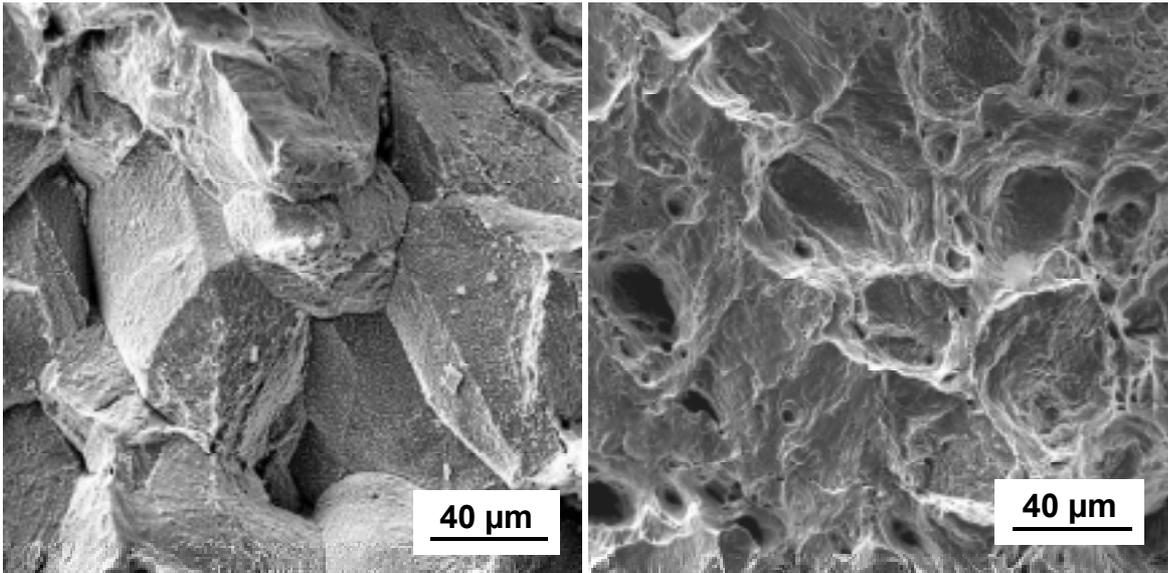
Figure 141 : Fractographie en microscopie électronique à balayage de l'acier **316L(N)** à l'état hypertrempé et à l'état écroui testé en **traction** à 600°C, vitesse de déformation  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $5.10^{-4} \text{ s}^{-1}$  respectivement



**a) polie**

**b) attaquée**

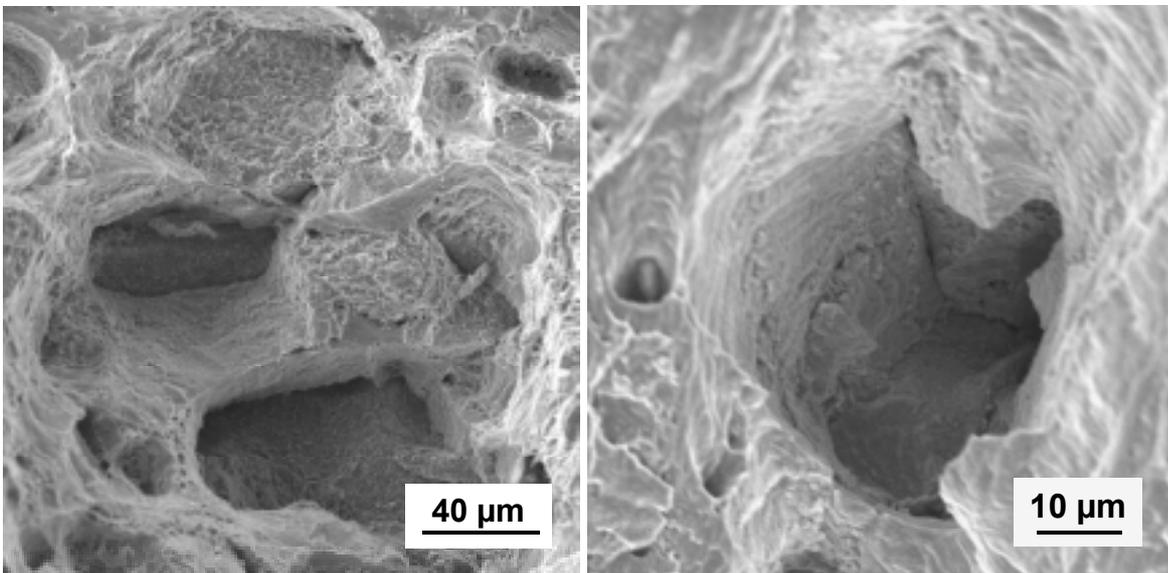
Figure 142 : Observation par microscopie optique de la coupe polie d'une éprouvette en acier **316L(N)** à l'état **hypertrempé** rompue en **traction** à 600°C à une vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$



a) éprouvette 464-243

b) éprouvette 464-242

Figure 143 : Fractographie en microscopie électronique à balayage de l'acier **316L(N)** à l'état **écroui** testé en **fluage** à 600°C, vitesse de déformation en stade secondaire pour a)  $5.10^{-9} s^{-1}$  et pour b)  $3.10^{-8} s^{-1}$



a) état **écroui**

b) état **hypertrempé**

Figure 144 : Fractographie en microscopie électronique à balayage de l'acier **316L(N)** à l'état **écroui** et à l'état **hypertrempé** testé en **fluage** à 600°C, vitesse de déformation en stade secondaire pour a)  $2.10^{-10} s^{-1}$  et pour b)  $2.10^{-8} s^{-1}$

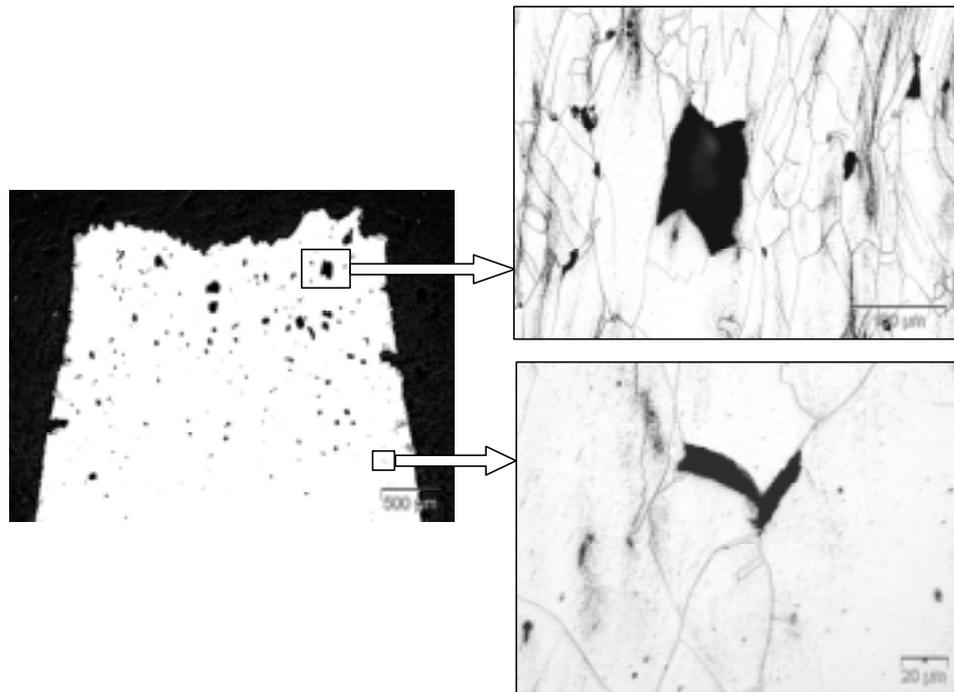


Figure 145 : Observation par microscopie optique d'une coupe longitudinale polie et attaquée d'une éprouvette en acier **316L(N)** à l'état **hypertrempé** testé en **fluage** à 600°C, vitesse de déformation en stade secondaire  $8.10^{-9} s^{-1}$

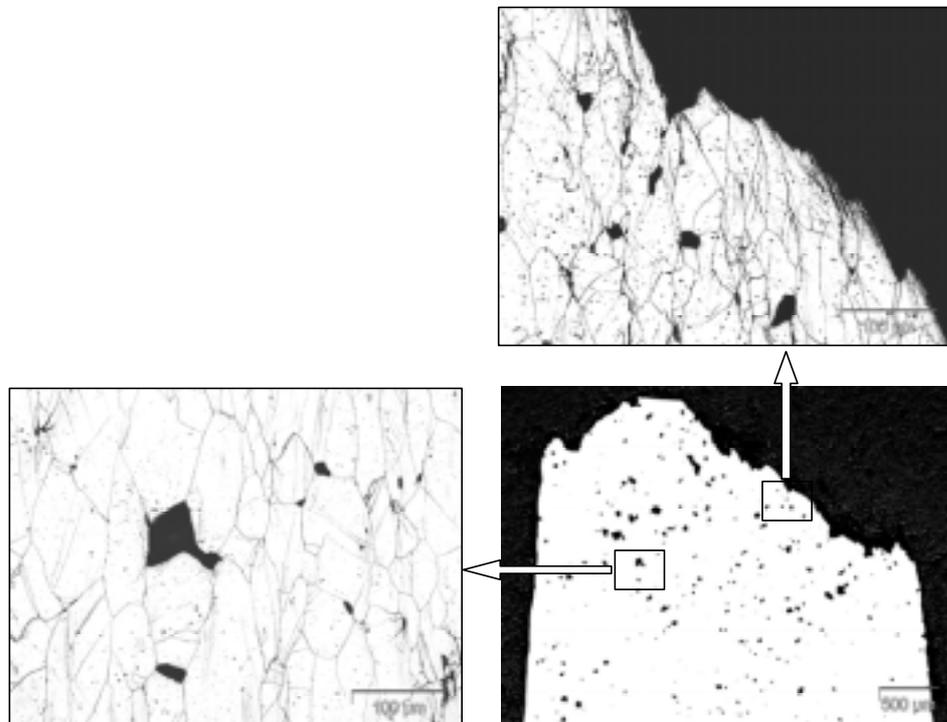


Figure 146 : Observation par microscopie optique d'une coupe longitudinale polie et attaquée d'une éprouvette en acier **316L(N)** à l'état **écroui** testé en **fluage** à 600°C, vitesse de déformation en stade secondaire  $3.10^{-8} s^{-1}$

Etat	Contrainte nominale (MPa)	Temps à rupture (h)	Vitesse de fluage secondaire ( $s^{-1}$ )	Type de faciès de rupture	Endommagement observé en coupe
Hypertrempé	230	2993	$7.9 \cdot 10^{-9}$	Cupules + quelques facettes intergranulaires	Intergranulaire
Hypertrempé	240	1455	$2.6 \cdot 10^{-8}$	Cupules + quelques facettes intergranulaires	Intergranulaire
Hypertrempé	250	380	$6.9 \cdot 10^{-8}$	Cupules	Transgranulaire
Hypertrempé	270	13	$5.0 \cdot 10^{-6}$	Cupules	Transgranulaire
Ecroui	270	14471	$1.7 \cdot 10^{-10}$	Cupules + quelques facettes intergranulaires	Intergranulaire
Ecroui	290	3760	$9.7 \cdot 10^{-10}$	Cupules + quelques facettes intergranulaires	Intergranulaire
Ecroui	310	847	$5.1 \cdot 10^{-9}$	Cupules + zone intergranulaire fragile	Intergranulaire
Ecroui	350	125	$3.1 \cdot 10^{-8}$	Cupules + quelques facettes intergranulaires	Intergranulaire
Ecroui	390	16.6	$4.7 \cdot 10^{-7}$	Cupules	Transgranulaire

Tableau 21 : Mode d'endommagement des éprouvettes lisses rompues en fluage à 600°C, acier **316L(N)** à l'état écroui et à l'état hypertrempé

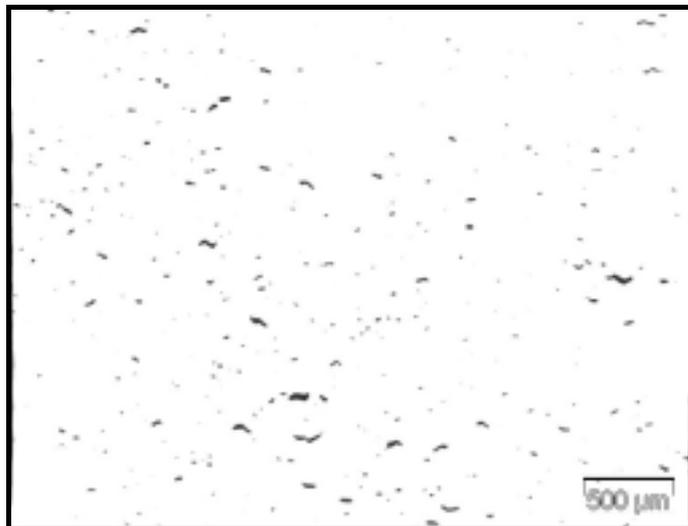
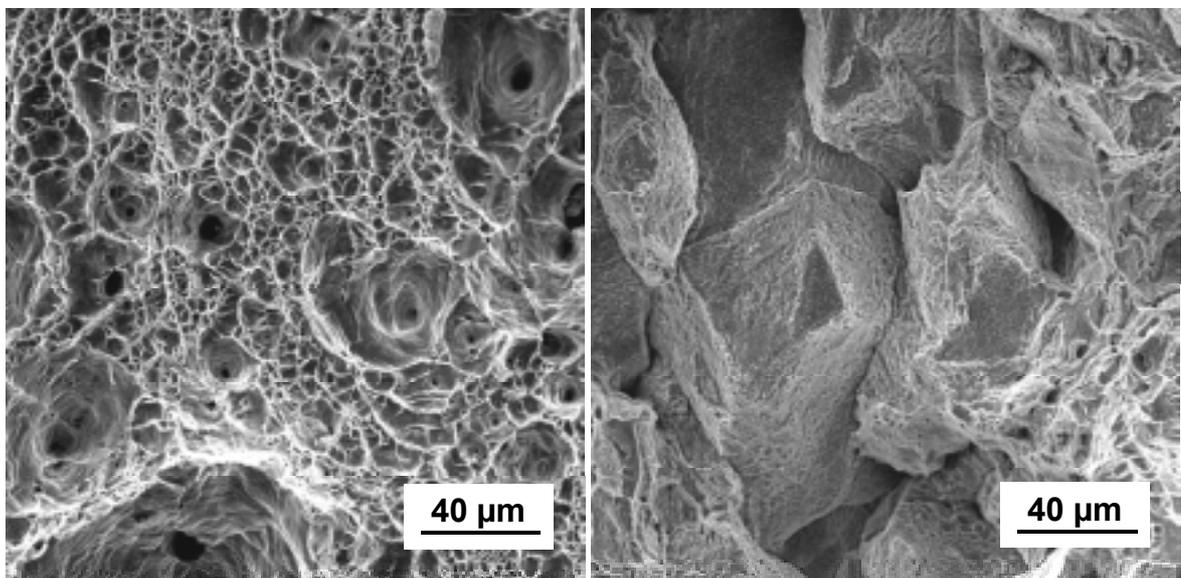


Figure 147 : Endommagement intergranulaire observé par microscopie optique sur coupe polie d'une éprouvette en acier **316L(N)** à l'état écroui, testée en fluage à 600°C, vitesse de fluage secondaire de  $5.10^{-9} s^{-1}$ , direction de traction verticale

**c) Acier 316L**

Les fractographies réalisées sur l'acier 316L à l'état écroui ne présentent pas de différence notable avec l'acier 316L(N). Comme le montre la Figure 148, la rupture en traction est transgranulaire ductile à cupules et la rupture en fluage est mixte : quelques facettes intergranulaires sont visibles mais le faciès est principalement transgranulaire ductile.

Comme pour les autres aciers, l'ensemble des résultats relatifs à l'acier 316L est présenté sous forme de tableaux en **Annexe E**.



**a) traction**

**b) fluage**

Figure 148 : Fractographie en microscopie électronique à balayage de l'acier **316L** à l'état écroui testé en traction et en fluage à 600°C, vitesse de déformation pour a)  $5.10^{-4} s^{-1}$  et vitesse de déformation en stade secondaire pour b)  $1.10^{-8} s^{-1}$

### III.2.3 Essais de fluage sur éprouvettes entaillées

#### III.2.3.1 Conditions expérimentales et remarques préliminaires

Afin d'étudier l'influence du taux de triaxialité des contraintes sur les modes d'endommagement et de rupture des aciers 316 à l'état écroui et à l'état hypertrempé, des essais de fluage sur éprouvettes axisymétriques entaillées ont été réalisés à 600°C. Le plan des éprouvettes utilisées se trouve en **Annexe D** (page 307). Deux géométries différentes ont été choisies afin de faire varier le taux de triaxialité des contraintes : les éprouvettes FLE 1-6 (diamètre nominal 6 mm et rayon d'entaille de 1 mm) et les éprouvettes FLE 4-6 (diamètre nominal 6 mm et rayon d'entaille de 4 mm). Les collerettes situées de part et d'autre des entailles permettent de fixer le système d'extensométrie qui est relié à deux capteurs capacitifs possédant une résolution de l'ordre de 0.2  $\mu\text{m}$  sur une base de mesure de 25 mm. L'allongement des éprouvettes entaillées, exprimé en mm, correspond donc à l'allongement de la partie située entre les collerettes.

Les essais décrits dans ce paragraphe ont, pour la plupart, été menés jusqu'à rupture. Quelques essais sur éprouvettes entaillées ont, cependant, été interrompus en cours de stade tertiaire afin d'observer l'endommagement sur des coupes longitudinales polies. Ces derniers seront utilisés pour l'identification par approche locale des paramètres du modèle d'endommagement intergranulaire proposé dans la partie Modélisation. Lorsque le niveau d'endommagement observé sur coupe polie est important, on s'est permis de placer l'essai correspondant dans les graphiques donnant le temps à rupture en fonction de la contrainte nominale aux côtés des essais ayant véritablement conduit à la rupture. Le lecteur trouvera en **Annexe E** les données précises concernant tous ces essais.

Certains essais ont été réalisés au CEA/SRMA, d'autres au CdM de l'ENSMP. Les conditions d'essais sont similaires à celles des essais de fluage sur éprouvettes lisses (cf. § III.1.2.1). Notons que les machines du CdM disposent d'un vérin électrique régulé sur le signal de la cellule de charge. Les mises en charge peuvent donc être réalisées en exactement 100 s avec une vitesse de charge constante. Les machines du CEA disposent d'un vérin électrique pour la mise en charge dont la vitesse est réglée manuellement. La durée de mise en charge varie alors entre 1 et 2 minutes. Au lieu d'être attachés aux éprouvettes par du fil en fibres céramiques comme au CEA, les thermocouples (de type K) utilisés au CdM sont soudés par points. La Figure 149 montre que la dispersion expérimentale pour une charge donnée entre deux essais réalisés dans un même laboratoire est du même ordre de grandeur que la dispersion entre les deux laboratoires – à savoir un facteur deux sur les temps à rupture.

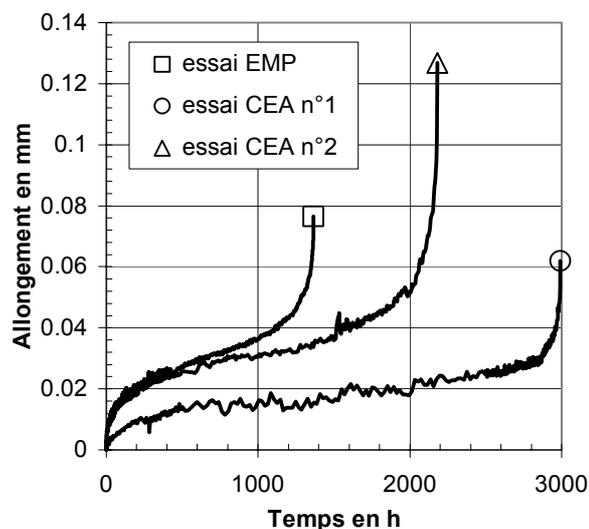


Figure 149 : Essais de fluage à 600°C sur éprouvettes FLE 1-6 en acier 316L(N) à l'état écroui sous 370 MPa, observation de la **dispersion expérimentale**

### III.2.3.2 Mesures

Seuls les aciers 316L(N) et 316H ont été testés en fluage sur éprouvettes entaillées.

#### a) Acier 316L(N)

Comme dans le cas des éprouvettes lisses, les niveaux de charge imposée lors des essais de fluage sur éprouvettes entaillées sont tels que la mise en charge est globalement élastique pour l'acier à l'état écroui, alors qu'elle conduit à une forte déformation plastique de l'acier à l'état hyperefforté. La Figure 150 présente les courbes de mise en charge obtenues sur l'état hyperefforté. L'allongement de mise en charge des éprouvettes en acier à l'état écroui est de l'ordre de 20  $\mu\text{m}$ .

La Figure 151a présente les courbes de fluage en coordonnées réduites obtenues lors des essais réalisés sur des éprouvettes FLE 1-6 en acier 316L(N) à l'état écroui. En terme d'allongement de fin de stade primaire ou d'allongement à rupture, la dispersion entre des essais menés à la même charge est du même ordre que la dispersion entre essais menés à des charges différentes. La Figure 151 montre que, comme dans le cas des éprouvettes lisses, l'écrouissage diminue fortement l'allongement de fin de stade primaire ainsi que l'allongement à rupture. Les résultats obtenus sur les éprouvettes FLE 4-6 présentent une tendance similaire (Figure 152).

L'effet d'entaille sur la durée de vie en fluage est présenté sur la Figure 153. A même contrainte nominale, l'entaille augmente le temps à rupture dans tous les cas. On remarque également que cet effet d'entaille est du même ordre de grandeur dans le cas de l'état écroui que dans le cas de l'état hyperefforté. L'effet positif de l'écrouissage sur la durée de vie ne semble donc pas modifié par la présence d'entailles. Rappelons que l'effet de renfort par l'entaille s'explique simplement par le fait que l'augmentation du taux de triaxialité des contraintes (à contrainte axiale moyenne constante) entraîne la chute de la contrainte équivalente de Von Mises et donc la chute de la vitesse de déformation. Il faut également rappeler que les éprouvettes lisses à l'état écroui sont légèrement plus dures que les éprouvettes entaillées car elles sont prélevées au quart épaisseur et non à mi-épaisseur.

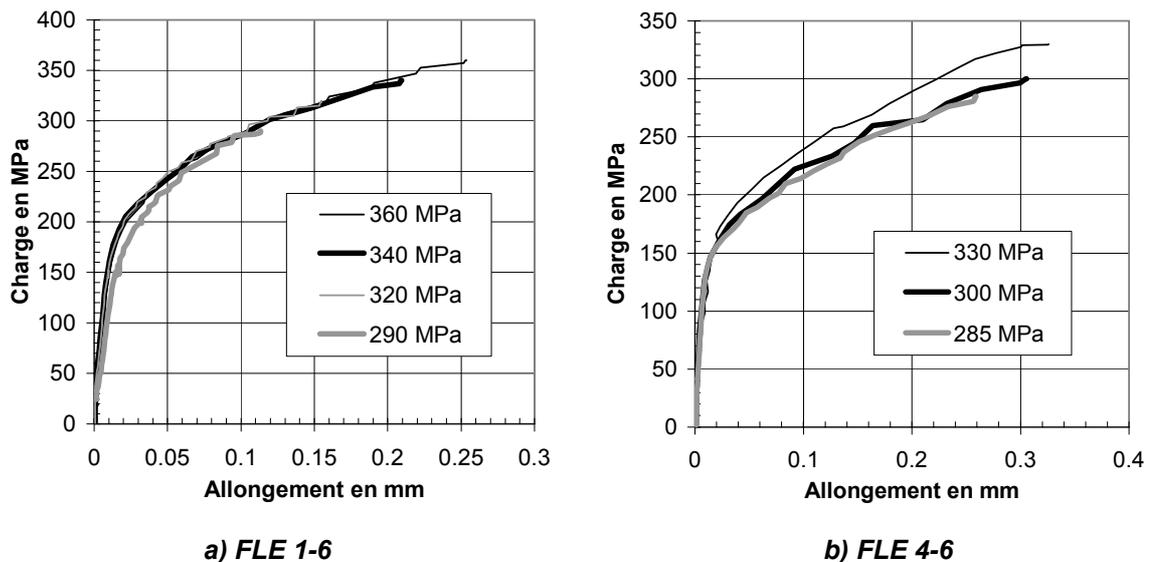


Figure 150 : Courbes de mise en charge des essais de fluage à 600°C sur éprouvettes entaillées en acier 316L(N) à l'état hyperefforté

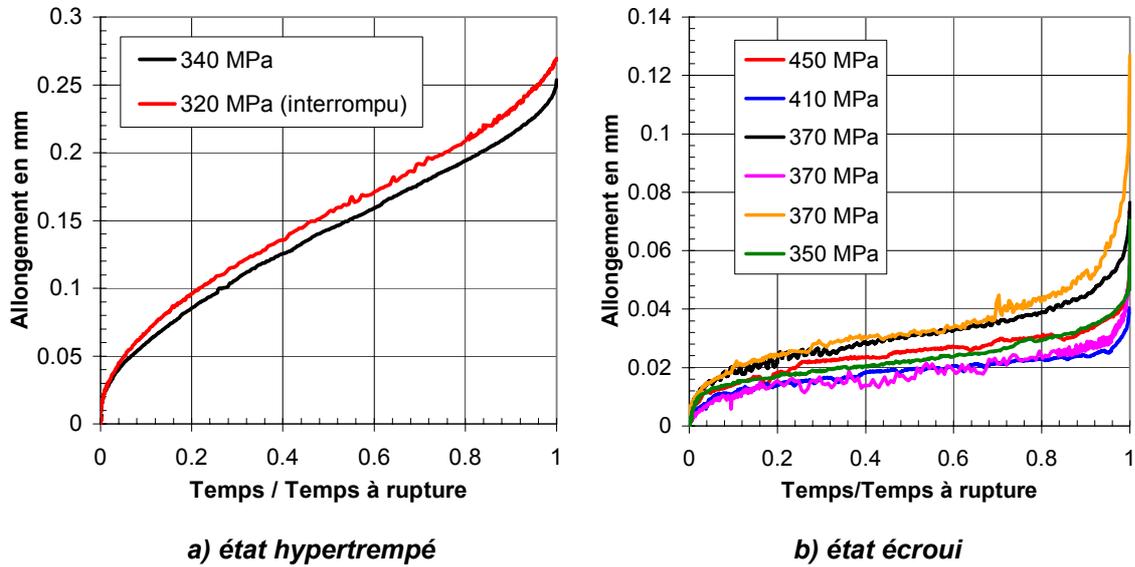


Figure 151 : Courbes de fluage réduites à 600°C sur éprouvettes entaillées FLE 1-6 en acier 316L(N) à l'état écroui et à l'état hypertrempé

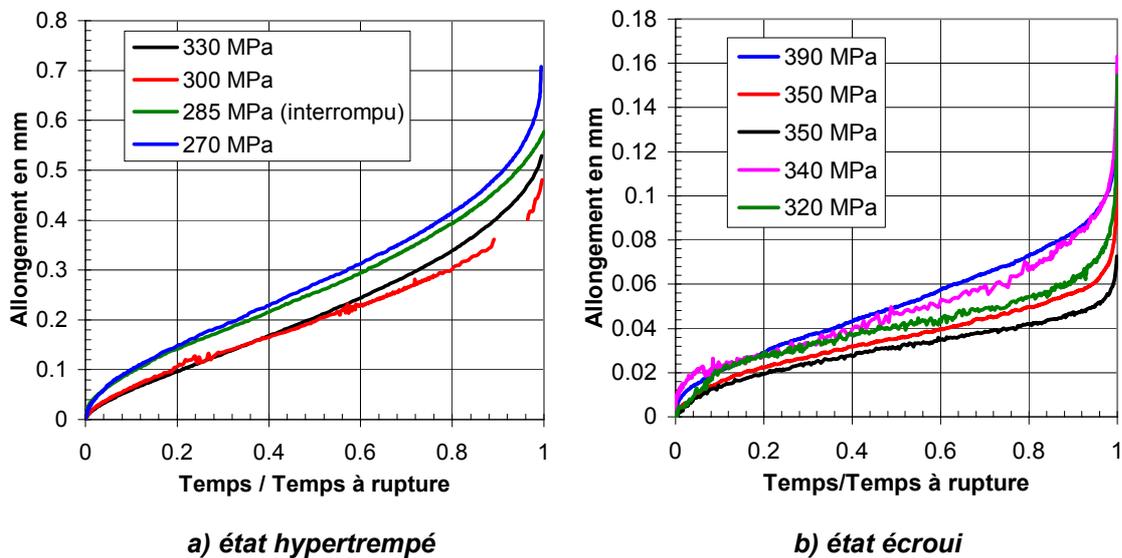


Figure 152 : Courbes de fluage réduites à 600°C sur éprouvettes entaillées FLE 4-6 en acier 316L(N) à l'état écroui et à l'état hypertrempé

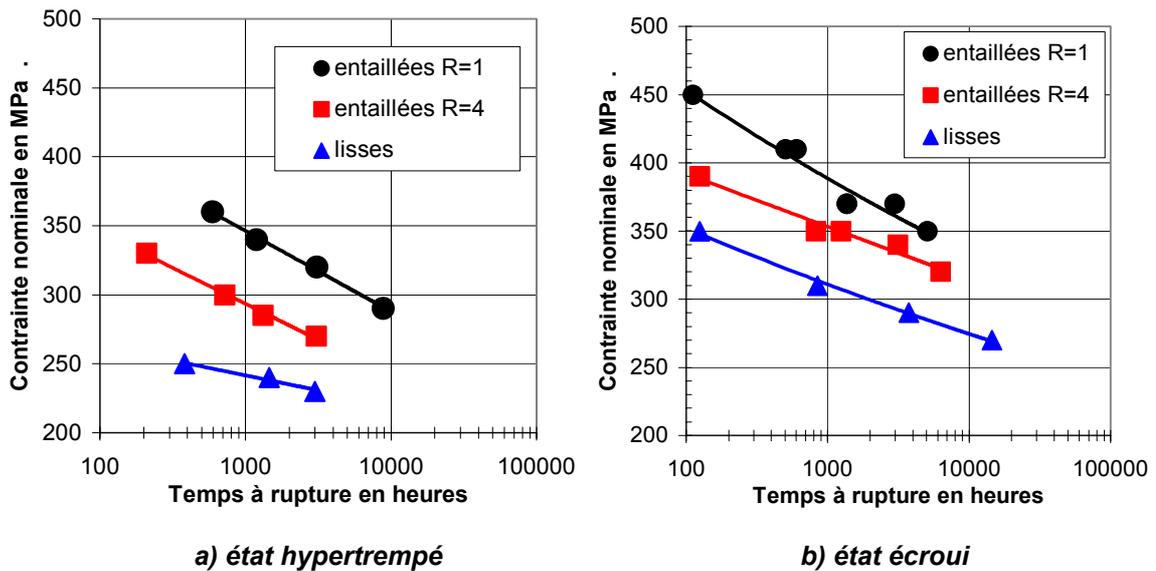


Figure 153 : Durée de vie en fluage à 600°C de l'acier 316L(N) à l'état écroui et à l'état hypotempé en fonction du rayon d'entaille et de la contrainte nominale

#### b) Acier 316H

Les courbes de fluage obtenues sur les éprouvettes FLE1-6 en acier 316H sont présentées sur la Figure 154. Comme dans le cas de l'acier 316L(N), l'écrouissage réduit nettement l'allongement de fin de primaire et l'allongement à rupture. On constate également en comparant la Figure 154 et la Figure 151 que l'acier 316H est bien plus fragile que l'acier 316L(N). Sur les éprouvettes FLE4-6, les tendances sont identiques (Figure 155 et Figure 152).

Contrairement au cas de l'acier 316L(N), l'effet d'entaille sur l'acier 316H à l'état écroui et à l'état hypotempé n'est que faiblement positif (Figure 156). A l'état écroui, l'absence d'effet est particulièrement nette. L'entaille entraîne pourtant bien comme dans l'acier 316L(N) une baisse de la contrainte de Von Misès et donc de la vitesse de déformation. L'augmentation du taux de triaxialité favorise certainement le développement de l'endommagement comme on l'a vu dans la partie Bibliographie. Mais pour quelle raison favoriserait-il davantage l'endommagement de l'acier 316H que celui de l'acier 316L(N) ? Les comportements mécaniques de ces aciers sont en effet similaires (cf. § III.1). La seule différence qui a pu être constatée lors des essais sur les autres géométries entre l'acier 316L(N) et l'acier 316H est une plus grande fragilité de ce dernier dans le domaine de rupture partiellement intergranulaire. Or la rupture des éprouvettes entaillées testées en fluage est partiellement intergranulaire (cf. § III.2.3.3). Nous pensons donc que l'absence d'effet d'entaille positif est liée à cette plus grande fragilité. Il est même probable que l'effet d'entaille est d'autant moins positif que l'acier est fragile et ce, indépendamment de l'écrouissage.

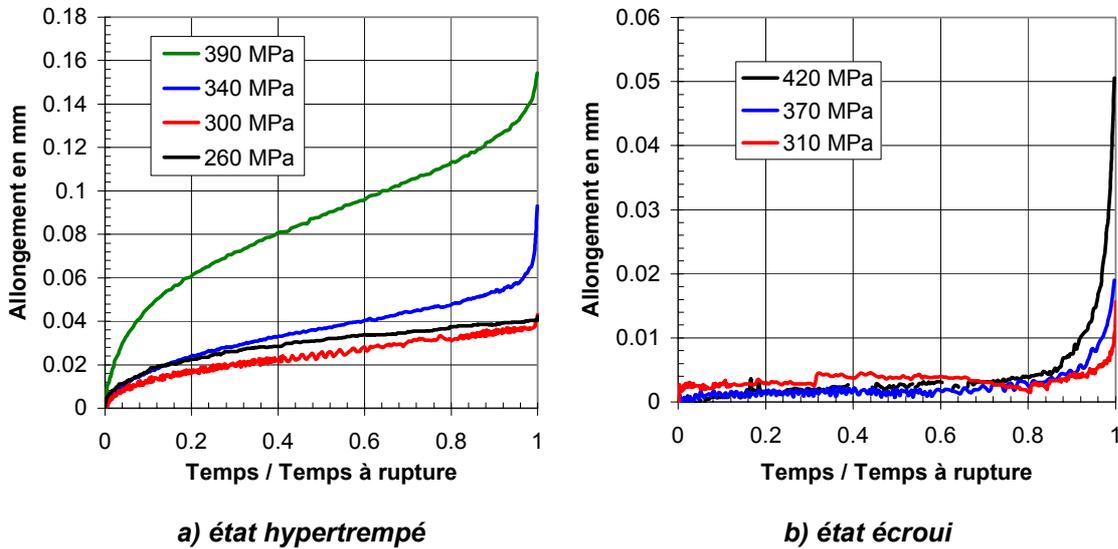


Figure 154 : Courbes de fluage réduites à 600°C sur éprouvettes entaillées FLE 1-6 en acier 316H à l'état écroui et à l'état hypertrempé

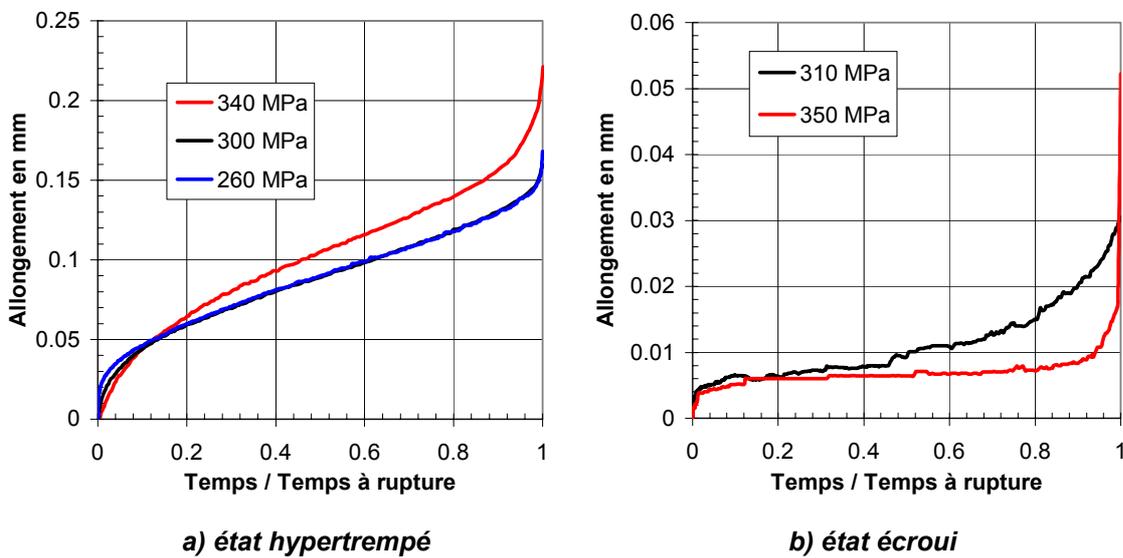


Figure 155 : Courbes de fluage réduites à 600°C sur éprouvettes entaillées FLE 4-6 en acier 316H à l'état écroui et à l'état hypertrempé

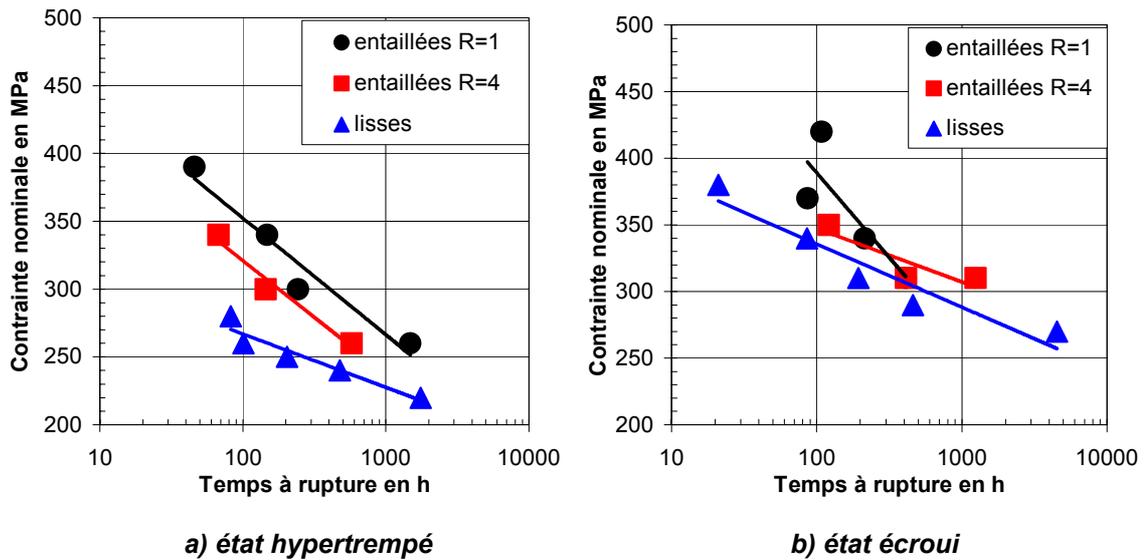


Figure 156 : Durée de vie en fluage à 600°C de l'acier 316H à l'état écroui et à l'état hypertempé en fonction du rayon d'entaille et de la contrainte nominale

### III.2.3.3 Observations

#### a) Acier 316L(N)

Yoshida et al. (1990) ont testé en fluage à 600°C des éprouvettes entaillées en acier 316L(N) à l'état hypertempé et ont calculé par éléments finis les champs mécaniques correspondants. Lorsque l'essai n'est pas trop court ( $t_R > 10h$ ), ces auteurs ont montré que l'endommagement des éprouvettes débute de façon intergranulaire dans les zones où la contrainte principale maximale est la plus élevée. Comme le montrent les calculs par éléments finis, la localisation de ces zones dépend du rayon d'entaille ainsi que de la charge appliquée. L'endommagement intergranulaire se développe progressivement pendant le fluage et la charge se reporte donc sur les zones non endommagées. Lorsque la charge limite de l'éprouvette est atteinte dans ces zones, la vitesse de déformation augmente fortement et l'éprouvette rompt par déchirure ductile du ligament.

Afin d'étudier l'effet de l'érouissage sur l'endommagement, des fractographies ont donc été réalisées sur les éprouvettes entaillées en acier 316L(N) à l'état écroui que nous avons testées dans des conditions similaires à celles de l'étude de Yoshida et al. (1990).

En ce qui concerne les éprouvettes FLE4-6 à l'état écroui, les fractographies présentent toutes les mêmes caractéristiques que celles que l'on peut distinguer sur la Figure 157 : une zone centrale relativement plate de type intergranulaire fragile entourée par des zones transgranulaires ductiles cisailées orientées à 45° vis-à-vis de la direction de traction. Ces observations correspondent tout à fait à celles réalisées par Yoshida et al. (1990) sur un acier 316L(N) à l'état hypertempé.

La Figure 158 montre que dans le cas des éprouvettes FLE1-6, la partie du faciès présentant une rupture de type intergranulaire fragile possède la forme d'une couronne. Au centre de celle-ci ainsi qu'au voisinage immédiat de l'entaille, la rupture est transgranulaire ductile. Seul l'essai le plus long –  $t_R = 5074 h$  – a conduit à un faciès différent. Dans ce cas, la symétrie axiale n'a pas été respectée : un côté de l'éprouvette a rompu de façon intergranulaire et l'autre côté de façon transgranulaire ductile, les deux côtés étant séparés

par une zone de rupture mixte. Sur les éprouvettes FLE1-7 à l'état hypertrempé, Yoshida et al. (1990) ont observé des faciès identiques à celui présenté sur la Figure 158. Dans le cas d'un essai de plus de 10000 heures, ils ont également observé une modification du faciès de rupture : intergranulaire au centre et transgranulaire au bord.

Bien que l'écroutissage modifie fortement le comportement en fluage de l'acier 316L(N), le mode d'endommagement et sa localisation dans les éprouvettes entaillées à l'état écroui sont identiques à ceux décrits par Yoshida et al. (1990) sur un acier testé à l'état hypertrempé.

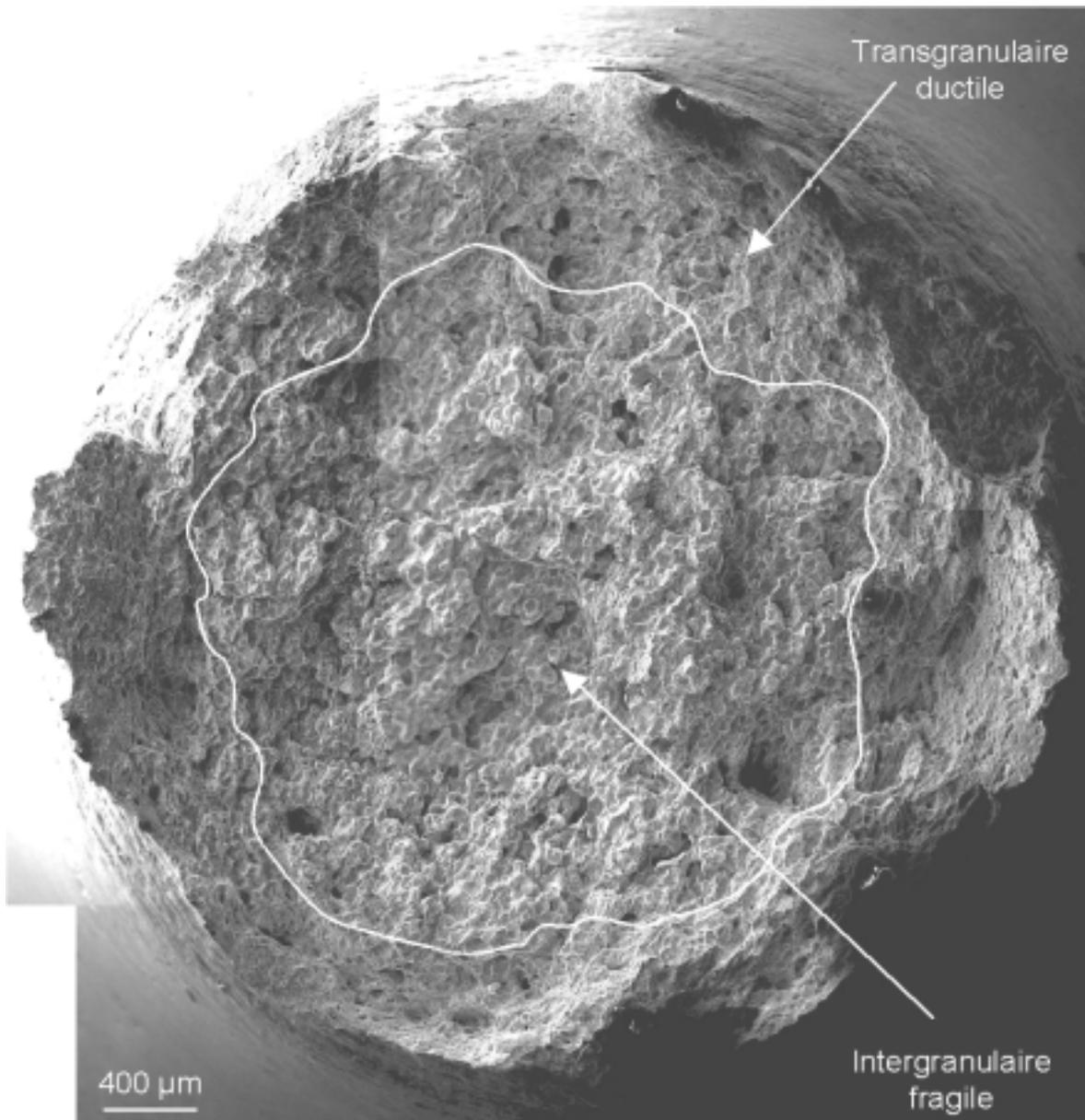


Figure 157 : Fractographie d'une éprouvette **FLE 4-6** en acier **316L(N)** à l'état **écroui** testée en fluage à 600°C, temps à rupture 1247 h

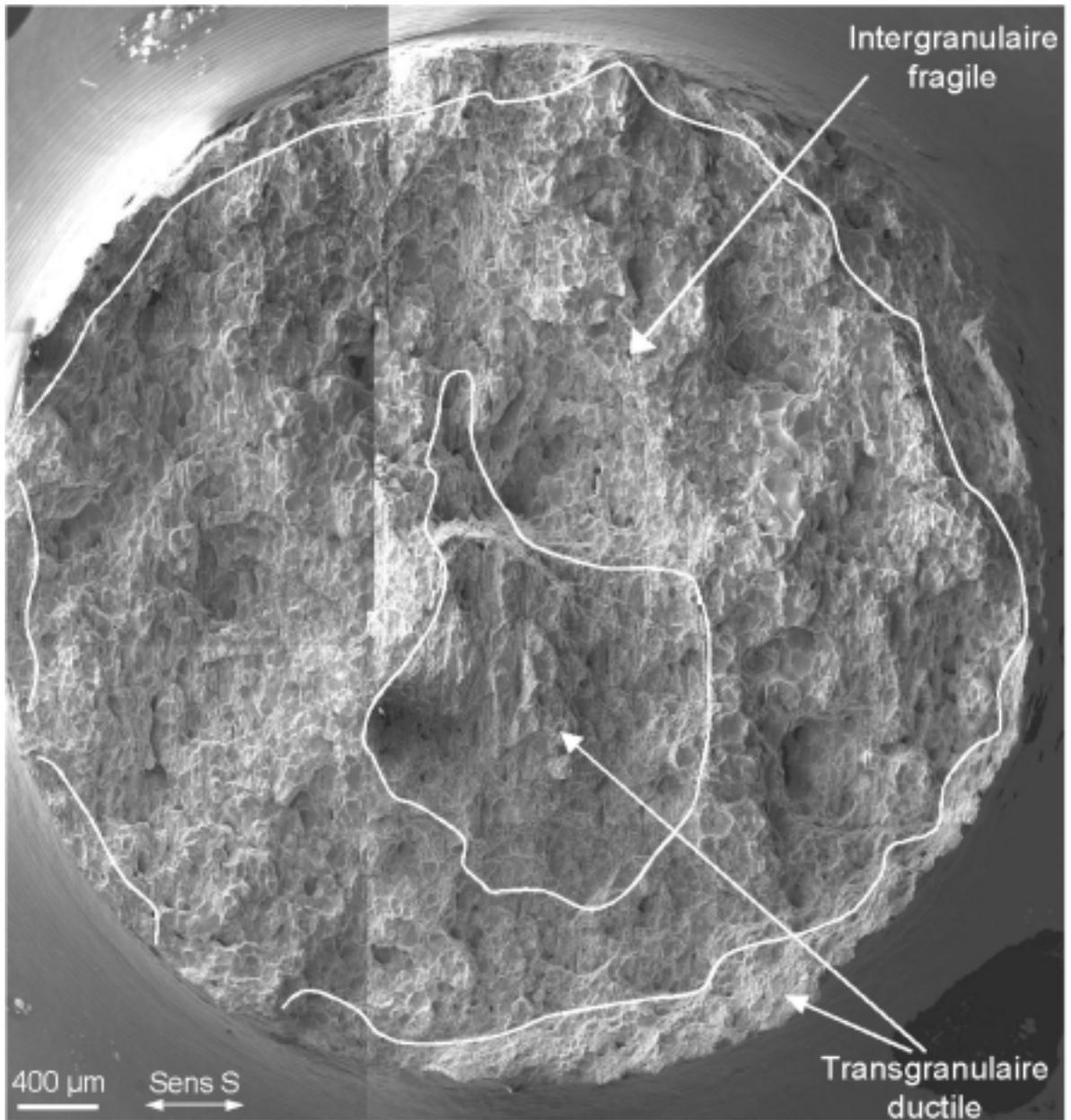


Figure 158 : Fractographie d'une éprouvette **FLE 1-6** en acier **316L(N)** à l'état écroui testée en fluage à 600°C, temps à rupture 2991 h

La Figure 159 montre que l'aspect de la rupture intergranulaire intervenant dans les éprouvettes entaillées est similaire à celui déjà observé sur éprouvettes lisses et sur éprouvettes CT pré-fissurées (cf. § III.2.1.2 et III.2.2.2).

L'acier 316L(N) contient des filaments de ferrite alignés dans le sens du laminage. La Figure 160a montre que ces alignements constituent des sites de germination pour les cupules dans la zone de rupture transgranulaire ductile. Lors de la rupture intergranulaire, en revanche, la ferrite ne semble pas jouer de rôle particulier. En effet, sur la Figure 160b les interfaces ferrite-austénite n'apparaissent pas particulièrement fragiles.

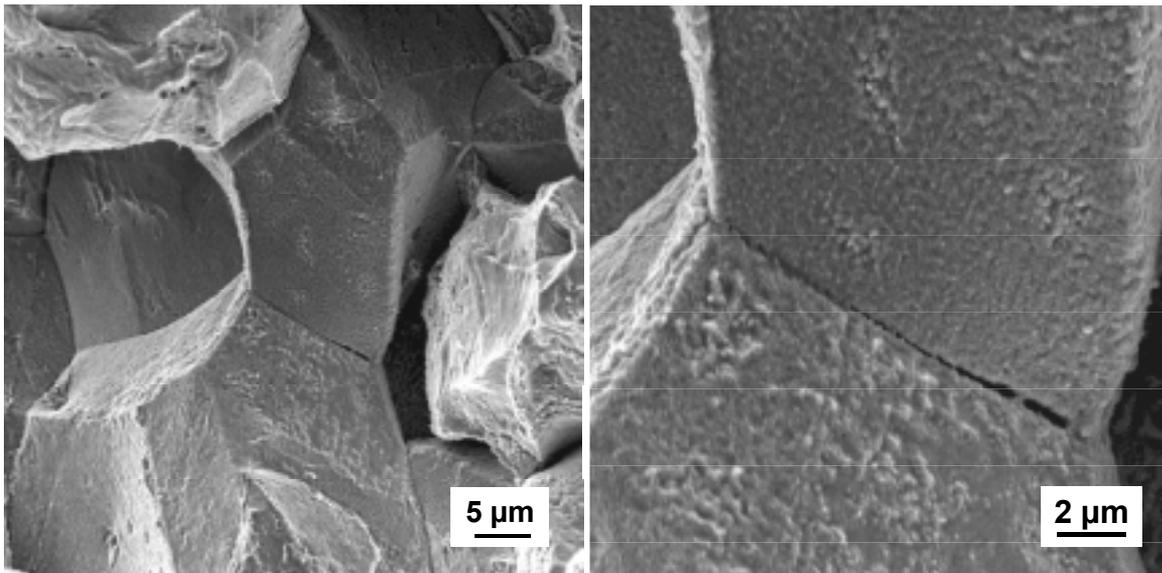
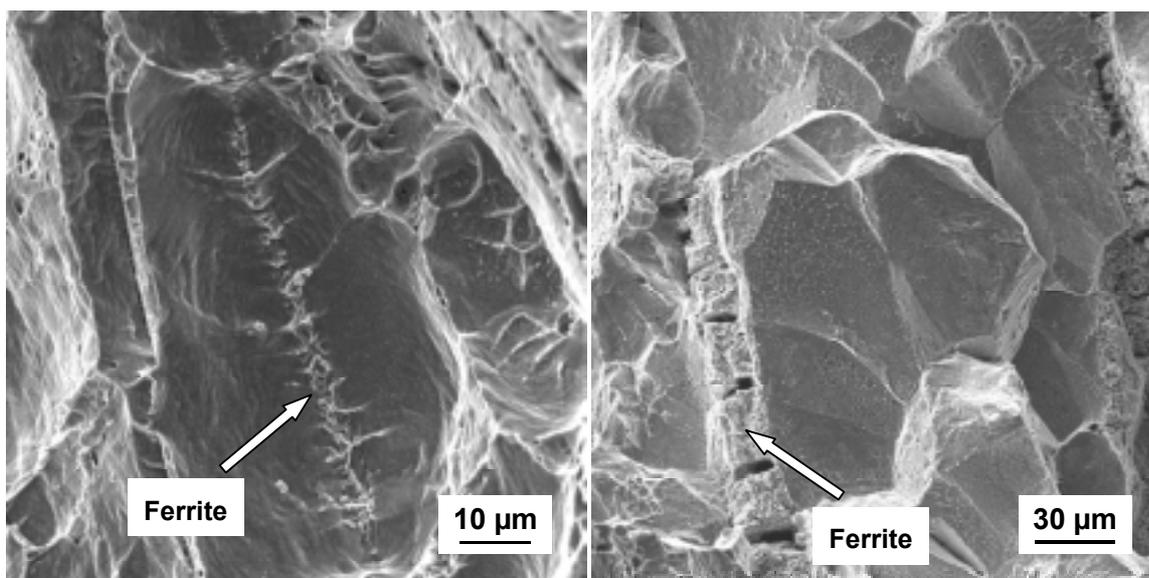


Figure 159 : Fractographie d'une éprouvette FLE 1-6 en acier **316L(N)** à l'état **écroui** testée en fluage à 600°C, temps à rupture 504 h, **zone intergranulaire fragile**



a) zone **transgranulaire ductile**

b) zone **intergranulaire fragile**

Figure 160 : Fractographie d'une éprouvette FLE 1-6 en acier **316L(N)** à l'état **écroui** testée en fluage à 600°C, temps à rupture 504 h, sens long vertical

**b) Acier 316H**

Les observations réalisées sur les éprouvettes entaillées en acier 316H à l'état écroui et à l'état hypertrempé sont tout à fait similaires à celles décrites précédemment pour l'acier 316L(N). A l'état hypertrempé comme à l'état écroui, la partie intergranulaire est située au centre des éprouvettes FLE4-6 et en périphérie des éprouvettes FLE1-6. A titre d'illustration, la Figure 161 présente un exemple de rupture transgranulaire ductile et un exemple de rupture intergranulaire fragile observés sur le faciès d'une éprouvette FLE1-6 à l'état hypertrempé testée en fluage à 600°C.

Dans les éprouvettes entaillées, la localisation de l'endommagement intergranulaire dépend de l'évolution des champs mécaniques. Il paraît donc naturel que celle-ci soit indépendante de l'acier testé pourvu que les comportements mécaniques des aciers en question soient proches. Il n'était pas évident, en revanche, que l'endommagement se développe de façon similaire dans les éprouvettes à l'état écroui et à l'état hypertrempé car l'écrouissage modifie nettement le comportement et l'endommagement observés sur les éprouvettes lisses testées en fluage (cf. § III.1 et III.2.2).

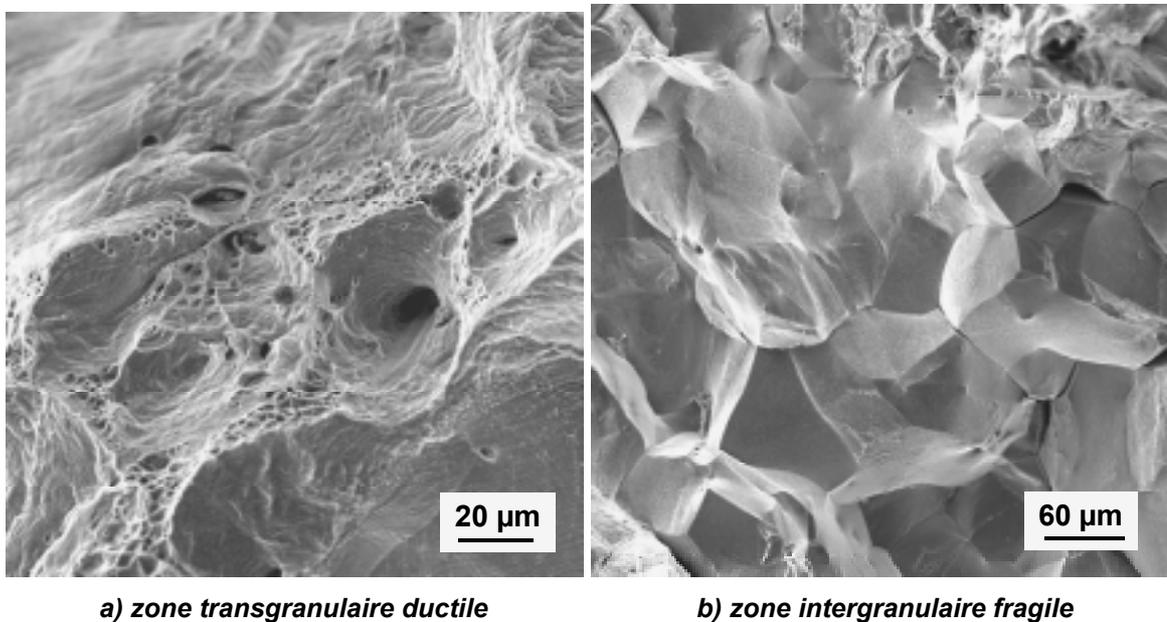


Figure 161 : Fractographie d'une éprouvette FLE 1-6 en acier 316H à l'état hypertrempé testée en fluage à 600°C, temps à rupture : 45.7 h

### III.2.4 Essais de traction lente sur éprouvettes CT

#### III.2.4.1 Conditions expérimentales et remarques préliminaires

Afin de poursuivre l'étude de l'effet du taux de triaxialité des contraintes sur les modes d'endommagement et de rupture des aciers 316 à l'état écroui et à l'état hyperefforté, des essais de traction lente ont été menés sur éprouvettes CT pré-fissurées. Les éprouvettes sont identiques à celles utilisées pour les essais de fissuration en relaxation (plan page 308). Les conditions de pré-fissuration sont également identiques, comme la procédure de réglage du gradient thermique, etc. La différence entre les essais de traction lente et les essais de relaxation réside simplement dans la consigne imposée : vitesse d'ouverture constante pour les premiers et ouverture constante pour les derniers.

Les deux systèmes d'extensométrie décrits au paragraphe III.2.1.1 (page 127) peuvent être utilisés pour les essais de traction lente. Dans le cas de l'utilisation du système « Sur Goupilles », le dépouillement tient compte de l'existence d'une complaisance parasite et permet donc de calculer l'ouverture réelle de l'éprouvette. La vitesse d'ouverture imposée à l'éprouvette est donc différente de la vitesse d'ouverture mesurée par l'extensomètre « SG ». Dans le domaine globalement élastique l'écart entre ces vitesses est d'environ un facteur deux. Les tableaux regroupant les résultats d'essais – situés en **Annexe E** – précisent donc le système d'extensométrie utilisé et donnent en plus de la vitesse de régulation, la vitesse d'ouverture de l'éprouvette. Dans la présente partie, afin de faciliter les comparaisons entre essais, la vitesse d'ouverture désignera toujours la vitesse d'ouverture réelle de l'éprouvette. Cette vitesse est comprise entre 0.9  $\mu\text{m/h}$  et 180  $\mu\text{m/h}$ . A titre de comparaison, la mise en charge des essais de relaxation est effectuée à 1440  $\mu\text{m/h}$ .

Les essais de traction lente sont arrêtés après le maximum de charge ( $P_{\text{max}}$ ), dans la mesure du possible autour de  $P_{\text{max}}/2$ . Les éprouvettes sont ensuite rompues par propagation de fissure en fatigue à température ambiante dans des conditions similaires à celle de la pré-fissuration. On peut alors mesurer la propagation de fissure et observer le faciès de rupture par microscopie électronique à balayage.

Un suivi électrique de fissure est réalisé en mesurant la différence de potentiel (ddp) de part et d'autre de la fissure sous un courant continu imposé. A partir d'essais séquentiels, une courbe d'étalonnage donnant l'avancée de fissure en fonction de la ddp a été construite à 20°C. Pour les essais à 600°C l'avancée de fissure est calculée par approximation linéaire à partir de la ddp et de la longueur de fissure finale déterminée post mortem. Il faut au préalable procéder à un recalage de la courbe de ddp car en tout début de chargement celle-ci croît alors que la fissure ne se propage pas. Ce recalage manuel introduit une certaine incertitude sur la détection de l'amorçage de la fissure.

Les essais sous air ont été réalisés au CEA/SRMA sur des machines électro-mécaniques, les essais sous vide au CdM de l'ENSMP sur une machine servo-hydraulique. Pour ces derniers, le vide était meilleur que  $4.10^{-4}$  Pa ( $4.10^{-6}$  mbar).

### III.2.4.2 Mesures

Les courbes de traction sur éprouvettes CT pré-fissurées obtenues à 600°C sur l'acier 316L(N) sont présentées sur la Figure 162. L'écrouissage entraîne une augmentation de l'effort maximal atteint mais également une forte réduction de l'ouverture correspondante. La perte de linéarité de la courbe s'effectue pour une charge d'environ 350 daN dans le cas de l'état hyperecroui et d'environ 650 daN dans le cas de l'état écroui. Les chargements élastiques limites calculés d'après Haigh et Richards (1974) sont respectivement de 350 daN et de 1000 daN pour l'état hyperecroui et l'état écroui respectivement. La perte de linéarité de la courbe de traction peut donc être attribuée au développement de la plasticité dans le cas de l'état hyperecroui mais pas dans le cas de l'état écroui. Comme on peut le voir sur la Figure 163, l'acier 316H testé dans des conditions similaires présente des courbes de traction identiques à celles de l'acier 316L(N). Le suivi électrique de fissure indique que la fissure se propage bien plus rapidement dans l'acier à l'état écroui que dans l'acier à l'état hyperecroui. La perte de linéarité de la courbe de traction de l'acier à l'état écroui coïncide avec le début de cette propagation de fissure. En revanche, dans le cas de l'état hyperecroui, la plasticité se développe bien avant l'amorçage de la fissure.

Sur l'acier 316L(N), des essais similaires ont été conduits sous vide afin d'évaluer l'effet de l'environnement sur la propagation de fissure. La comparaison de la Figure 164 et de la Figure 162 montre que cet effet est relativement faible. Ce résultat est cohérent avec l'étude de Sadananda et Shahinian (1979) concernant des aciers 316 écrouis à température ambiante testés en fluage sur éprouvette CT. La Figure 165 qui concerne également les essais sous vide confirme le fait que l'écrouissage favorise l'amorçage et la propagation de la fissure.

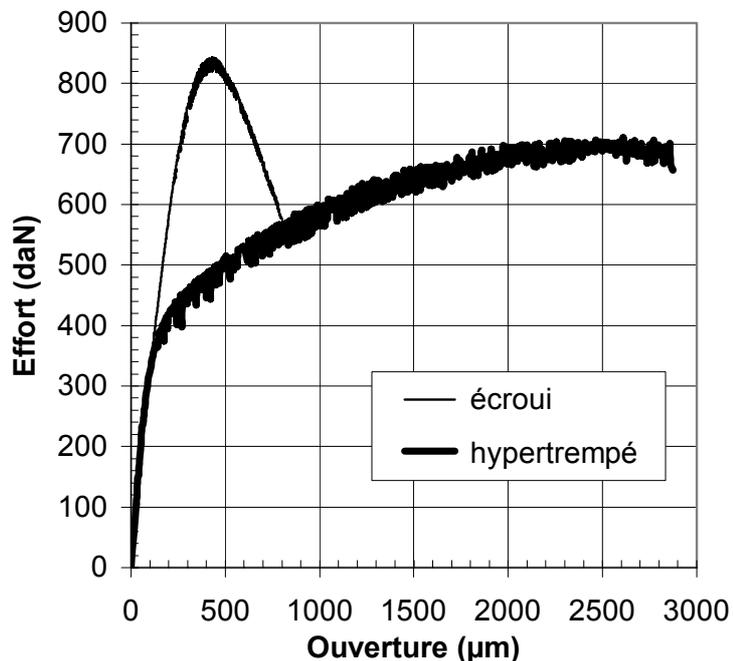


Figure 162 : Courbes de traction *sous air* à 600°C sur éprouvettes CT pré-fissurées en acier 316L(N) à l'état écroui et à l'état hyperecroui, vitesse d'ouverture : 9 µm/h

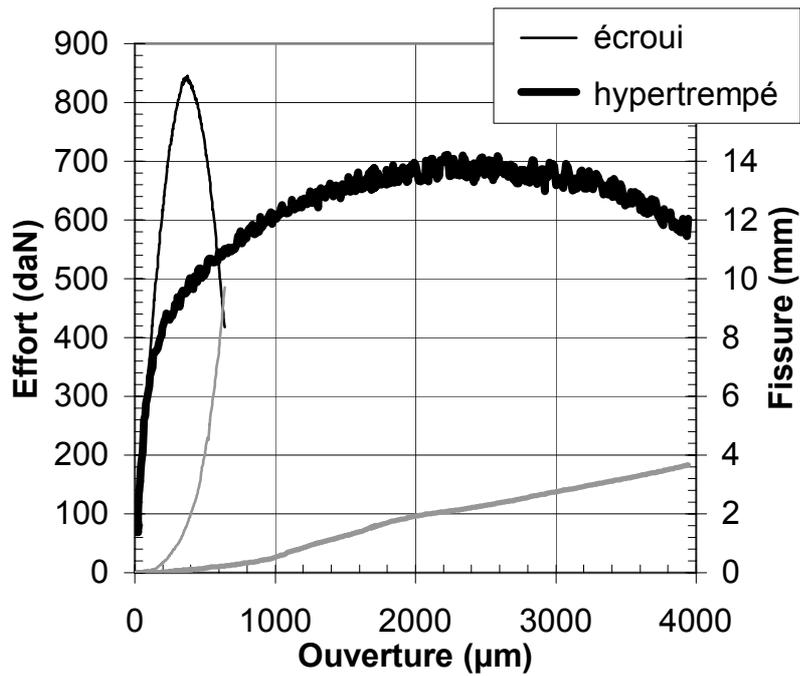


Figure 163 : Courbes de traction **sous air** à 600°C sur éprouvettes CT pré-fissurées en acier 316H à l'état écroui et à l'état hypertrempé, vitesse d'ouverture : 18 µm/h, effort en trait noir, fissure en trait gris

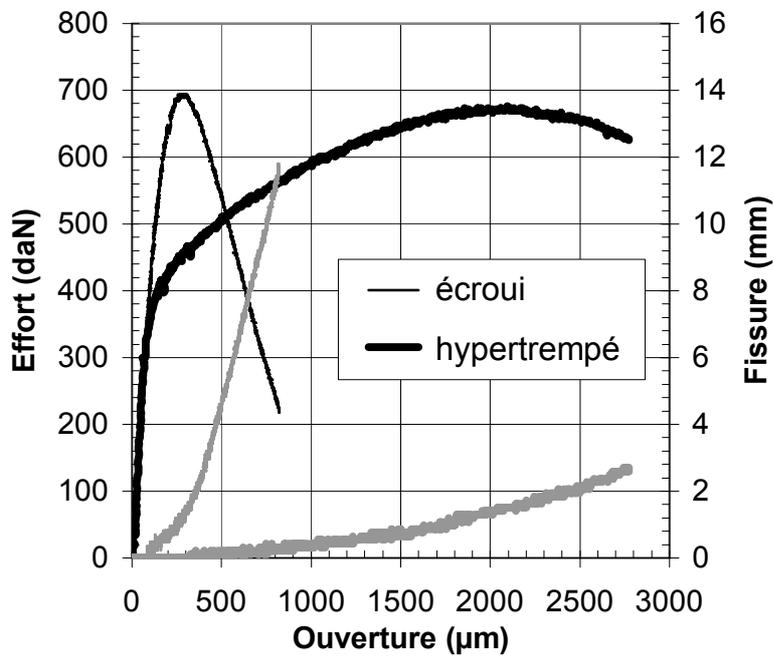


Figure 164 : Courbes de traction **sous vide** à 600°C sur éprouvettes CT pré-fissurées en acier 316L(N) à l'état écroui et à l'état hypertrempé, vitesse d'ouverture : 9 µm/h, effort en trait noir, fissure en trait gris

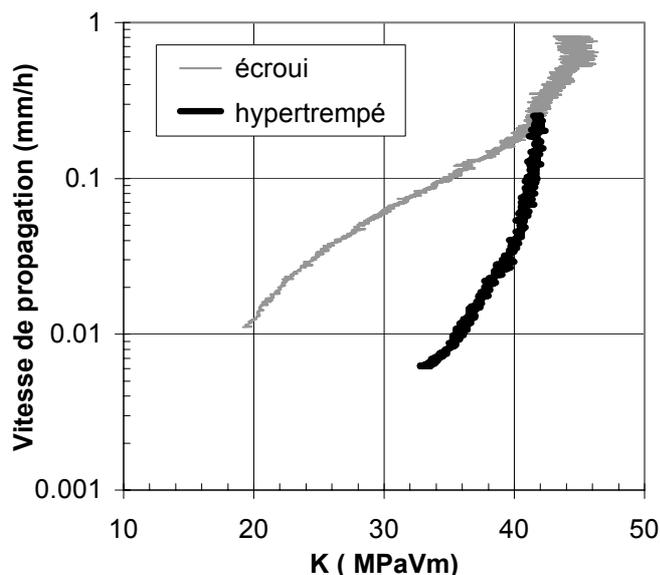


Figure 165 : Vitesse de propagation de fissure sur éprouvette CT pré-fissurées en acier 316L(N) à l'état écroui et à l'état hypere trempé testées en traction sous vide à 600°C en fonction du facteur d'intensité des contraintes, vitesse d'ouverture : 9  $\mu\text{m/h}$

A 600°C, lorsque la vitesse d'ouverture est divisée par 10, la courbe de traction des aciers à l'état écroui est fortement modifiée (Figure 166). La fissure se propage pour une ouverture et un effort plus faibles. En revanche, lorsque la température est diminuée de 50°C, à vitesse d'ouverture constante, la fissure se propage pour une ouverture et un effort plus élevés (Figure 167). A 550°C, l'effet de la vitesse d'ouverture sur les courbes de traction est similaire à celui observé à 600°C (Figure 168). Comme le montrent ces figures, les trois aciers de l'étude présentent à l'état écroui des courbes de traction sur éprouvettes CT pré-fissurées presque identiques.

La propagation de fissure lors de ces essais est présentée en fonction du facteur d'intensité des contraintes sur la Figure 169. Pour tous les essais, après 2 mm de propagation environ, le facteur d'intensité des contraintes n'augmente plus beaucoup. Cependant, la vitesse d'ouverture et la température influencent beaucoup la valeur de ce facteur. On constate une fois de plus qu'il y a peu de différence entre les aciers étudiés.

Les courbes de traction sur éprouvettes CT des aciers testés à l'état hypere trempé dépendent également de la vitesse d'ouverture et de la température (Figure 170). Cependant, l'effet est moins spectaculaire que sur l'état écroui car l'état hypere trempé est bien plus ductile.

Au paragraphe III.2.1.4, un essai de fissuration en relaxation sur éprouvette CT à 600°C sur l'acier 316L à l'état écroui puis vieilli 2 heures à 700°C a été décrit. Le traitement thermique avait visiblement réduit la fragilité de cet acier. La Figure 171 montre que les essais de traction lente indiquent la même tendance. A même vitesse d'ouverture, l'état écroui puis vieilli résiste mieux à la propagation de fissure en traction lente que l'état écroui non vieilli.

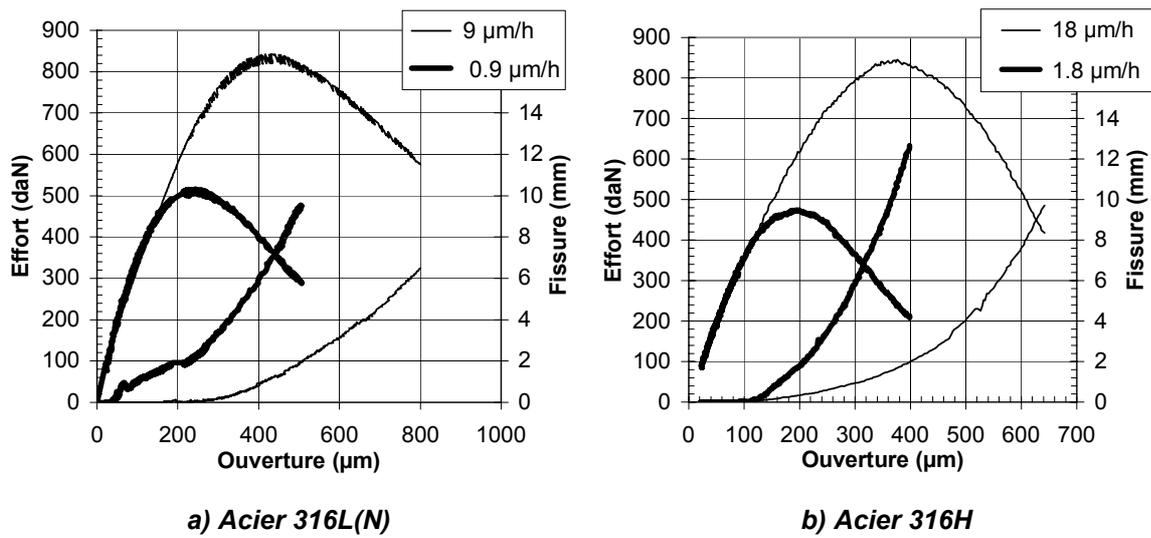


Figure 166 : Effet de la vitesse d'ouverture sur les courbes de traction sous air à 600°C sur éprouvettes CT pré-fissurées en acier 316L(N) et 316H à l'état écroui

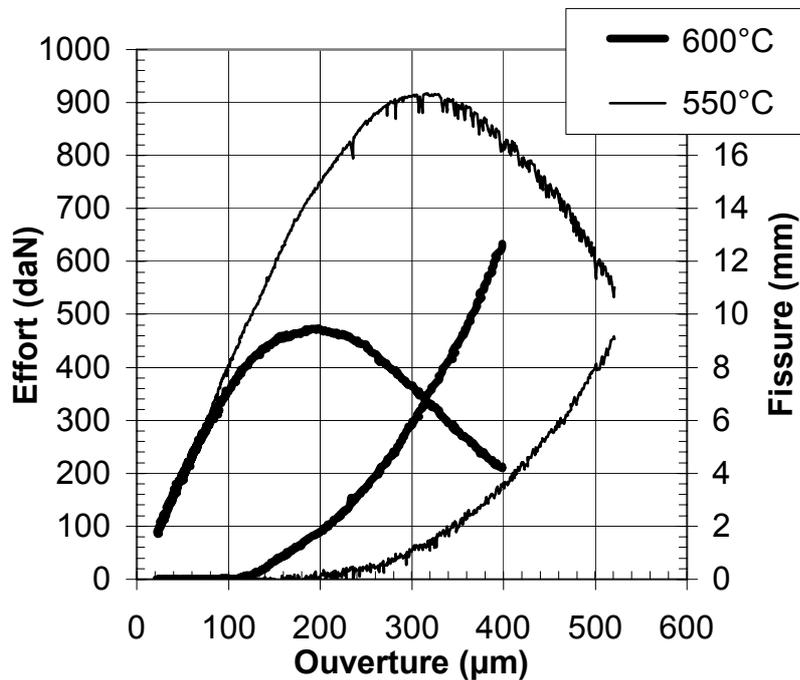


Figure 167 : Effet de la température sur la courbe de traction sous air sur éprouvettes CT pré-fissurées en acier 316H à l'état écroui, vitesse d'ouverture 1.8 µm/h

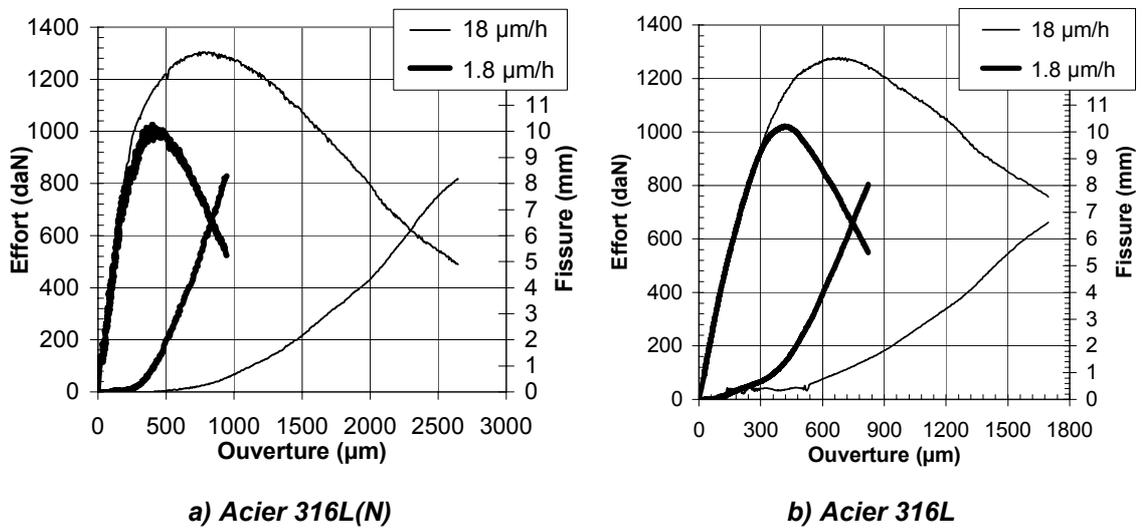


Figure 168 : Effet de la vitesse d'ouverture sur les courbes de traction sous air à 550°C sur éprouvettes CT pré-fissurées en acier 316L(N) et 316L à l'état écroui

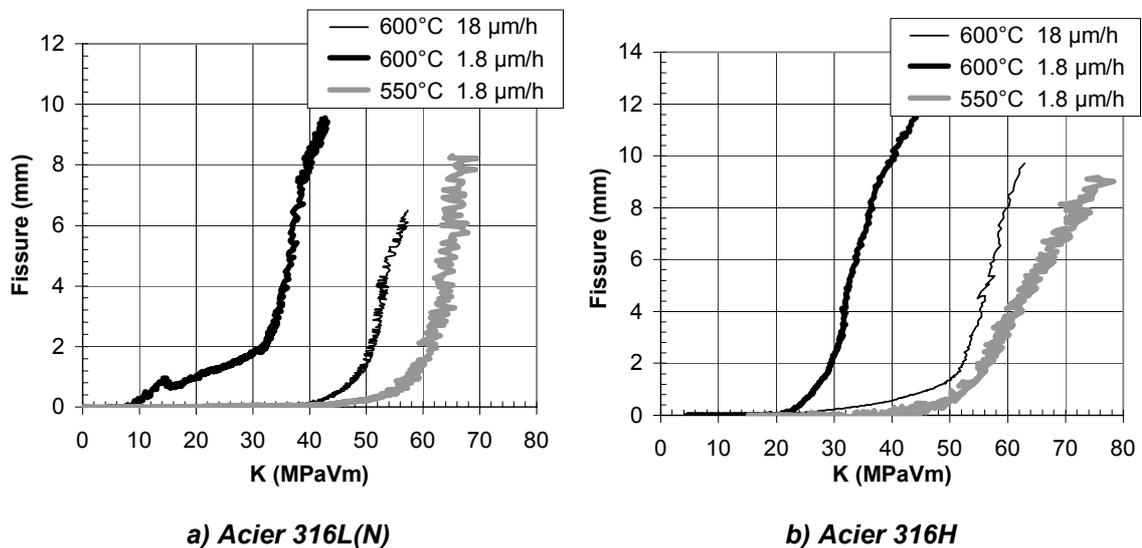


Figure 169 : Effet de la température et de la vitesse d'ouverture sur la propagation de fissure en traction lente sur éprouvettes CT pré-fissurées en acier 316L(N) et 316H à l'état écroui

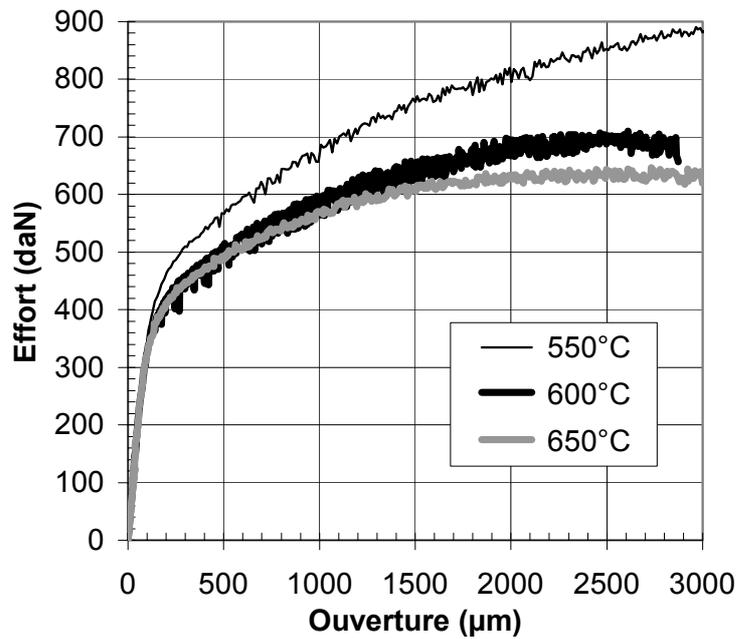


Figure 170 : Effet de la température sur les courbes de traction sous air sur éprouvettes CT pré-fissurées en acier 316L(N) à l'état **hypertrempé**, vitesse d'ouverture 18 µm/h

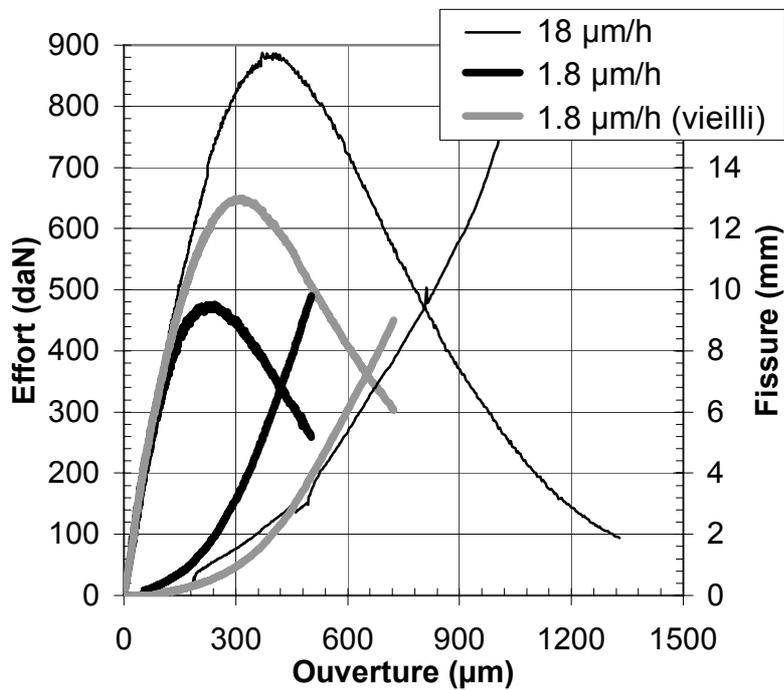


Figure 171 : Effet de la vitesse d'ouverture et d'un vieillissement de 2 h à 700°C sur les courbes de traction à 600°C sous air sur éprouvettes CT pré-fissurées en acier 316L à l'état **écroui**

### III.2.4.3 Observations

L'observation des fractographies des éprouvettes CT testées en traction lente a révélé que pour chaque éprouvette, le mode de rupture est identique du début à la fin de la propagation de fissure. Ceci constitue d'ailleurs l'intérêt des essais de traction lente par rapport aux essais de fluage au cours desquels le facteur d'intensité des contraintes augmente fortement au fur et à mesure que la fissure se propage. Selon les conditions d'essai et l'état métallurgique des aciers testés en traction lente, le faciès de rupture présente cependant un aspect différent. La rupture est le plus souvent mixte : à la fois intergranulaire fragile et transgranulaire ductile. Le cas de l'acier 316L(N) est présenté sur la Figure 172. Quatre types de faciès se distinguent selon leur caractère intergranulaire plus ou moins marqué.

Les aciers 316H et 316L présentent des faciès de rupture mixte parfaitement analogues à ceux présentés sur la Figure 172. Le Tableau 22 regroupe le résultat des observations réalisées sur l'ensemble des éprouvettes à l'état écroui. On peut alors constater qu'à température et à vitesse d'ouverture données, le mode de rupture ne varie pas d'un acier à l'autre. De plus, à vitesse donnée, le faciès est moins intergranulaire à 550°C qu'à 600°C. De même, à température donnée, le caractère intergranulaire augmente lorsque la vitesse d'ouverture diminue. Bien que son utilisation soit impropre en viscoplasticité, le facteur d'intensité des contraintes moyen lors de la propagation de fissure est également reporté dans le Tableau 22. On peut ainsi voir que ce facteur augmente avec le caractère transgranulaire ductile du mode de rupture. L'effet de la température et de la vitesse d'ouverture sur les courbes de traction décrit au paragraphe précédent s'explique donc par une modification du mode de propagation de fissure. Cette modification intervient indépendamment de la nuance d'acier testée.

Les aciers testés à l'état hypertrempé présentent également cette transition de mode de propagation de fissure (Tableau 23). Le facteur d'intensité des contraintes moyen pour un mode de rupture donné ne dépend apparemment pas de l'état d'écrouissage. La vitesse d'ouverture au-dessous de laquelle apparaît le mode intergranulaire fragile semble légèrement plus élevée pour l'état hypertrempé que pour l'état écroui. Ces tableaux mentionnent également la vitesse de référence qui représente le rapport entre la vitesse d'ouverture et la longueur de référence :  $2/3 (W-a)$  d'après Piques (1989). Cette vitesse de référence donne un ordre de grandeur de la vitesse de déformation en pointe de fissure. On peut ainsi constater que la vitesse de déformation autour de laquelle se produit la modification de mode de rupture à 600°C sur éprouvette CT est voisine de celle observée sur les éprouvettes lisses testées en fluage (cf. § III.2.2.2).

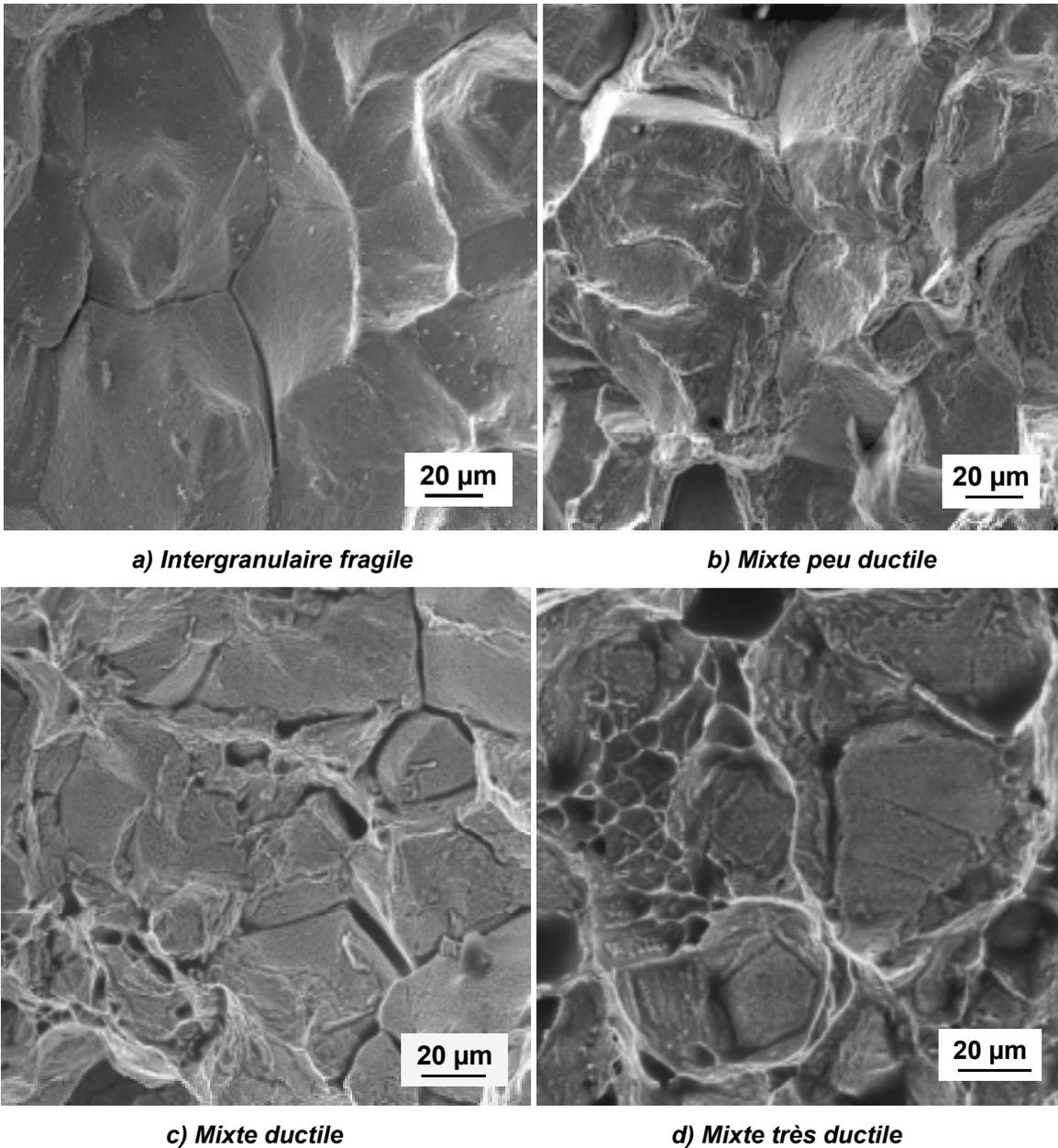


Figure 172 : Fractographies en microscopie électronique à balayage d'éprouvettes CT pré-fissurées testées en traction lente à 550°C et 600°C, acier 316L(N) à l'état écroui et à l'état hypereffluant

Acier	Vitesse en $\mu\text{m/h}$	Vitesse de référence en $\text{s}^{-1}$	Température en $^{\circ}\text{C}$	Faciès de rupture	K moyen en $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$
316L	18	4.E-7	550	Mixte très ductile	75
316L(N)	18	4.E-7	550	Mixte très ductile	66
316L(N)	9	2.E-7	550	Mixte ductile	61
316L	1.8	4.E-8	550	Mixte ductile	65
316H	1.8	4.E-8	550	Mixte peu ductile	67
316L(N)	18	4.E-7	600	Mixte ductile	63
316L	18	4.E-7	600	Intergranulaire fragile	63
316H	18	4.E-7	600	Mixte peu ductile	58
316L(N)	9	2.E-7	600	Mixte peu ductile	53
316L(N)	9	2.E-7	600	Mixte peu ductile	43
316L	1.8	4.E-8	600	Mixte peu ductile	40
316L	1.8	4.E-8	600	Intergranulaire fragile	35
316H	1.8	4.E-8	600	Intergranulaire fragile	35
316L(N)	0.9	2.E-8	600	Intergranulaire fragile	37

Tableau 22 : *Faciès de rupture et facteur d'intensité des contraintes moyen lors de la propagation de fissure en traction sur éprouvettes CT pré-fissurée en acier 316L(N), 316H et 316L à l'état **écroui**, les lignes grisées concernent des états vieillis 2 heures à 700°C après écrouissage*

Acier	Vitesse en $\mu\text{m/h}$	Vitesse de référence en $\text{s}^{-1}$	Température en $^{\circ}\text{C}$	Faciès de rupture	K moyen en $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$
316L(N)	18	4.E-7	550	Mixte ductile	62
316L(N)	180	4.E-6	600	Mixte ductile	60
316H	180	4.E-6	600	Mixte ductile	59
316H	18	4.E-7	600	Intergranulaire fragile	44
316L(N)	18	4.E-7	600	Intergranulaire fragile	-
316L(N)	9	2.E-7	600	Intergranulaire fragile	41

Tableau 23 : *Faciès de rupture et facteur d'intensité des contraintes moyen lors de la propagation de fissure en traction sur éprouvettes CT pré-fissurée en acier 316L(N) et 316H à l'état **hypertrempé***

Comme le laissaient présager les courbes de traction, les fractographies correspondant aux essais réalisés sur l'acier 316L(N) sous air et sous vide n'ont pas révélé de différence en termes de mode de rupture. Sous vide, les faciès de rupture sont moins oxydés et permettent donc des observations plus fines de l'endommagement de type intergranulaire fragile. La Figure 173 présente des vues rapprochées de facettes intergranulaires que l'on peut distinguer sur la Figure 174. Sur ces vues rapprochées on peut voir que le relief des facettes est de l'ordre de 0.1  $\mu\text{m}$ . Lorsque des carbures intergranulaires sont présents, les cavités se forment autour d'eux et l'on peut voir des micro-cupules sur les facettes intergranulaires (Figure 173a). D'autres facettes ne présentent ni précipités intergranulaires ni cupules mais plutôt des reliefs en marche d'escalier (Figure 173b). Ces marches sont peut-être la marque des avancées successives des micro-fissures. La Figure 175 montre une micro-fissure secondaire ainsi que des cavités intergranulaires.

En termes de mécanisme d'endommagement, l'état écroui ne présente pas de différence avec l'état hypertrempé. Les coupes présentées sur la Figure 176 et suivantes en sont une illustration. Les micro-fissures intergranulaires se développent visiblement par coalescence avec de nouvelles cavités qui germent en avant de leur pointe. Les points triples apparaissent comme des sites privilégiés de germination des cavités intergranulaires (Figure 177). Apparemment, ils constituent également des points d'arrêt momentanés pour les micro-fissures (Figure 178). Ces figures mettent également en évidence la précipitation des carbures intergranulaires.

Lorsque la vitesse d'ouverture est suffisamment faible et la température suffisamment élevée, le mode de rupture observé lors des essais de traction lente sur éprouvettes CT est donc similaire à celui observé lors de la fissuration en relaxation.

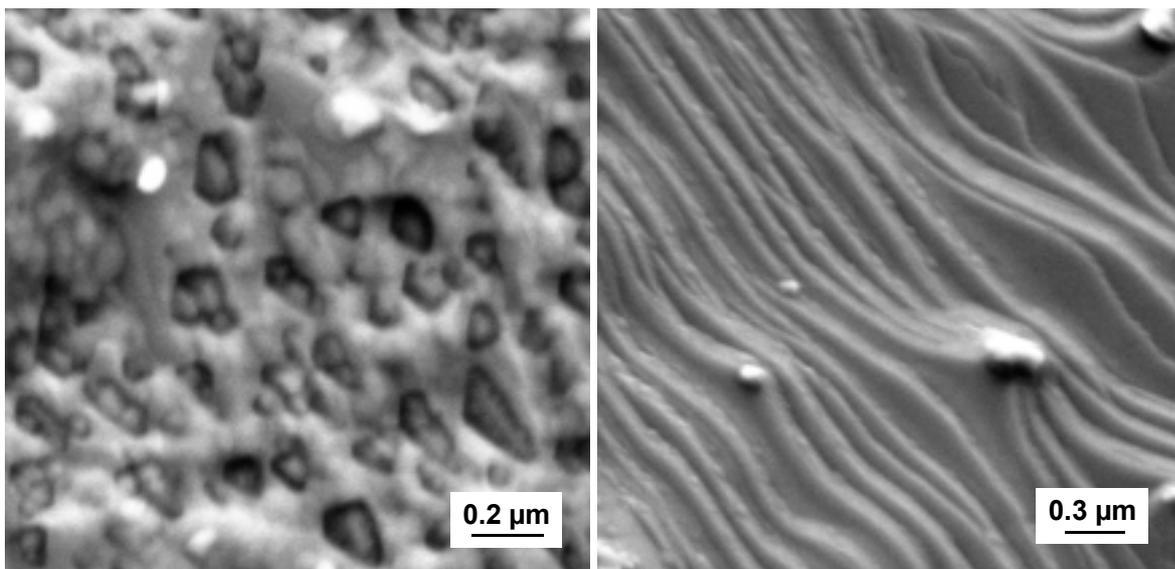


Figure 173 : Fractographie en microscopie électronique à balayage d'une éprouvette CT pré-fissurée testée **sous vide** en traction lente à 600°C, acier **316L(N)** à l'état **hypertrempé**, vitesse d'ouverture 9 μm/h

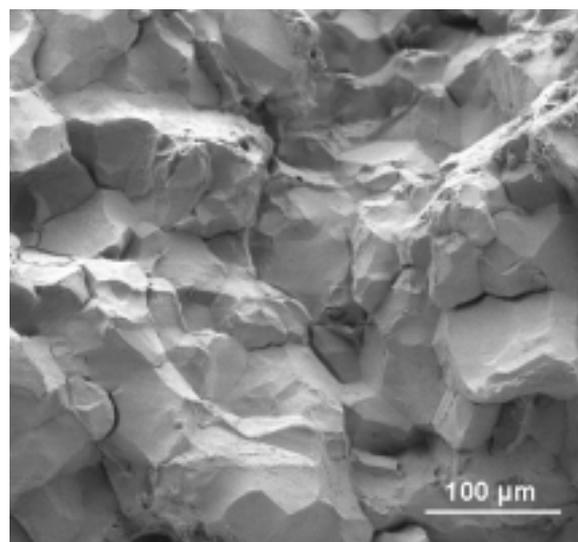


Figure 174 : Fractographie en microscopie électronique à balayage d'une éprouvette CT pré-fissurée testée **sous vide** en traction lente à 600°C, acier **316L(N)** à l'état **hypertrempé**, vitesse d'ouverture 9 μm/h

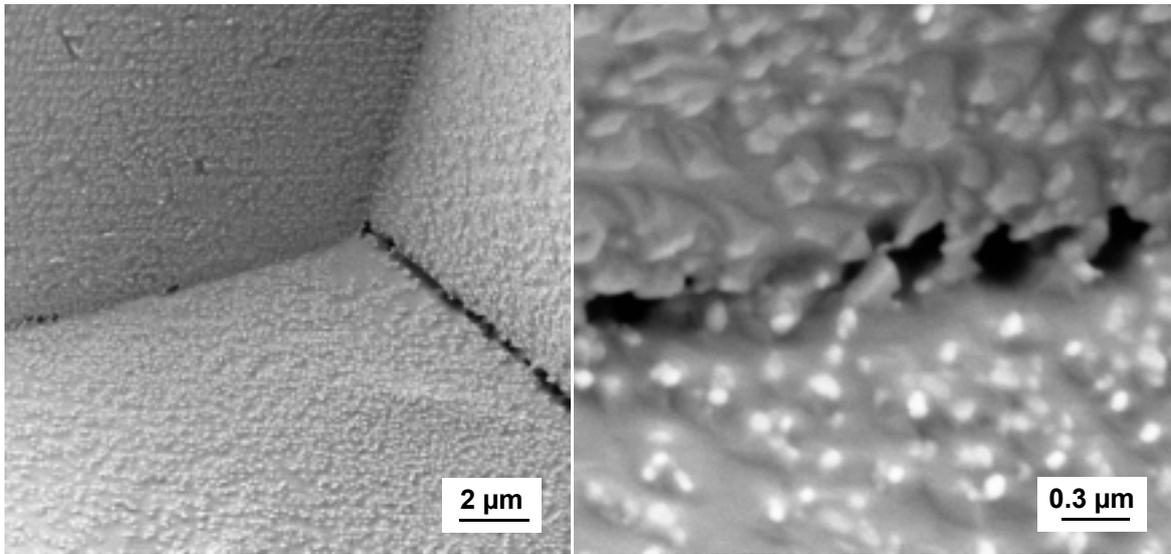
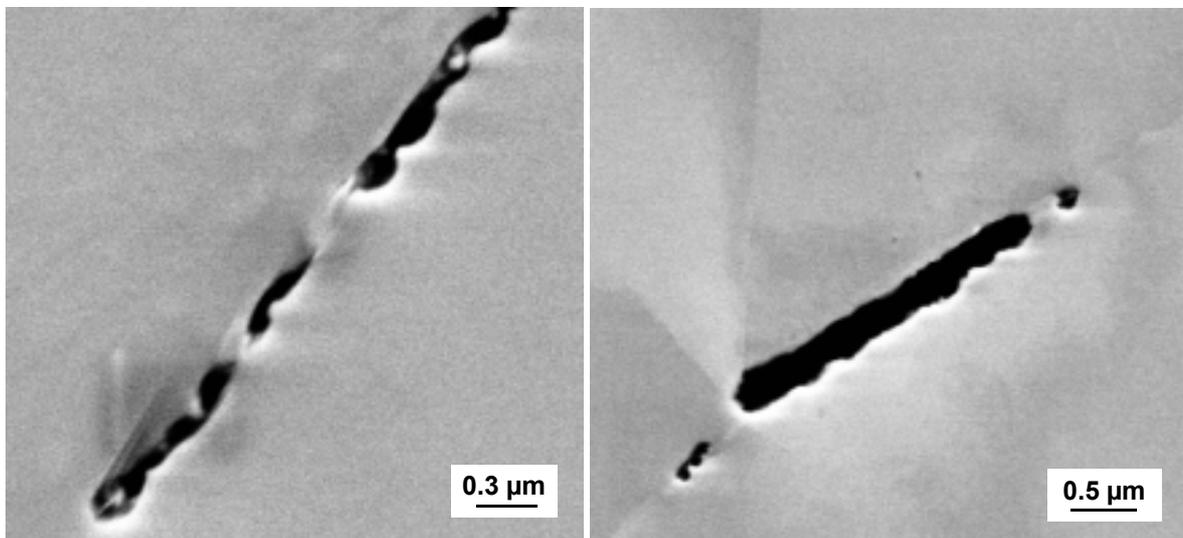


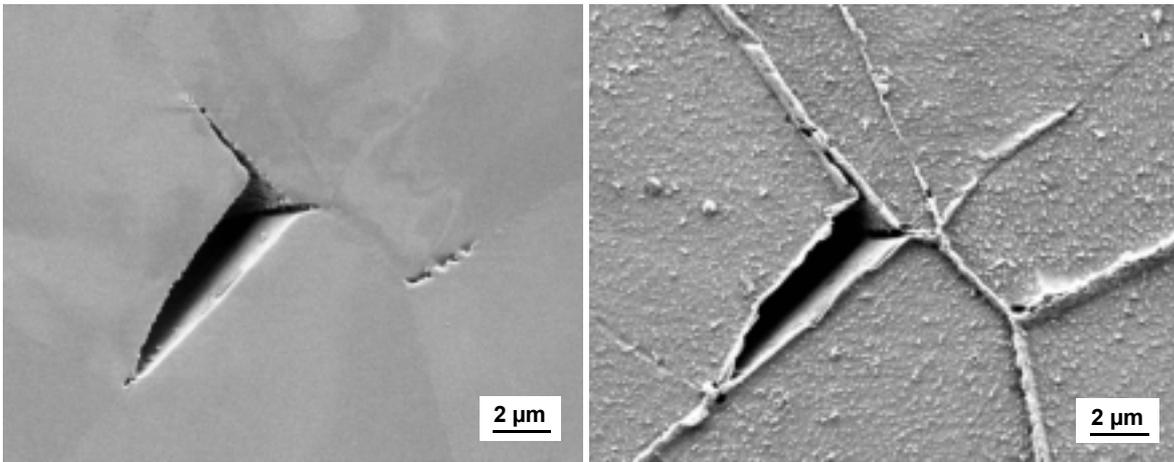
Figure 175 : Fractographie en microscopie électronique à balayage d'une éprouvette CT pré-fissurée testée **sous vide** en traction lente à 600°C, acier **316L(N)** à l'état **hypertrempé**, vitesse d'ouverture 9 μm/h



a) Etat hypertrempé

b) Etat écroui

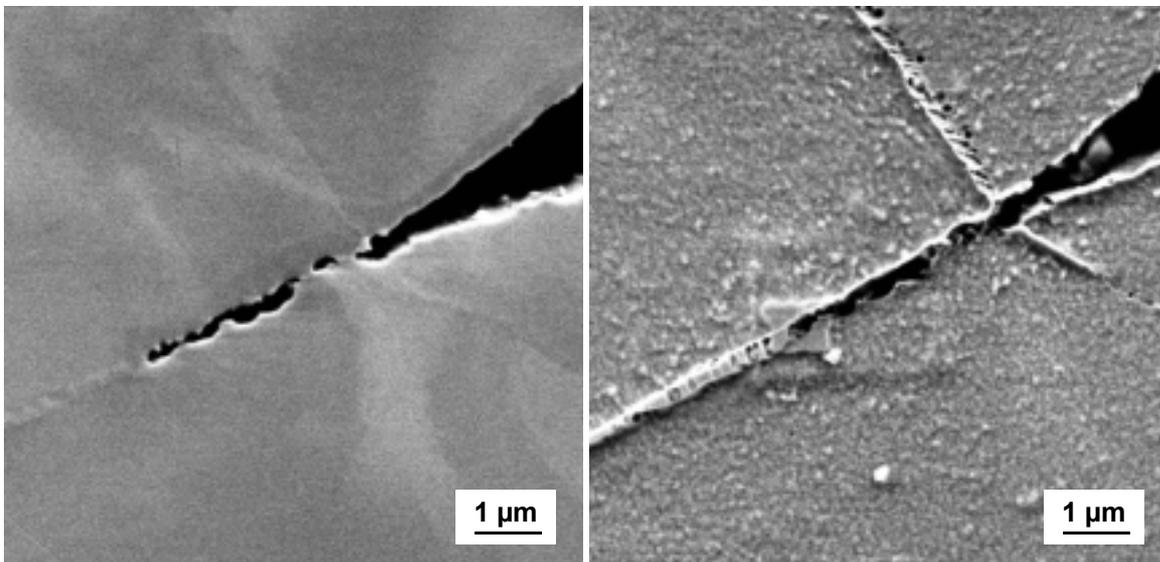
Figure 176 : Fractographie en microscopie électronique à balayage d'éprouvettes CT pré-fissurées testées **sous vide** en traction lente à 600°C, acier **316L(N)** à l'état écroui et à l'état hypertrempé, vitesse d'ouverture 9 μm/h



a) Coupe polie

b) Coupe polie et attaquée

Figure 177 : Coupe observée en microscopie électronique à balayage d'une éprouvette CT pré-fissurée testée sous vide en traction lente à 600°C, acier 316L(N) à l'état **hypertrempé**, vitesse d'ouverture 9 µm/h



a) Coupe polie

b) Coupe polie et attaquée

Figure 178 : Coupe observée en microscopie électronique à balayage d'une éprouvette CT pré-fissurée testée sous vide en traction lente à 600°C, acier 316L(N) à l'état **écroui**, vitesse d'ouverture 9 µm/h

### III.2.5 Résumé du paragraphe III.2

#### Endommagement et rupture

- Les essais de fissuration en relaxation sur éprouvettes CT pré-fissurées montrent que les aciers 316 résistent nettement moins bien à la propagation de fissure en relaxation à l'état écroui qu'à l'état hyperefflué. Le mode de rupture intergranulaire fragile observé lors de ces essais réalisés à 600°C et à 550°C est semblable à celui mis en évidence sur les composants ayant fissuré en service. **La fissuration intergranulaire observée au voisinage des soudures est donc certainement liée à cette fragilisation induite par écrouissage**
- Un facteur d'intensité des contraintes initial de  $15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  peut causer la propagation d'une fissure en relaxation sur éprouvette CT à 600°C. Quelques heures suffisent pour initier cette propagation qui ne semble pas s'arrêter avant quelques centaines d'heures. Un vieillissement de 2 heures à 700°C après écrouissage permet de limiter cette propagation. La diminution en question est plus nette dans le cas de l'acier 316L que dans le cas de l'acier 316L(N)
- L'écrouissage par laminage entre 400°C et 600°C conduit à une augmentation de la durée de vie en fluage à 600°C sur éprouvettes lisses comme sur éprouvettes entaillées. Cependant la ductilité est fortement réduite par cet écrouissage. Ces résultats sont conformes à ceux de la littérature concernant le fluage des aciers 316 écrouis à température ambiante.
- Deux modes d'endommagement et de rupture se manifestent lors des essais de traction et de fluage que nous avons réalisés : l'endommagement transgranulaire ductile et l'endommagement intergranulaire fragile. Parfois la rupture est mixte, les cavités ductiles se développant à partir des facettes intergranulaires préalablement endommagées. Le mode intergranulaire fragile se développe conformément aux descriptions de la partie Bibliographie par germination, croissance et coalescence de cavités intergranulaires qui forment alors des micro-fissures intergranulaires. Ce mode d'endommagement ne se développe que pour des vitesses de déformation suffisamment faibles (de l'ordre de  $5 \cdot 10^{-8} \text{ s}^{-1}$  à 600°C), ce qui explique la chute de la ductilité avec la vitesse de déformation. Les essais de traction lente sur éprouvettes CT confirment l'existence de cette transition de mécanisme de rupture avec la vitesse de déformation et indiquent que la vitesse de transition diminue avec la température
- **En fluage ou en traction, l'écrouissage ne modifie pas le mode d'endommagement mais il réduit la ductilité.** A vitesse élevée, la baisse de l'allongement à rupture s'explique par l'apparition précoce de la localisation de la déformation favorisée par la diminution de la capacité d'écrouissage résiduelle. A vitesse faible, l'écrouissage augmente visiblement l'endommagement intergranulaire pour une déformation de fluage donnée, ce qui a pour conséquence de diminuer la ductilité. L'écrouissage ne modifie pas pour autant la localisation de l'endommagement intergranulaire dans les éprouvettes entaillées. L'écrouissage favorise également la propagation de fissure sur éprouvette CT testée en traction lente.
- **Les trois aciers testés présentent des modes d'endommagement parfaitement similaires à l'état écroui comme à l'état hyperefflué** aussi bien en ce qui concerne l'effet de la vitesse de déformation que celui de la température. La localisation de l'endommagement intergranulaire dans les éprouvettes entaillées testées en fluage est également indépendante de l'acier. Notons cependant que l'acier 316H s'est révélé plus fragile que les deux autres aciers lors des essais de fluage et que l'acier 316L à l'état écroui a conduit aux propagations de fissures en relaxation sur éprouvette CT les plus importantes

### III.3 Conclusions

La présente partie avait pour objectif la détermination de l'effet de l'écroissage par laminage entre 400°C et 600°C sur le comportement et les modes d'endommagement et de rupture des aciers 316 étudiés à 600°C.

En ce qui concerne le comportement, les essais de traction, fluage et relaxation réalisés sur éprouvettes lisses ont montré que l'écroissage renforce considérablement la résistance à la déformation des aciers étudiés. Etant donné que le renforcement par écroissage est identique pour les trois aciers étudiés alors que seul l'acier 316H conduit à la précipitation induite de carbures intragranulaires, le durcissement impliqué nous apparaît être dû majoritairement à l'interaction entre les dislocations.

Conformément aux résultats de la littérature, les atomes interstitiels jouent visiblement un rôle important dans le durcissement des aciers 316. D'une part, à l'état écroui comme à l'état hyperefflué, les aciers étudiés sont le siège du phénomène Portevin-Le Chatelier. D'autre part, l'acier 316L flue plus vite que l'acier 316L(N) à l'état écroui comme à l'état hyperefflué. Les atomes d'azote (sans doute associés aux atomes de molybdène) sont alors traînés par les dislocations ce qui freine leur mouvement. En revanche le rôle durcissant des carbures intragranulaires dans l'acier 316H ne doit pas être surestimé, il n'est pas plus efficace que le durcissement induit par l'azote en solution dans l'acier 316L(N). A long terme, les carbures semblent même moins efficaces que l'azote en solution, ce qui est probablement lié à leur coalescence.

A 600°C, alors que les essais de traction ont mis en évidence le passage en régime de traînage des solutés aux alentours d'une vitesse de déformation de  $3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , les essais de fluage et de relaxation mettent en évidence une autre transition de mécanisme de déformation entre  $10^{-8}$  et  $10^{-7} \text{ s}^{-1}$ . En comparant ces résultats à ceux de la littérature, il semble que l'on puisse attribuer cette transition à l'augmentation de l'importance des phénomènes de diffusion et donc de montée des dislocations lorsque la vitesse de déformation diminue.

C'est également pour des vitesses de déformations inférieures à  $10^{-7} \text{ s}^{-1}$  que l'endommagement intergranulaire commence à se développer à 600°C dans les éprouvettes lisses. Pour les vitesses supérieures, l'endommagement observé dans les éprouvettes est de type transgranulaire ductile à cupules. Conformément aux résultats de la littérature, le développement de l'endommagement intergranulaire entraîne une chute de la ductilité avec la vitesse de déformation, et ce indépendamment de la nuance étudiée. L'écroissage ne semble pas modifier la vitesse de déformation autour de laquelle s'effectue cette transition progressive de mode de rupture. En revanche, l'écroissage augmente le nombre de microfissures intergranulaires observées sur coupe polie pour une déformation de fluage et une vitesse de déformation données. La fragilisation par écroissage mesurée à l'échelle globale (diminution de l'allongement et de la striction à rupture) n'est donc pas liée à un changement de mode de rupture, mais à un développement plus rapide de l'endommagement intergranulaire.

Les essais mécaniques et les observations métallographiques réalisés sur les trois aciers 316 soumis à différents types de sollicitations sur plusieurs géométries n'ont pas révélé de différences d'ordre qualitatif. Cependant, l'acier 316H a présenté, à l'état écroui comme à l'état hyperefflué, une ductilité plus faible que celle des autres aciers dans le domaine de rupture partiellement intergranulaire.

La fissuration intergranulaire observée lors des essais de relaxation sur éprouvette CT des trois aciers étudiés à l'état écroui est tout à fait similaire à la fissuration en relaxation observée au voisinage des soudures. Les mêmes aciers testés dans les mêmes conditions à l'état hyperefflué ne sont, en revanche, pas (ou peu) susceptibles de conduire à la propagation de la fissure. La fragilisation par écroissage observée dans le domaine de rupture intergranulaire lors des autres essais apparaît donc être à l'origine de la fissuration en relaxation des zones affectées par le soudage des aciers 316.

## IV Discussion

L'étude des zones affectées par le soudage des aciers inoxydables austénitiques, débutée dans la partie Bibliographie et poursuivie dans la partie Matériaux, a mis en évidence l'existence d'un fort écrouissage lié aux incompatibilités de dilatation lors du soudage. Les essais mécaniques réalisés sur trois aciers de type 316, dans leur état hypereutecté d'une part et dans leur état écroui par laminage entre 400°C et 600°C, d'autre part, ont montré que cet écrouissage entraîne une certaine fragilisation dans le domaine de rupture intergranulaire. Il s'agit maintenant de déterminer l'origine de cette fragilisation et d'établir le lien entre celle-ci et la fissuration en relaxation. Comprendre par quels mécanismes se développe la fissuration en relaxation constitue, en effet, un des objectifs de la thèse.

Modéliser la fissuration en relaxation constitue l'autre objectif de la thèse. Conformément aux indications tirées de la littérature, les résultats obtenus au cours de la thèse ont montré que la fissuration en relaxation résulte d'un endommagement intergranulaire similaire à celui qui intervient lors des essais de fluage ou de traction lente. La modélisation de la fissuration en relaxation s'appuiera donc sur un modèle d'endommagement intergranulaire (voir la partie V Modélisation). L'élaboration de ce modèle nécessite une certaine rationalisation des mesures et des observations réalisées. On s'attachera donc, dans un premier temps, à expliquer les différents phénomènes physiques concernant l'endommagement intergranulaire des aciers inoxydables austénitiques non stabilisés. Quelle est l'origine de la transition de mécanisme de rupture décrite dans l'étude bibliographique et observée lors des essais ? Comment peut-on expliquer l'effet « fragilisant » de l'écrouissage ? Quels sont les paramètres à retenir pour une modélisation quantitative de l'endommagement intergranulaire ?

Dans un deuxième temps, on examinera en quelle mesure les résultats obtenus au cours de la thèse nous éclairent sur les mécanismes de fissuration en relaxation au voisinage des soudures des aciers inoxydables austénitiques non stabilisés. Quels sont les rôles respectifs de l'écrouissage et de la teneur en éléments interstitiels ? Quels points communs et quelles différences peut-on établir entre la fissuration en relaxation des aciers stabilisés et celle des aciers non stabilisés ?

### IV.1 Endommagement intergranulaire

L'endommagement intergranulaire a été observé sur les trois aciers étudiés lors d'essais sur différents types d'éprouvettes soumises à diverses sollicitations. Le modèle proposé dans la partie suivante doit pouvoir rendre compte du développement de cet endommagement dans tous les cas. Il s'agit donc de mettre en évidence les paramètres contrôlant ce développement et de discuter de leur influence sur l'endommagement intergranulaire.

#### ***IV.1.1 Transition de mécanisme d'endommagement avec la vitesse de déformation et la température***

##### ***a) Longueur de diffusion***

Les essais mécaniques réalisés à 600°C sur les éprouvettes lisses en acier 316 à l'état hypereutecté ont confirmé l'existence, évoquée dans la partie Bibliographie, d'une transition de mécanisme d'endommagement en fonction de la vitesse de déformation : à forte vitesse, la rupture est transgranulaire ductile, à faible vitesse la rupture devient partiellement intergranulaire fragile. Cette transition a également été constatée sur les aciers testés à l'état écroui par laminage entre 400°C et 600°C. La conséquence macroscopique de cette transition de mécanisme d'endommagement est la baisse de la déformation à rupture avec la vitesse de déformation. Quelques considérations physiques tirées de la littérature (François et al. 1993 et Riedel 1987) permettent d'analyser cette transition :

La croissance des cavités intergranulaires s'effectue par diffusion de lacunes le long des joints de grains sous l'action des gradients de contrainte. La diffusion transgranulaire étant bien plus lente que la diffusion intergranulaire, la croissance des cavités transgranulaires s'effectue, en revanche, par déformation viscoplastique. La transition de mécanisme d'endommagement correspond donc à une compétition entre les mécanismes de diffusion intergranulaire et les mécanismes de déformation viscoplastique. Cette compétition dépend de l'échelle à laquelle on se place. En effet, la distance sur laquelle les lacunes peuvent diffuser le long des joints de grains augmente avec le temps et la température. Pour un temps et une température donnés, l'influence des phénomènes liés à la diffusion diminue donc avec la distance. On peut estimer grossièrement, par le calcul dimensionnel présenté ci-dessous, la distance (appelée longueur de diffusion) à partir de laquelle la déformation viscoplastique produit le même déplacement que la diffusion intergranulaire :

Le flux de lacunes par diffusion intergranulaire entraîne une vitesse de déplacement qui s'écrit :

$$\dot{u}_n = -\frac{\Omega \delta D_b}{k T} \nabla^2 \sigma_n$$

avec  $\Omega$  le volume atomique,  $\delta D_b$  le coefficient de diffusion intergranulaire surfacique et  $\sigma_n$  la contrainte normale au joint de grain. A l'échelle de la longueur de diffusion ( $l_d$ ), la déformation viscoplastique des grains donne une vitesse de  $\dot{\epsilon} \times l_d$ . En égalant les deux vitesses, on obtient :

$$l_d = \frac{\dot{u}_n}{\dot{\epsilon}} = -\frac{\Omega \delta D_b}{k T \dot{\epsilon}} \nabla^2 \sigma_n \approx \frac{\Omega \delta D_b}{k T \dot{\epsilon}} \frac{\sigma_n}{l_d^2}$$

$$\text{d'où} \quad l_d = \left( \frac{\Omega \delta D_b \sigma_n}{k T \dot{\epsilon}} \right)^{\frac{1}{3}} \approx \left( \frac{\Omega \delta D_b \sigma_l}{k T A \sigma_{eq}^n} \right)^{\frac{1}{3}}$$

On peut estimer la valeur de la longueur de diffusion pour le 316L(N) à 600°C en utilisant les données de fluage stationnaire obtenues lors des essais et les données de la littérature récapitulées dans le Tableau 24, page 183. Il s'agit bien sûr d'une estimation grossière étant donné l'incertitude sur le coefficient de diffusion intergranulaire et les hypothèses de calcul. On considère notamment que la contrainte locale normale au joint ( $\sigma_n$ ) est égale à la contrainte macroscopique maximale principale ( $\sigma_1$ ) et que la vitesse de déformation locale est contrôlée par la contrainte équivalente macroscopique ( $\sigma_{eq}$ ). On a tracé sur la Figure 179 l'évolution de la longueur de diffusion en fonction de la vitesse de déformation. La contrainte ne variant que peu avec la vitesse de déformation, dans le régime de fluage-dislocations, la pente qui vaut  $-(n-1)/3n$  est très proche de  $-1/3$ . Il faut donc modifier de trois décades la vitesse de déformation pour modifier d'une décade la longueur de diffusion. Cela explique le caractère progressif de la transition de mécanisme de rupture observée.

Pour une vitesse de déformation de  $10^{-10} \text{ s}^{-1}$ , la longueur de diffusion vaut environ 40  $\mu\text{m}$ , ce qui correspond à la taille des facettes intergranulaires, par conséquent, à l'échelle des cavités intergranulaires, les mécanismes de déformation sont négligeables vis-à-vis des mécanismes de diffusion, et la rupture peut être de type intergranulaire fragile. A  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , la longueur de diffusion vaut environ 1  $\mu\text{m}$ , les mécanismes de déformation ne sont donc plus négligeables, et la rupture est mixte. A  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , la longueur de diffusion étant de l'ordre de 0.1  $\mu\text{m}$ , l'endommagement intergranulaire autour des carbures ne pourra se développer et la rupture sera totalement transgranulaire. La longueur de diffusion est un indicateur très approximatif, mais elle permet de comprendre la transition de mécanisme de rupture observée lors des essais de traction et de fluage sur éprouvettes lisses (cf. Tableau 21, page 150).

La Figure 179 montre également que l'érouissage, qui modifie fortement la résistance à la déformation de l'acier 316L(N), modifie peu la longueur de diffusion pour une vitesse de déformation donnée. Cela explique que la vitesse de déformation autour de laquelle s'effectue la transition de mécanisme de rupture ne dépende pas de l'érouissage ou même

de la nuance considérée. En revanche, cela n'explique pas pourquoi, à même vitesse de déformation, l'écroissage favorise le développement de l'endommagement intergranulaire lors des essais de fluage sur éprouvettes lisses.

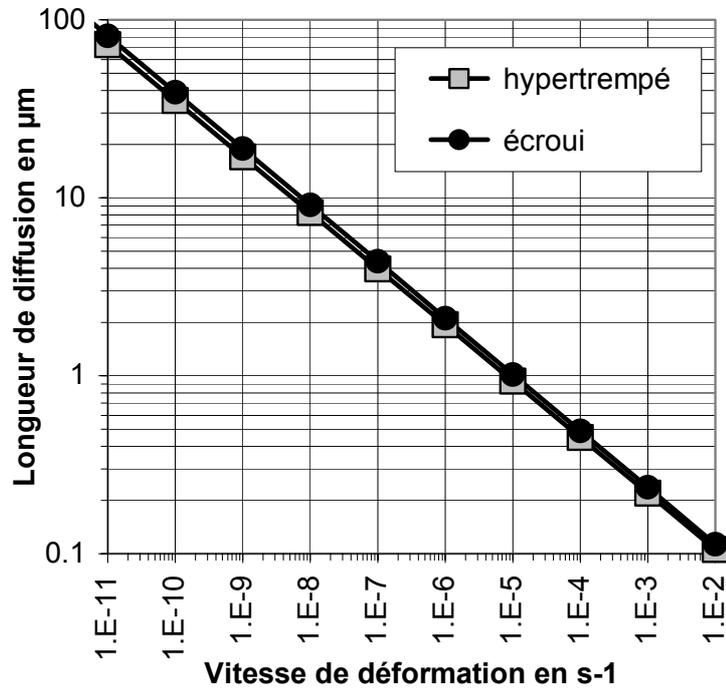


Figure 179 : Longueur de diffusion estimée pour l'acier 316L(N) à 600°C en fonction de la vitesse de déformation viscoplastique

#### b) Effet du taux de triaxialité des contraintes

D'après l'équation définissant la longueur de diffusion, celle-ci augmente légèrement avec le rapport  $\sigma_1/\sigma_{eq}$  mais garde le même ordre de grandeur, à vitesse de déformation donnée. Autrement dit, la transition de mécanisme de rupture doit s'effectuer autour de la même vitesse de déformation lors d'essais sur éprouvettes lisses, entaillées ou pré-fissurées. Cependant l'hétérogénéité des champs mécaniques dans ces dernières complique un peu l'analyse : D'une part, la vitesse de déformation n'est pas uniforme dans ces éprouvettes, d'autre part le taux de triaxialité des contraintes modifie la cinétique de croissance de l'endommagement (cf. IV.1.3). On peut tout de même estimer l'ordre de grandeur de la vitesse de déformation en utilisant les longueurs de référence comme dans le Tableau 22, page 171 concernant les éprouvettes CT testées en traction lente. D'après ce tableau, la vitesse de référence à 600°C correspondant à l'endommagement intergranulaire fragile sur éprouvette CT est de l'ordre de  $10^{-8} \text{ s}^{-1}$ , ce qui correspond bien aux observations réalisées sur éprouvettes lisses. Concernant les éprouvettes entaillées, la longueur de référence peut être estimée comme étant égale à deux fois le rayon d'entaille (Piques 1989) soit 2 mm pour les éprouvettes FLE 1-6 et 8 mm pour les FLE 4-6. Lors d'essais de fluage d'une durée d'environ 1000 heures sur ces éprouvettes l'ordre de grandeur des vitesses de référence en stade secondaire est donc de  $10^{-9} \text{ s}^{-1}$  pour l'acier 316L(N) à l'état écroui et de  $10^{-8} \text{ s}^{-1}$  pour l'état hypertrempé. De nouveau, on constate que ces vitesses correspondent à l'observation du mode de rupture intergranulaire fragile. Comme prévu par la formule de la longueur de diffusion, le taux de triaxialité des contraintes ne modifie donc pas le mode d'endommagement pour une vitesse de déformation donnée. Remarquons, en revanche, que pour un temps à rupture donné, le caractère intergranulaire de l'endommagement augmente avec le taux de triaxialité des contraintes (ce qui est dû au fait qu'à vitesse de déformation donnée, la cinétique d'endommagement intergranulaire augmente avec le taux de triaxialité, voir § IV.1.3).

### c) Correspondance avec les faciès de rupture

Lors du stade tertiaire des essais de fluage sur éprouvettes lisses et entaillées, la vitesse de déformation augmente progressivement pour atteindre environ  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$  juste avant la rupture (cette estimation est réalisée en supposant la déformation homogène, ce qui n'est pas réaliste, la vitesse de déformation locale est donc certainement plus élevée). D'après le raisonnement basé sur la longueur de diffusion, le caractère intergranulaire de l'endommagement doit donc diminuer lors du stade tertiaire. C'est bien ce que l'on observe lors des essais sur éprouvettes lisses (des cupules transgranulaires se développent autour de facettes intergranulaires préalablement rompues), ainsi que sur éprouvettes entaillées (les zones non endommagées préalablement en mode intergranulaire fragile rompent de manière transgranulaire ductile). Cette transition de mécanisme de rupture en cours d'essai aboutit à la contradiction apparente suivante : le faciès de rupture des éprouvettes lisses testées en fluage est ductile à cupules quelle que soit la durée de l'essai alors que l'endommagement observé en coupe est transgranulaire lors des essais courts et intergranulaire lors des essais longs. Les essais réalisés à vitesse de déformation constante (traction sur éprouvettes lisses ou CT) permettent en revanche, à partir du seul faciès, d'associer un mode de rupture à chaque vitesse de déformation.

Concernant les essais de relaxation sur éprouvette CT, la vitesse de déformation, constante pendant la phase de mise en charge, vaut  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  environ puis décroît continûment. En suivant le raisonnement décrit précédemment, on pourrait imaginer que la rupture soit dans un premier temps ductile puis que son caractère intergranulaire augmente progressivement. Cependant, la déformation de mise en charge et celle de relaxation est très faible (inférieure à 1%), ce qui est insuffisant pour que la rupture transgranulaire se développe. Par conséquent, le seul mode de rupture observée en relaxation sur éprouvette CT est le mode intergranulaire fragile.

L'observation des éprouvettes en acier 316 testées à  $600^\circ\text{C}$  sur plusieurs géométries et sous plusieurs types de sollicitation confirme donc le rôle prépondérant de la vitesse de déformation dans la détermination des modes d'endommagement et de rupture que l'expression de la longueur de diffusion prévoyait. Quels que soient l'état d'écrouissage des trois aciers 316 étudiés et la géométrie des éprouvettes, l'endommagement est intergranulaire fragile pour des vitesses de déformation inférieures à  $10^{-8} \text{ s}^{-1}$  environ, transgranulaire ductile pour des vitesses supérieures à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  environ, et mixte entre les deux. En choisissant la vitesse de déformation comme paramètre plutôt que le temps à rupture, on généralise, à l'état écroui et aux taux de triaxialité des contraintes plus élevés, la carte de rupture proposée par Fields et al. (1980) présentée sur la Figure 32, page 53.

### d) Effet de la température

On n'a pas estimé quantitativement l'effet de la température sur la longueur de diffusion, car on n'a pas réalisé d'essais de fluage à d'autres températures. Cependant, l'expression de la longueur de diffusion montre que celle-ci est peu modifiée lorsque le rapport entre la vitesse de déformation et le coefficient de diffusion intergranulaire reste constant. Par conséquent, lorsque la température diminue de  $50^\circ\text{C}$ , il faut diminuer la vitesse de déformation d'un facteur  $\exp[-50 \times Q_b / RT^2]$  qui vaut environ 4 pour retrouver la même longueur de diffusion. Le Tableau 22, page 171, qui rappelle les modes de rupture observés lors des essais de traction lente sur éprouvettes CT réalisés à  $550^\circ\text{C}$  et à  $600^\circ\text{C}$ , confirme le sens et l'ordre de grandeur de cet effet de température commun aux trois aciers étudiés.

Supposons que l'endommagement intergranulaire nécessite d'accumuler au moins 0.2% de déformation (qui est l'ordre de grandeur de la déformation de relaxation) à une vitesse inférieure à  $10^{-8} \text{ s}^{-1}$  à  $600^\circ\text{C}$  (qui est la vitesse à laquelle l'endommagement observé est purement intergranulaire). Le temps minimal pour qu'un essai réalisé à vitesse de déformation constante s'endommage de manière intergranulaire est alors d'environ 50 heures ( $0.2\% / 10^{-8}$ ). A  $550^\circ\text{C}$ , compte tenue de l'effet de la température sur la longueur de diffusion, le temps minimal estimé est de 200 heures et à  $500^\circ\text{C}$ , il est de 800 heures. Ce calcul est très approximatif, mais il permet de fixer l'ordre de grandeur de la durée des essais susceptibles de conduire à un endommagement intergranulaire en fonction de la température.

### IV.1.2 Effet de l'écroissage sur l'endommagement intergranulaire

Avant de discuter de l'effet de l'écroissage proprement dit, nous allons revenir sur quelques aspects théoriques du développement de l'endommagement intergranulaire et les comparer aux observations réalisées.

#### IV.1.2.1 Aspects théoriques de l'endommagement intergranulaire

Du point de vue théorique, les mécanismes d'endommagement intergranulaire sont souvent décrits à l'échelle de la cavité intergranulaire. A cette échelle, deux stades d'endommagement sont distingués : la germination et la croissance. Revenons rapidement sur la modélisation de ces deux stades décrits par François et al. (1993) et Riedel (1987).

##### a) Germination

Un simple raisonnement thermodynamique conduit, pour l'enthalpie libre de germination d'une cavité intergranulaire, à l'expression suivante :

$$\Delta G^* = \frac{4\gamma_s^3}{\sigma_n^2} f_v$$

avec  $\gamma_s$  l'énergie de surface et  $f_v$  un facteur de forme dépendant de l'angle de mouillage de la cavité supposée ici axisymétrique et lenticulaire. Le taux de germination  $N^*$ , activé thermiquement, doit donc suivre une loi du type :

$$N^* \propto \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{kT}\right) = \exp\left(-\frac{4\gamma_s^3}{kT\sigma_n^2} f_v\right)$$

Etant donnée la très forte dépendance de  $N^*$  à la contrainte, on peut en dériver une contrainte seuil pour la germination :

$$\sigma_{\text{germination}} \approx \frac{1}{10} \sqrt{\frac{4\gamma_s^3}{kT} f_v}$$

Cette contrainte seuil qui ne varie que très peu avec la température est de l'ordre de 500 MPa avec  $f_v=10^{-2}$ . Bien qu'il existe une forte incertitude sur la valeur de  $f_v$ , il ne semble pas raisonnable d'affecter à ce facteur de forme une valeur beaucoup plus faible que  $10^{-2}$  (Riedel 1987). Par conséquent, la germination des cavités ne peut s'effectuer que sur des sites concentrateurs de contraintes. Cela explique le fait que nous ayons toujours observé la localisation de l'endommagement autour des précipités intergranulaires, aux points triples ou à l'avant de la pointe de micro-fissures intergranulaires (cf. § III.2.4.3). Le développement de micro-fissures par coalescence des cavités intergranulaires nous semble en effet à l'origine de « surcontraintes » intergranulaires. D'une part, il entraîne une diminution de la section efficace et, par conséquent, une augmentation de la contrainte effective et, d'autre part, il produit un effet de concentration de contraintes à la pointe de la micro-fissure.

A l'échelle de la cavité intergranulaire, la déformation de la matrice n'intervient pas dans cette théorie de la germination. Cependant, à l'échelle du polycristal, il apparaît que les concentrations de contraintes aux points triples sont liées aux incompatibilités de déformation entre grains. Diard et al. (2002) par exemple, ont simulé par éléments finis le fluage de polycristaux de zircaloy-4 (alliage hexagonal compact à base de zirconium) à l'aide d'un modèle de plasticité cristalline prenant en compte l'orientation de chaque grain et celle de chaque système de glissement activé. Ils montrent alors que, lors du fluage, se développent de fortes hétérogénéités de déformation intergranulaires et intragranulaires qui entraînent l'existence de « surcontraintes » au niveau des joints de grains. Lors d'essais réalisés à contrainte macroscopique constante, la germination des cavités pilotée par une contrainte locale critique peut donc s'effectuer progressivement avec la déformation.

Par conséquent, la thermodynamique de la germination des cavités intergranulaire couplée à la mécanique de polycristaux endommagés rend (au moins sur le plan qualitatif) bien

compte de la germination continue des cavités intergranulaires observée par Needham (1980) lors du fluage d'un acier inoxydable austénitique.

### b) Croissance

En ce qui concerne la croissance des cavités, deux mécanismes principaux sont à l'œuvre : la croissance par diffusion intergranulaire de lacunes et la croissance par déformation viscoplastique. La compétition entre ces deux mécanismes est réglée par le rapport entre la taille des cavités et la longueur de diffusion. Ainsi, à 600°C, pour des vitesses de déformation suffisamment faibles (de l'ordre de  $10^{-8} \text{ s}^{-1}$ ), la croissance par déformation viscoplastique est négligeable. La croissance des cavités intergranulaires peut alors (théoriquement) être décrite par des modèles faisant appel à la diffusion comme celui proposé par Hull et Rimmer (1959). Ce modèle permet d'obtenir pour le taux de croissance du rayon des cavités (supposées axisymétriques) l'expression suivante :

$$\dot{R} = \frac{2\Omega \delta D_b [\sigma_1 - (1-\omega)\sigma_0]}{h(\psi)q(\omega)R^2}$$

La signification de l'ensemble des notations utilisées dans les formules est donnée dans le Tableau 24.

Bien d'autres modèles de croissance diffusifs ont été proposés depuis les années soixante, le lecteur désireux d'en savoir plus pourra se reporter à l'ouvrage de Riedel (1987) ou à la revue de Kassner et Hayes (2003).

En remarquant sur les coupes polies d'éprouvettes endommagées que les cavités de fluage ne se développent pas simultanément sur l'ensemble des facettes, Dyson (1976) suppose que l'effort que doit transmettre une facette perpendiculaire à l'axe de la contrainte principale se reporte en partie sur les joints voisins non endommagés. Si la vitesse de déformation viscoplastique des grains voisins est suffisamment faible, elle va donc limiter la croissance des cavités intergranulaires. On peut estimer la vitesse de déformation correspondant à cette transition par la formule suivante :

$$\dot{\varepsilon}_{eq} = \frac{2q'\Omega\delta D_b \sigma_{eq}}{q(\omega)kT\lambda^2 d}$$

Cette vitesse vaut dans notre cas environ  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$  à 600°C. Cela signifierait qu'en pratique lorsqu'il y a endommagement intergranulaire la croissance est toujours contrôlée par le fluage de la matrice. Le taux de croissance s'écrit alors :

$$\dot{R} = \frac{\dot{\varepsilon}_{eq} \lambda^2 d}{h(\psi)R^2 q'} \frac{[\sigma_1 - (1-\omega)\sigma_0]}{\sigma_{eq}}$$

La prise en compte par Dyson de l'échelle du polycristal modifie donc complètement la loi de croissance des cavités intergranulaires alors que le mécanisme local de croissance reste identique. Bien que ce mécanisme soit purement diffusif, la vitesse de déformation ainsi que le rapport entre la contrainte principale maximale et la contrainte de Von Misès jouent, d'après ce modèle, un rôle prépondérant dans la cinétique d'endommagement intergranulaire.

### c) Conclusions

Le développement de l'endommagement intergranulaire dans le domaine des faibles vitesses de déformation (des longueurs de diffusion élevées) implique essentiellement des mécanismes de diffusion intergranulaire. Cependant, les conditions locales de germination et de croissance dépendent du caractère polycristallin des matériaux étudiés. En particulier, les hétérogénéités de déformation entre grains conduisent à l'existence de « surcontraintes » au niveau des points triples et des joints de grains qui sont déterminantes

pour la germination des cavités. De plus, le développement de l'endommagement intergranulaire modifie les champs mécaniques locaux, ce qui modifie en retour les cinétiques d'endommagement. Par conséquent, alors que les paramètres contrôlant localement la germination et la croissance des cavités sont la contrainte normale au joint de grains et la diffusion intergranulaire, les paramètres clés à l'échelle de l'élément de volume semblent être la déformation et le rapport entre la plus grande contrainte principale et la contrainte de Von Misès.

$\Omega$	Volume atomique en $m^3$	$1.21 \cdot 10^{-29}$
$\delta D_b = \delta D_b^0 \exp(-Q_b/RT)$	Coefficient de diffusion du joint	
$\delta D_b^0$	en $m^3/s$	$7.5 \cdot 10^{-14}$
$Q_b$	en kJ/mol	159
$\gamma_s$	Energie de surface libre en $J/m^2$	2
$\gamma_b$	Energie de surface du joint en $J/m^2$	
$\psi$	Demi-angle de mouillage de la cavité	$\cos(\psi) = \gamma_b / 2\gamma_s$
$f_v = f_v(\psi)$	Facteur de forme	$= (2\pi/3) [2-3\cos(\psi)+\cos^3(\psi)]$
$h(\psi)$	Volume de la cavité divisé par le volume d'une sphère de même rayon	$= 3 f_v(\psi) / 4\pi \sin^3(\psi)$
$\sigma_1$	Contrainte principale maximale	
$\sigma_{eq}$	Contrainte de von Misès	
$\sigma_o$	Contrainte à la frontière d'une cavité à l'équilibre	$= 2 \gamma_s \sin(\psi)/R$
$R$	Rayon de la cavité	0.1-1 $\mu m$
$\lambda$	Distance entre cavités	1-10 $\mu m$
$\omega$	Fraction surfacique cavité	$= 2R / \lambda$
$q(\omega)$		$= -2 \ln(\omega) - (3-\omega)(1-\omega)$
$n$	Coefficient de la loi de fluage secondaire	$\dot{\epsilon}_s = A \sigma^n$
$d$	Taille de grain ou de facette	$\approx 50 \mu m$
$q'$		$= \pi^2 (1+3/n)^{1/2}$

Tableau 24 : Notations utilisées dans les équations concernant la germination et la croissance des cavités intergranulaires, d'après Riedel (1987)

### IV.1.2.2 Fragilisation par écrouissage

Les essais de fluage sur éprouvettes lisses ou entaillées, ainsi que les essais de propagation de fissure en relaxation ont montré que l'écrouissage des aciers 316 ne modifiait pas l'aspect de l'endommagement intergranulaire. Dans tous les cas, on a pu constater que les microfissures intergranulaires, préférentiellement orientées perpendiculairement à la plus grande contrainte principale, résultaient de la coalescence de cavités s'initiant aux points triples. Cependant, à même vitesse de déformation, l'endommagement se développe plus rapidement dans le cas de l'état écroui que dans le cas de l'état hypereuré, ce qui réduit la ductilité. Comment peut-on expliquer cette « fragilisation » par écrouissage ? Revenons tout d'abord sur les interprétations mentionnées au paragraphe I.3.2.2 de la partie bibliographie.

#### a) *Interprétations proposées dans la littérature*

Wilshire et Willis (2001), qui ont étudié un acier 316H à 575°C, supposent que la restauration de l'écrouissage est rapide le long des joints de grains. La localisation de la déformation au voisinage des joints de grains serait donc renforcée par l'écrouissage, ce qui engendrerait un endommagement plus rapide des aciers à l'état écroui. Les examens de microscopie électronique en transmission réalisés au cours de la thèse sur les aciers écrouis puis vieillies plusieurs centaines d'heures à 600°C ne montrent pourtant pas de signe de restauration particulier au niveau des joints de grains. De plus, si les zones au voisinage immédiat des joints de grains étaient beaucoup moins résistantes que l'intérieur des grains, il nous semble que l'on devrait observer sur les faciès de rupture d'éprouvettes testées sous vide ou sur les coupes polies des traces de fortes déformations locales, ce qui n'est pas le cas (cf. § III.2.4.3). Cette hypothèse de restauration accélérée le long des joints de grains n'apparaît donc pas confirmée par l'expérience.

Dyson et Loveday (1980) évoquent la possible existence, dans les aciers de type 316, d'un endommagement intergranulaire induit par écrouissage comme dans le Nimonic 80 (cf. **Annexe A** § VIII.4.1). Contrairement au cas du Nimonic 80, les examens de microscopie électronique en transmission réalisés au cours de la thèse sur les aciers 316 à l'état écroui puis vieillies à 600°C n'ont pas révélé l'existence de cavités intergranulaires. De plus, l'effet fragilisant de l'écrouissage disparaît lorsque l'acier est testé à une température telle que l'écrouissage se restaure rapidement en cours d'essai. Comme l'ont remarqué Guttman et Timm (1981) concernant un acier 314, cette réversibilité de l'effet d'écrouissage nous paraît difficilement compatible avec l'existence d'un endommagement intergranulaire induit par écrouissage.

D'après Guttman et Timm (1981), l'endommagement intergranulaire de l'acier 314 est favorisé par l'écrouissage car celui-ci empêcherait la relaxation des contraintes locales. En ce qui concerne les aciers 316 étudiés au cours de la thèse, la résistance à la déformation augmente en effet avec le nombre d'interactions dislocations-dislocations. A même vitesse de déformation, la contrainte d'écoulement est environ deux fois plus élevée pour les aciers à l'état écroui que pour les aciers à l'état hypereuré. Cependant, à l'échelle macroscopique, les taux de relaxation des contraintes mesurés sur éprouvettes lisses en acier 316L(N) écroui sont comparables à ceux des aciers hypereurés. Dans le cas des aciers 316 à 600°C, l'écrouissage ne paraît donc pas empêcher la relaxation des contraintes.

Les résultats obtenus au cours de la thèse contredisent donc partiellement les trois mécanismes proposés dans la littérature pour expliquer l'effet fragilisant de l'écrouissage. Examinons maintenant, à la lumière des développements théoriques évoqués au paragraphe précédent, en quoi l'écrouissage pourrait modifier le développement de l'endommagement.

#### b) *Germination et croissance*

L'écrouissage entraîne une augmentation de la contrainte pour une vitesse de déformation donnée. Cependant, la taux de croissance des cavités par le mécanisme de diffusion de Dyson (1976) ou par viscoplasticité (Rice et Tracey 1969, Gurson 1977, Tvergaard et

Needleman 1984) dépend exclusivement de la vitesse de déformation et des rapports  $\sigma_l/\sigma_{eq}$  et  $\sigma_m/\sigma_{eq}$  avec  $\sigma_l$ ,  $\sigma_m$  et  $\sigma_{eq}$  les contraintes principale, hydrostatique, et équivalente respectivement. D'après ces mécanismes, à vitesse de déformation donnée, la croissance des cavités devrait être identique pour l'état écroui et pour l'état hypereffé.

La germination des cavités, en revanche, nécessite des contraintes locales élevées. Or l'écrouissage est susceptible d'augmenter les contraintes locales. D'une part, à vitesse de déformation donnée, l'écrouissage augmente la contrainte macroscopique. D'autre part, le caractère polycristallin des aciers entraîne, lors de l'écrouissage, une forte hétérogénéité de déformation à l'origine de contraintes résiduelles à l'échelle locale qui se superposent au champ de contrainte résultant du chargement macroscopique. Par conséquent, la germination des cavités de fluage devrait être favorisée par l'écrouissage. Comme la germination de nouvelles cavités est à l'origine de la propagation des micro-fissures intergranulaires, celles-ci devraient se développer plus rapidement dans un matériau à l'état écroui que dans un matériau hypereffé. L'existence de contraintes résiduelles locales avait déjà été évoquée par Dyson, Loveday et Rodgers (1976) pour expliquer la fragilisation par écrouissage du Nimonic 80. Ce mécanisme rend bien compte des observations réalisées sur les aciers 316. En ce qui concerne les essais de fluage par exemple, la déformation correspondant à l'écrouissage est bien plus importante que la déformation de mise en charge des aciers à l'état hypereffé. Les contraintes locales liées aux incompatibilités de déformation entre grains sont donc bien plus élevées dans le cas de l'état écroui que dans le cas de l'état hypereffé. Par conséquent, la déformation de fluage nécessaire pour atteindre une densité de micro-fissures donnée sera plus faible dans le cas de l'état écroui, ce qui correspond bien aux observations.

Des contraintes locales élevées ne pourront cependant persister dans les aciers à l'état écroui que si la restauration du réseau de dislocations ne s'effectue pas trop rapidement en cours d'essai. Autrement dit, lorsque l'on augmente la température d'essai, le caractère fragilisant de l'écrouissage devrait diminuer. Les données bibliographiques concernant l'effet de l'écrouissage sur la ductilité en fluage des aciers inoxydables austénitiques (cf. § 1.3.2.2) montrent justement que la fragilisation par écrouissage est d'autant moins marquée que la température est élevée. Le mécanisme de fragilisation par écrouissage liée à une augmentation de la germination des cavités intergranulaires induite par les contraintes locales nous semble donc tout à fait cohérent avec les résultats tirés de la littérature.

### **c) Observation de l'hétérogénéité de déformation**

Afin de mettre en évidence l'hétérogénéité de déformation liée au caractère polycristallin des aciers, des essais de fluage sous vide ont été réalisés au CEA à 600°C sur éprouvette plate munie de microgrilles de platine (cf. plan page 308). Le dépôt des microgrilles a été réalisé au Laboratoire de Mécanique des Solides de l'Ecole Polytechnique selon la technique décrite par Allais et al. (1994). La Figure 180 indique la déformation axiale de mise en charge mesurée par corrélation d'image sur l'acier 316L(N) à l'état hypereffé. La Figure 181 qui représente une cartographie EBSD de la zone correspondante permet d'évaluer les désorientations cristallines relatives des grains. On constate sur ces figures que la déformation plastique varie d'un grain à l'autre mais également à l'intérieur d'un même grain. Des bandes de glissement sont apparentes au cœur de certains grains. D'une manière générale, la déformation semble plus élevée au voisinage des joints de grains qu'au cœur des grains. La photographie présentée sur la Figure 182 concerne une zone ne comportant pas de microgrille, voisine de celle correspondant aux deux figures précédentes. Cette figure confirme l'existence des bandes de glissement et de la forte hétérogénéité de déformation d'un grain à l'autre.

Lors du fluage de l'acier 316L(N) à l'état hypereffé, l'hétérogénéité de la déformation constatée lors de la mise en charge se renforce (Figure 183) et l'endommagement intergranulaire se développe (Figure 184). En comparant la Figure 184 et la Figure 180 on peut se rendre compte que les joints de grains endommagés correspondent aux zones les plus déformées.

Un essai similaire a été réalisé sur l'acier 316L(N) à l'état écroui. Dans ce cas, la mise en charge est élastique. La cartographie réalisée après seulement 0.5 % de déformation de fluage est reproduite sur la Figure 185. La déformation à l'intérieur des grains est trop faible pour pouvoir être correctement estimée par la méthode de corrélation d'image (Doumalin 2000). En revanche, les joints de grains apparaissent déjà déformés. La Figure 186 montre qu'en réalité les joints de grains sont endommagés, ce qui illustre une fois de plus le caractère fragilisant de l'écroutissage.

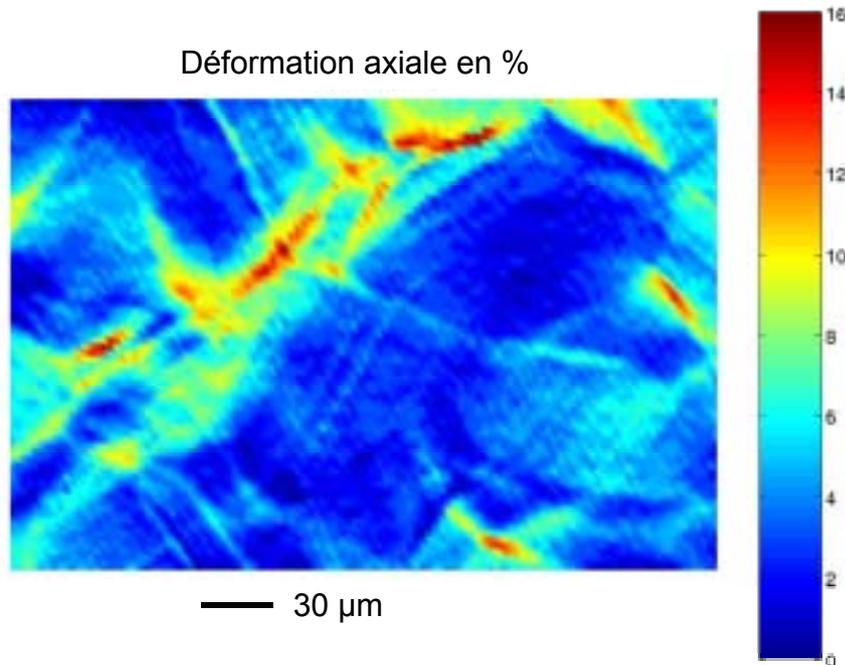


Figure 180 : Cartographie de déformation issue de la corrélation d'images réalisée au LMS à partir de photographies obtenues par microscopie électronique à balayage après mise en charge d'un essai de fluage à 600°C sous vide sur éprouvette plate pourvue de microgrilles avec un pas de 2 μm, acier 316L(N) à l'état hypere trempé, déformation axiale moyenne 4.3%, axe de traction vertical

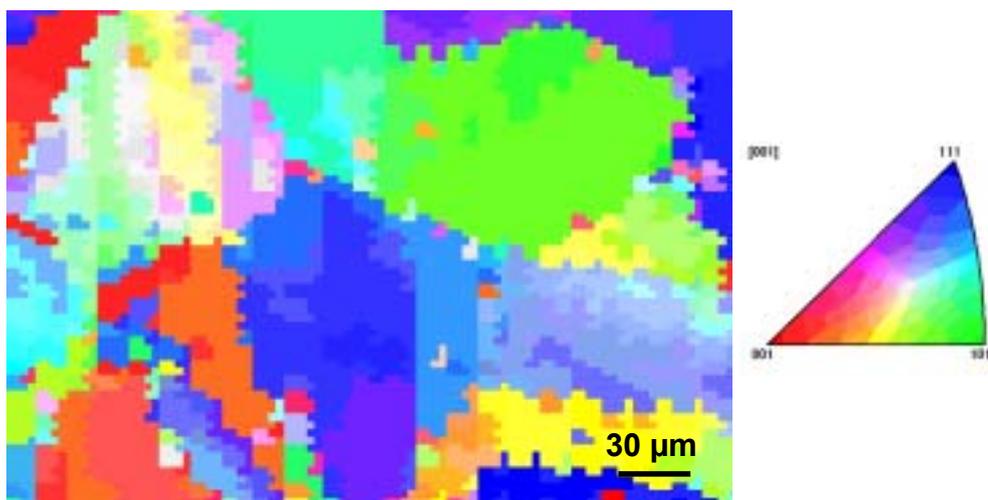


Figure 181 : Cartographie obtenue au CdM par diffraction des électrons rétro-diffusés donnant l'orientation cristallographique des grains avant déformation de la zone correspondant à la Figure 180

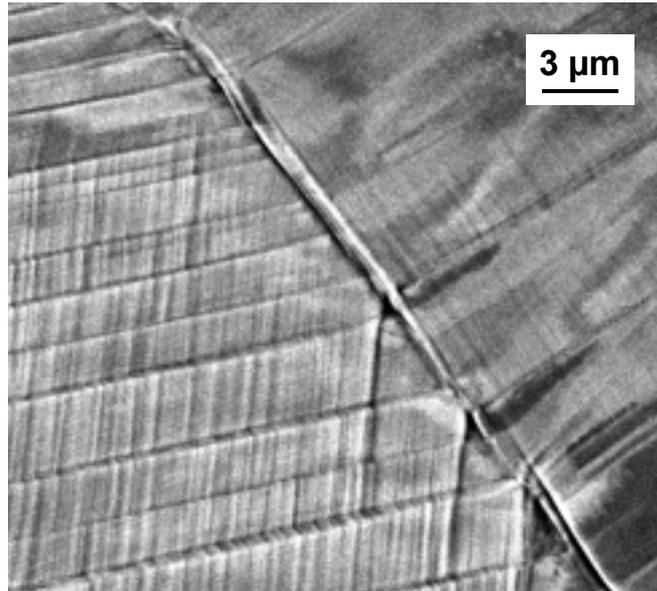


Figure 182 : Observation en microscopie électronique à balayage en mode rétrodiffusé des bandes de glissement qui apparaissent dans certains grains après mise en charge à 600°C d'une éprouvette plate en acier 316L(N) à l'état hypertrempé

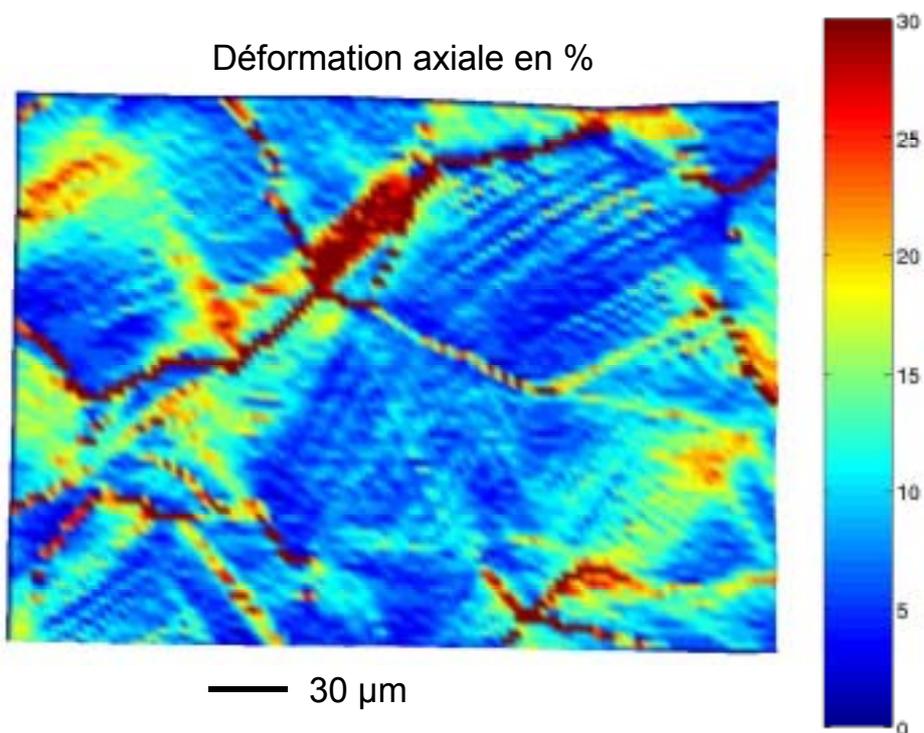


Figure 183 : Cartographie de déformation lors du fluage à 600°C sous vide sur éprouvette plate pourvue de microgrilles avec un pas de 2 μm, acier 316L(N) à l'état hypertrempé, déformation axiale moyenne : 11.7%, axe de traction vertical, zone identique à celle de la Figure 181

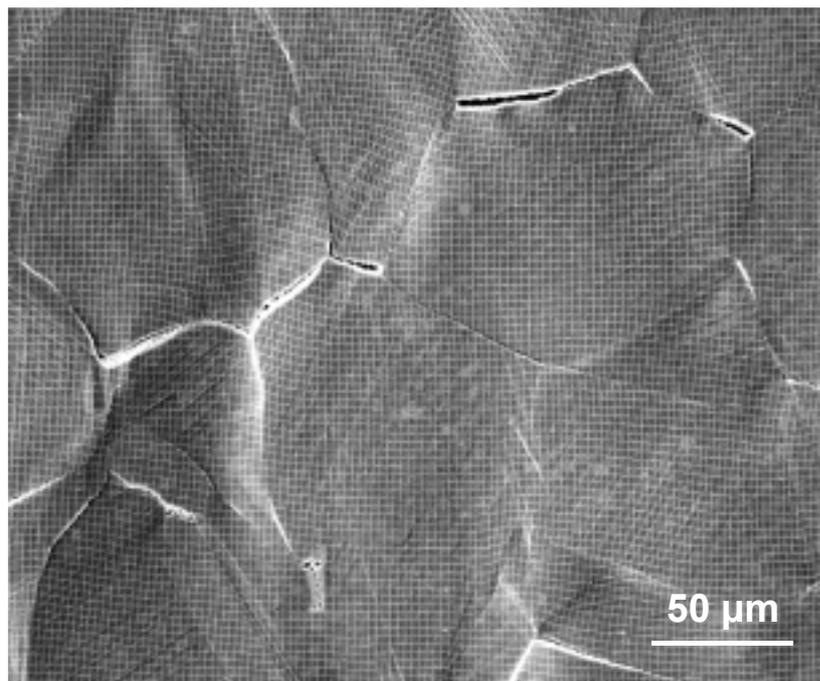


Figure 184 : Observation en microscopie électronique à balayage après fluage à 600°C d'une éprouvette plate en acier 316L(N) à l'état hypertrempé pourvue de microgrilles avec un pas de 2 μm, axe de traction vertical, zone identique à celle de la Figure 183

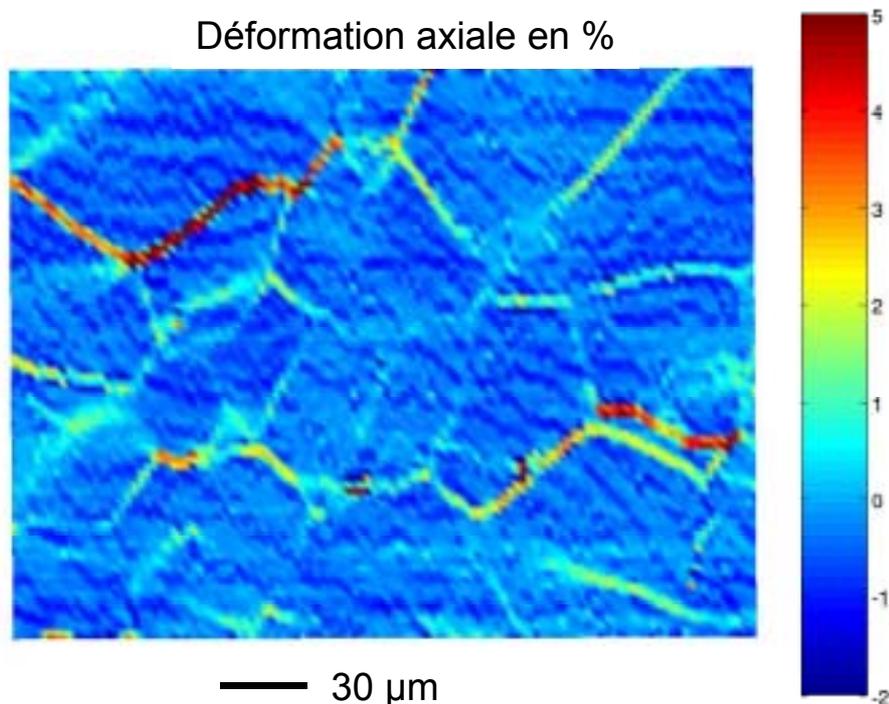


Figure 185 : Cartographie de déformation lors du fluage à 600°C sous vide sur éprouvette plate pourvue de microgrilles avec un pas de 2 μm, acier 316L(N) à l'état écroui, déformation axiale moyenne : 0.5%, axe de traction vertical

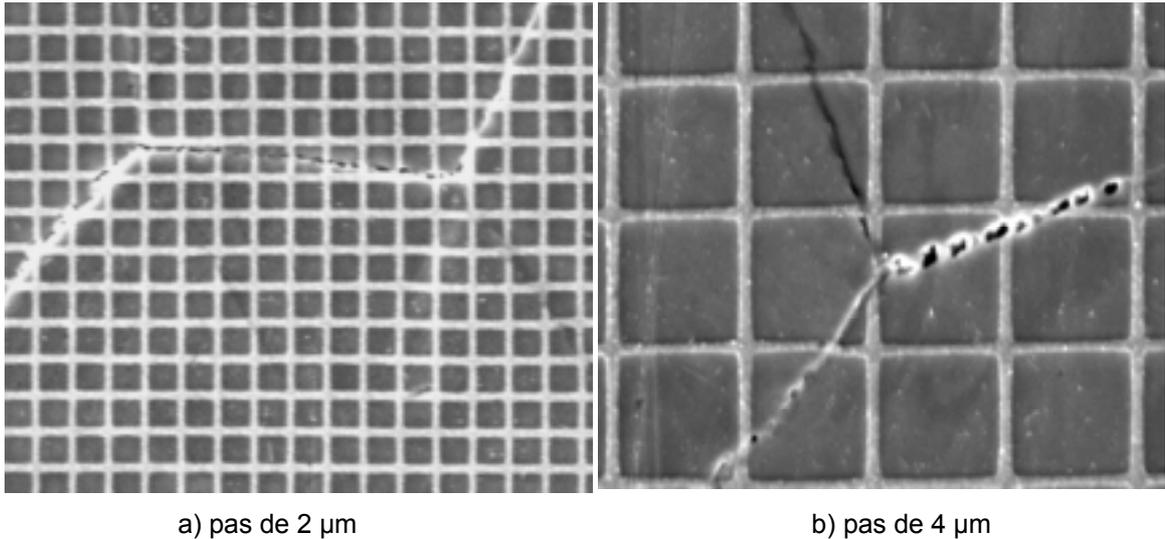


Figure 186 : Endommagement intergranulaire observé en surface d'une éprouvette plate en acier 316L(N) testée en fluage sous-vide à 600°C, axe de traction vertical, déformation axiale moyenne de 0.5%

### IV.1.3 Effet du taux de triaxialité des contraintes

A la suite de Hales (1994), Spindler (2001) a effectué une revue des données disponibles concernant l'effet du taux de triaxialité des contraintes sur la déformation à rupture en fluage autour de 600°C des aciers inoxydables austénitiques de type 316 et 304 à l'état hypertrempé. Comme le montre la Figure 187, il parvient à reproduire correctement les tendances observées en utilisant le modèle phénoménologique suivant :

$$\frac{\varepsilon_{\text{eq\_rupture}}}{\varepsilon_{\text{uniaxial\_rupture}}} = \exp \left[ p \left( 1 - \frac{\sigma_1}{\sigma_{\text{eq}}} \right) + q \left( \frac{1}{2} - \frac{3\sigma_m}{2\sigma_{\text{eq}}} \right) \right]$$

avec  $p$  et  $q$  des paramètres dépendant de la nuance considérée,  $\sigma_1$ ,  $\sigma_m$  et  $\sigma_{\text{eq}}$  les contraintes principale, hydrostatique, et équivalente, respectivement. Le modèle de Spindler fait intervenir d'une part le rapport  $\sigma_1 / \sigma_{\text{eq}}$  comme dans les modèles de germination et de croissance diffusifs et d'autre part le rapport  $\sigma_m / \sigma_{\text{eq}}$  comme dans les modèles de croissance viscoplastique (cf. § IV.1.2.1). C'est sans doute cette caractéristique qui lui permet de bien rendre compte des données expérimentales sur une large gamme de taux de triaxialité. Cependant, comme le mode de rupture des éprouvettes utilisées pour identifier les paramètres du modèle n'est pas pris en compte, le modèle de Spindler ne décrit pas l'effet de la triaxialité des contraintes sur l'endommagement intergranulaire en particulier mais plutôt sur l'endommagement de fluage en général.

Le modèle proposé par Yoshida et al. (1990) a été identifié par approche locale de la rupture en s'appuyant sur des mesures de longueurs de micro-fissures intergranulaires dans un acier 316 à l'état hypertrempé. Il s'agit donc d'un modèle qui ne rend compte que des cas de rupture purement intergranulaire. L'effet du taux de triaxialité des contraintes n'est pas explicite dans l'expression phénoménologique de l'incrément d'endommagement ( $dD$ ) en fonction de l'incrément de déformation ( $d\varepsilon_{\text{eq}}$ ) :

$$dD = A \langle \sigma_1 \rangle^\alpha \cdot \varepsilon_{\text{eq}}^{-\beta} \cdot d\varepsilon_{\text{eq}}$$

avec  $A$ ,  $\alpha$  et  $\beta$  des paramètres associé au matériau considéré. Cependant, la Figure 188, obtenue après identification et application de ce modèle à un acier de type 321 testé en fluage à 600°C, rend compte du fait que la ductilité baisse de façon notable lorsque le taux de triaxialité augmente. Cette baisse de ductilité a d'ailleurs été considérée par Holt et

Spindler (1996) comme la raison principale de la fissuration en relaxation au voisinage des soudures. Sans pour autant négliger l'importance de ce phénomène, d'autres paramètres interviennent d'après nous dans la fragilisation des zones affectées par le soudage (cf. § IV.2).

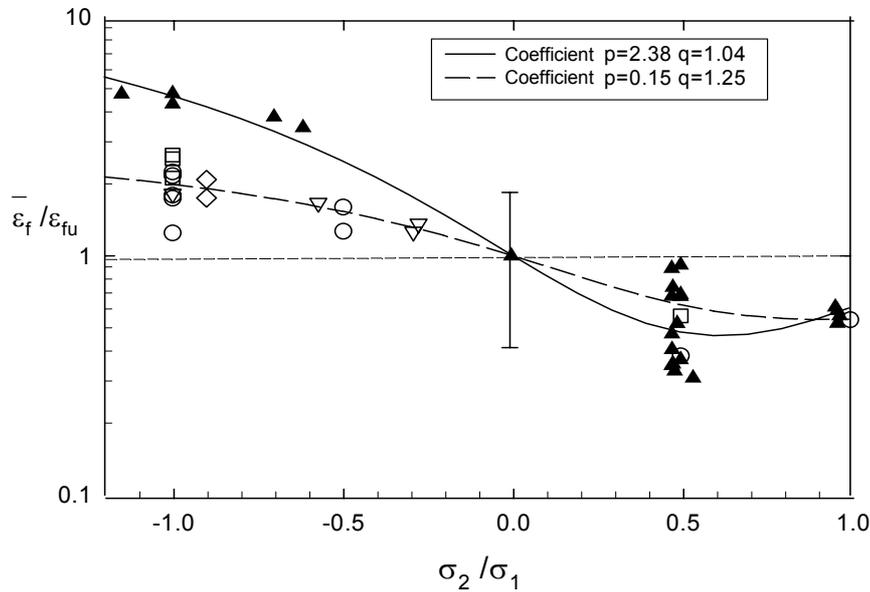


Figure 187 : Rapport entre la déformation à rupture multiaxiale et la déformation à rupture uniaxiale lors d'essais de fluage biaxiaux ( $\sigma_3 = 0$ ) réalisés aux alentours de 600°C sur des aciers 316 (symboles évidés) et 304 (symboles pleins), les courbes représentent les prédictions du modèle de Spindler (2001)

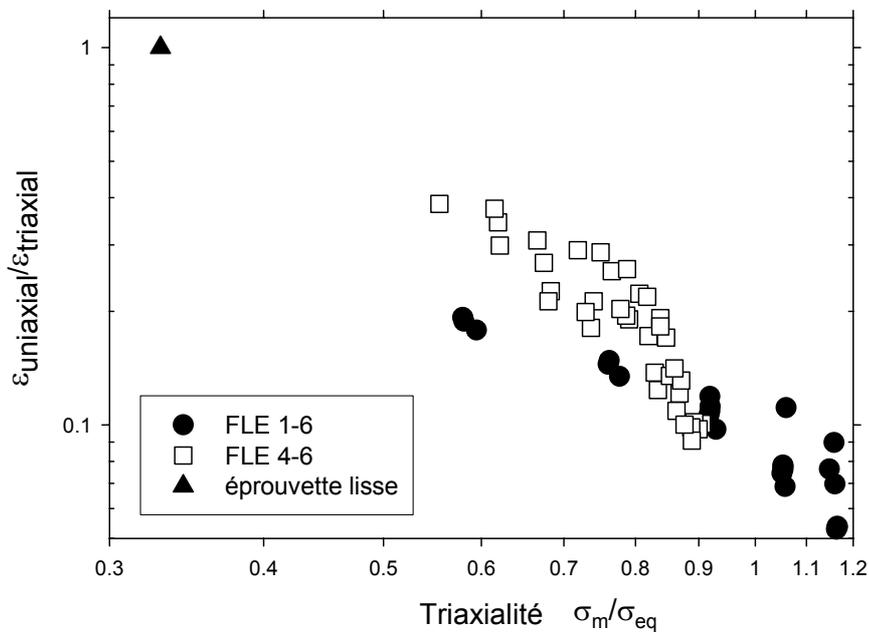


Figure 188 : Rapport entre la déformation à rupture uniaxiale et la déformation à rupture triaxiale lors d'essais de fluage sur éprouvettes axisymétriques entaillées en acier 321 simulés par éléments finis en utilisant le modèle d'endommagement de Yoshida et al. (1990), d'après Allais et al. (2004)

#### IV.1.4 Effet de la température

L'effet de la température sur la transition de mécanisme de rupture observée lors des essais de traction lente sur éprouvettes CT réalisés à 550°C et à 600°C a déjà été discuté au paragraphe IV.1.1. A même vitesse de déformation, le caractère intergranulaire de l'endommagement diminue avec la température car la diffusion est moins rapide. Bien que nous ne disposions pas de résultats expérimentaux sur ce point précis, nous voudrions évoquer ici le fait que la température influence la ductilité des aciers inoxydables austénitiques y compris lorsque le mode de rupture est purement intergranulaire.

Comme l'indique l'étude de Morris et Harries (1978) concernant le fluage des aciers 316, la répartition et le type des particules intergranulaires diffèrent selon la température d'essai, ce qui modifie la résistance des joints de grains. Nam (2002), qui a étudié la tenue en fatigue-fluage autour de 600°C d'aciers 304 et 316, attribue également un rôle important à la densité de carbures intergranulaires. D'après lui, le nombre de cavités intergranulaires est directement proportionnel au nombre de carbures intergranulaires. Chabaud-Reytier (1999) a également constaté que la précipitation intergranulaire induite par prévieillissement à 650°C augmentait la ductilité d'un acier 321. En effet, contrairement au cas des aciers non vieillis, l'acier 321 à l'état vieilli, présente des cupules de plusieurs micromètres sur les facettes intergranulaires autour des carbures (Figure 189). La température en modifiant l'état de précipitation intergranulaire peut donc modifier le développement de l'endommagement intergranulaire.

Une certaine remontée de la ductilité a été mesurée lors des essais de fluage à 600°C pour vitesses de déformation les plus faibles (cf. Figure 134 page 141). A cette température, la précipitation intergranulaire se développe en cours d'essai. Il se peut donc que celle-ci soit à l'origine de l'augmentation de la ductilité des aciers de type 316 lorsque la durée d'essai de fluage dépasse 10000 heures.

Par ailleurs, la température contrôle en partie la restauration de l'écroissage des aciers inoxydables austénitiques. Or, comme on l'a vu précédemment, celui-ci favorise le développement de l'endommagement intergranulaire. Par conséquent, la ductilité des aciers écrouis peut augmenter avec la température d'essai, bien que le mode d'endommagement reste intergranulaire.

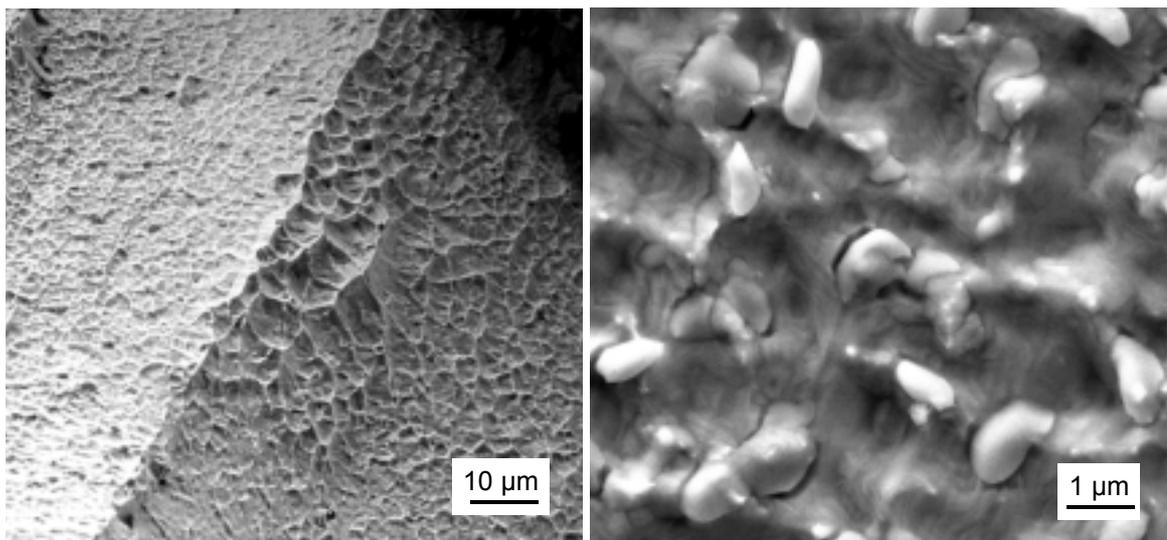


Figure 189 : Fractographie réalisée en microscopie électronique à balayage après essai de traction lente sous-vide à 600°C sur une éprouvette CT pré-fissurée en acier 321 écroui de 5% à température ambiante puis vieilli 3000 h à 650°C, vitesse d'ouverture 18 µm/h

### IV.1.5 Autres paramètres

L'étude bibliographique a permis de mettre en évidence l'influence néfaste de l'augmentation de la taille de grain sur la ductilité des aciers inoxydables austénitiques dans le domaine de la rupture intergranulaire. Les essais réalisés au cours de la thèse concernent trois aciers différents 316L, 316L(N) et 316H. Leur taille de grain respective est 75  $\mu\text{m}$ , 60  $\mu\text{m}$  et 150  $\mu\text{m}$ . Il se trouve que la ductilité de l'acier 316H, observée en fluage à 600°C sur éprouvettes lisses et entaillées à l'état écroui et à l'état hyperefforté, est plus faible que celles des aciers 316L(N) et 316L. Bien que nous ne disposions pas de preuve formelle car les aciers diffèrent par d'autres points, il semble très probable que la taille de grains soit un des paramètres responsables de la différence de ductilité observée. Comme le comportement de l'acier 316H et celui de l'acier 316L(N) sont très proches à l'état écroui et à l'état hyperefforté, on ne peut pas imputer à un effet de comportement l'écart de ductilité observé entre ces deux aciers.

La ségrégation intergranulaire d'impuretés supposées néfastes, tels le soufre ou le phosphore, ou supposées bénéfiques, tel le bore, est également susceptible de modifier l'énergie de surface et donc les conditions de germination de l'endommagement intergranulaire. Cependant, les données recueillies au cours de la présente étude sont insuffisantes pour pouvoir discuter de l'influence de la ségrégation sur l'endommagement intergranulaire.

### IV.1.6 Résumé du paragraphe IV.1

#### *Endommagement intergranulaire*

- *La transition de mécanisme de rupture mentionnée dans l'étude bibliographique et observée sur les trois aciers 316 étudiés au cours de la thèse est contrôlée par la compétition entre les mécanismes de diffusion (prépondérants à faible vitesse de déformation :  $10^{-8} \text{ s}^{-1}$  à 600°C) et les mécanismes de déformation viscoplastique prépondérants à vitesse élevée. Le calcul de la longueur de diffusion permet de rendre compte du fait que cette transition dépend de la vitesse de déformation et de la température mais peu de l'écrouissage des aciers ou de la triaxialité des contraintes*
- *L'accélération, à vitesse de déformation donnée, du développement de l'endommagement intergranulaire par pré-écrouissage, observée sur les trois aciers de l'étude, semble pouvoir s'expliquer par l'existence de contraintes résiduelles locales liées à l'hétérogénéité de déformation plastique à l'échelle de grains qui faciliterait la germination des cavités intergranulaires. Ces hétérogénéités ont pu être mises en évidence d'un grain à l'autre et au sein d'un même grain grâce à l'analyse par corrélation d'image de la déformation de fluage de l'acier 316L(N) à l'état hyperefforté et à l'état écroui*
- *Le développement de l'endommagement intergranulaire des aciers inoxydables austénitiques est accéléré par l'augmentation du taux de triaxialité des contraintes, ce qui a pour conséquence de diminuer nettement la déformation à rupture. L'étude de ce phénomène sera poursuivie dans la partie V Modélisation*
- *La température d'essai modifie non seulement la longueur de diffusion mais aussi la répartition et le type des phases présentes aux joints de grains et la vitesse de restauration de l'écrouissage. La température modifie donc la déformation à rupture des aciers inoxydables austénitiques y compris lorsque le mode de rupture reste intergranulaire*
- *La taille de grain est sans doute à l'origine de la plus faible ductilité de l'acier 316H vis-à-vis des aciers 316L(N) et 316L observée lors des essais*

## IV.2 Mécanismes de fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques

Comme on l'a vu dans la partie Bibliographie, le mécanisme global de la fissuration en relaxation a déjà été clairement défini dans les années soixante. Ce type de fissuration intergranulaire risque de se développer sous l'effet des contraintes résiduelles dans les zones affectées par le soudage des aciers inoxydables austénitiques lorsqu'elles sont réchauffées au-dessus de 450°C. Comme la relaxation des contraintes ne nécessite qu'une faible déformation plastique, la fissuration en relaxation ne peut intervenir que si les zones affectées sont « fragiles ». La question de l'origine de cette fragilité est au cœur de la discussion sur les mécanismes de fissuration en relaxation qui fait l'objet du présent paragraphe.

### IV.2.1 Mécanisme de fissuration en relaxation des aciers non stabilisés

Quatre thèmes de réflexion ressortent de l'étude bibliographique sur les mécanismes de fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques non stabilisés : la précipitation induite par écrouissage, la fragilisation par écrouissage, le retard à la restauration de l'écrouissage et la ségrégation intergranulaire d'impuretés. Il s'agit maintenant d'examiner ces quatre phénomènes à la lumière des résultats que nous avons obtenus au cours de la thèse.

#### a) Précipitation induite par écrouissage

Younger et Backer (1960) ont évoqué l'hypothèse selon laquelle la précipitation de carbures intragranulaires induite par écrouissage causerait un durcissement intragranulaire important qui favoriserait l'endommagement intergranulaire. Trois éléments nous paraissent infirmer cette hypothèse :

- La précipitation induite de carbures de type  $M_{23}C_6$  sur les dislocations a été confirmée par les observations réalisées sur l'acier 316H vieilli en service mais, conformément aux résultats de la littérature, cette précipitation ne produit pas pour autant un durcissement prononcé. La chute de dureté après hypertrempe à 1170°C de l'acier 316H vieilli n'est en effet que de 20 HV<sub>30</sub>.
- En termes de résistance à la déformation de fluage à 600°C, la précipitation induite de carbures dans l'acier 316H n'apparaît pas plus efficace que l'effet de l'azote en solution dans l'acier 316L(N)
- Les essais de relaxation sur éprouvettes CT réalisés à 600°C sur les trois aciers 316 à l'état écroui ont tous conduit à la propagation de fissure alors que seul l'acier 316H est le siège de la précipitation induite

#### b) Fragilisation par écrouissage

Les résultats obtenus par Chabaud-Reytier et al. (2003), évoqués au paragraphe I.2.2.2, suggèrent que l'écrouissage des aciers inoxydables austénitiques jouait un rôle essentiel dans le mécanisme de fissuration en relaxation. Les résultats suivants, obtenus au cours de la thèse, nous semblent confirmer cette hypothèse :

- Les procédés de soudage multi-passes engendrent un effet de cumul de l'écrouissage tel que la dureté des zones affectées peut atteindre 230 HV sous le seul effet de l'augmentation de la densité de dislocations
- Comme l'indiquaient les résultats tirés de la littérature concernant l'effet de l'écrouissage à température ambiante sur le fluage des aciers inoxydables austénitiques, l'écrouissage entre 400°C et 600°C augmente la résistance à la déformation mais diminue la ductilité de ces aciers dans le domaine de rupture

intergranulaire. Des allongements à rupture inférieurs à 1% ont ainsi pu être mesurés lors d'essais de fluage à 600°C sur éprouvettes lisses en acier 316H à l'état écroui

- La propagation de fissure en relaxation sur éprouvettes CT pré-fissurées obtenue lors d'essais sur les aciers 316 étudiés à l'état hypereffé est très faible alors qu'elle est très importante à l'état écroui
- A vitesse de déformation donnée, le développement de l'endommagement intergranulaire observé sur des coupes polies d'éprouvettes lisses en acier 316L(N) testées en fluage est favorisé par l'écrouissage préalable

L'écrouissage des zones affectées par le soudage « fragilise » donc celles-ci en favorisant le développement de l'endommagement intergranulaire, ce qui expliquerait le développement de la fissuration en relaxation. Le mécanisme de fragilisation par écrouissage que nous proposons (cf. § IV.1.2.2) est le suivant : création lors de l'écrouissage de contraintes résiduelles locales liées aux incompatibilités de déformation entre grains qui favorisent la germination des cavités intergranulaires ce qui accélère par conséquent la croissance des micro-fissures intergranulaires.

### **c) Retard à la restauration de l'écrouissage**

Le mécanisme proposé par Chabaud-Reytier et al. (2003) pour expliquer la fissuration en relaxation des aciers stabilisés mentionne également une interaction forte entre dislocations et solutés qui retarderait la restauration de l'écrouissage des zones affectées par le soudage. Examinons en quelle mesure cette suggestion pourrait s'appliquer aux aciers non stabilisés.

Les mesures de dureté et les observations réalisées après vieillissement des aciers 316 (cf. § II.3.3.2) confirment le retard à la restauration causé par l'azote en solution dans l'acier 316L(N) en comparaison de l'acier 316L. Cependant, l'acier 316H qui subit la précipitation intragranulaire de carbures résiste à la restauration de l'écrouissage aussi bien que l'acier 316L(N). Comme le suggérait l'étude bibliographique, le rôle de la précipitation des carbures dans le retard à la restauration n'est donc pas négligeable. L'origine du retard à la restauration observé dans les aciers 316 paraît donc impliquer à la fois les interactions entre dislocations et précipités et celles entre dislocations et solutés.

L'acier 316L se restaure assez rapidement par rapport aux deux autres aciers étudiés. Pourtant, à 600°C, les essais de relaxation sur éprouvettes CT en acier 316L à l'état écroui ont présenté des propagations de fissure plus rapides que les essais sur les autres aciers. Il apparaît donc que la résistance à la restauration de l'écrouissage n'est pas le facteur dominant dans le mécanisme de fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques non stabilisés.

Les essais de propagation de fissure en relaxation réalisés sur les aciers à l'état écroui puis vieillis 2 heures à 700°C (cf. § III.2.1.4) indiquent tout de même l'intérêt que l'on peut tirer de l'utilisation des aciers à faible teneur en interstitiels. L'écrouissage nous est en effet apparu comme une cause de la fragilité des zones affectées par le soudage. Or l'écrouissage des aciers à faible teneur en interstitiels se restaure plus rapidement que celui des aciers à forte teneur. Les traitements thermiques aux alentours de 700°C se révèlent donc d'autant plus efficaces pour limiter la sensibilité à la propagation de fissure en relaxation que la teneur en interstitiels est faible. Par ailleurs, lors des cycles thermiques de soudage qui entraînent la déformation plastique de la zone affectée, le niveau d'écrouissage résiduel devrait baisser si la restauration est favorisée. Enfin, si on suppose que la limite supérieure de la gamme de température de sensibilité à la fissuration en relaxation est liée à la restauration de l'écrouissage, alors il est probable que cette limite baisse avec la teneur en interstitiels.

### **d) Fragilisation par ségrégation intergranulaire d'impuretés**

La fragilisation par impuretés n'a pas été étudiée dans le cadre de la thèse. Certaines études mentionnées dans la partie Bibliographie ont pourtant permis de mettre en évidence

la ségrégation intergranulaire de soufre ou de phosphore. Il est donc légitime de se demander si le caractère fragile des aciers inoxydables austénitiques à l'état écroui pourrait provenir d'un effet de la déformation sur la ségrégation intergranulaire d'impuretés.

La ségrégation intergranulaire d'impuretés joue certainement un rôle important dans l'endommagement intergranulaire. Elle est en effet susceptible de modifier fortement l'énergie de surface et donc de favoriser la germination des cavités qui contrôle la croissance des micro-fissures intergranulaires or il n'est pas impossible que la déformation modifie les cinétiques de ségrégation intergranulaire. D'une part les dislocations pourraient servir de court-circuit de diffusion (Weiss 1992), d'autre part les micro-marches qui se forment à l'intersection des bandes de glissement et des joints de grains (Murr et al. 1990) modifient la structure de ces derniers. A notre connaissance, aucune étude n'a été publiée sur le sujet. Notons que la mise en évidence de la ségrégation intergranulaire dans les aciers inoxydables austénitiques est déjà relativement délicate, l'étude des paramètres influençant cette ségrégation est donc particulièrement difficile. Nous ne possédons pas suffisamment d'éléments pour nous prononcer sur ce sujet. Cependant, nous voudrions attirer l'attention du lecteur sur le fait que le mécanisme de fragilisation par écrouissage basé sur l'augmentation de la contrainte locale (cf. § IV.1.2.2) n'exclut pas l'existence d'autres mécanismes fragilisants faisant intervenir la ségrégation d'impuretés.

#### **e) Conclusions**

L'étude des zones affectées des aciers inoxydables austénitiques non stabilisés a montré qu'elles pouvaient être fortement écrouies lors du soudage multi-passes. La fissuration en relaxation a pu être reproduite sur des zones affectées simulées par simple laminage entre 400°C et 600°C. Ces résultats suggèrent donc l'existence d'un lien entre la fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques au voisinage des soudures et la fragilisation par écrouissage décrite dans la littérature et confirmée par les essais réalisés au cours de la présente étude. La fragilité des zones affectées par le soudage, indispensable au développement de la fissuration en relaxation, n'est due, d'après nous, qu'à l'effet de leur écrouissage sur le développement de l'endommagement intergranulaire.

L'existence de la précipitation induite de carbures intragranulaires et l'importance de la teneur en solutés, évoqués lors de l'étude bibliographique, a été confirmée par les observations et les essais que nous avons réalisés. Ces éléments augmentent la résistance à la déformation des aciers inoxydables austénitiques, à l'état écroui comme à l'état hypereffort et ils limitent la restauration de l'écrouissage. Cependant, ils n'apparaissent pas comme directement responsables de la fragilité des zones affectées par le soudage étant donné que la fragilisation par écrouissage a été observée sur l'acier 316L comme sur les autres aciers.

Ce résultat nous semble remarquable dans la mesure où aucun cas de fissuration en relaxation concernant des composants en acier 316L n'a encore été rapporté. Il serait intéressant de mener des essais « Borland » sur ce type d'aciers afin de tester, sur de véritables soudures, la sensibilité de cet acier à la fissuration en relaxation.

L'importance de la ségrégation intergranulaire d'impuretés dans le mécanisme de fissuration en relaxation n'a pu être étudiée au cours de la thèse. Il n'est cependant pas exclu que cette ségrégation participe à la fragilisation par écrouissage.

### **IV.2.2 Comparaison entre les aciers stabilisés et les aciers non stabilisés**

Outre le type de carbure, la différence majeure existant entre les aciers non stabilisés et les aciers stabilisés est la présence dans ces derniers de précipités primaires. Lors du soudage, la partie des zones affectées la plus proche de la zone fondue connaît des températures suffisamment élevées pour que ces précipités soient dissous. L'écrouissage n'est donc pas la seule modification microstructurale intervenant dans les zones affectées, contrairement au cas des aciers non stabilisés. Cette caractéristique des aciers non stabilisés a permis, dans la présente étude, de mettre en évidence le lien existant entre la fragilisation par écrouissage et la fissuration en relaxation des aciers non stabilisés. Maintenant que ce lien est apparent, il nous paraît légitime de supposer qu'il existe également dans le cas des aciers stabilisés.

D'après l'étude bibliographique, la grande quantité de solutés libérée lors du soudage des aciers stabilisés augmente la résistance à la déformation à chaud et limite la restauration de l'écrouissage (par effet de solution solide et/ou par effet de précipitation induite). Cet effet durcissant est d'ailleurs bien plus important que dans les aciers non stabilisés. Cependant, en termes de dureté Vickers, la Figure 14, page 27 indique que l'effet durcissant de l'écrouissage est encore plus important. De plus, la résistance à la déformation de fluage est fortement augmentée par l'écrouissage, alors qu'elle est diminuée par un pré-vieillessement qui mène pourtant à la précipitation induite (Figure 47, page 67). Enfin, l'allongement à rupture en fluage est fortement diminué par l'écrouissage (Figure 48). Le cas des aciers stabilisés n'apparaît donc pas si différent de celui des aciers non stabilisés. Comme le suggérait l'étude de Chabaud-Reytier et al. (2003), l'écrouissage pourrait constituer dans les aciers stabilisés la cause principale de la fragilité des zones affectées à l'origine de la fissuration en relaxation.

En théorie, le mécanisme de fragilisation par écrouissage proposé au paragraphe IV.1.2.2 s'applique tout aussi bien aux aciers stabilisés qu'aux aciers non stabilisés. Le fait que le durcissement par précipitation soit plus intense et que la teneur en solutés puisse être plus élevée dans les aciers stabilisés que dans les aciers non stabilisés ne devrait pas modifier l'effet de l'écrouissage sur l'endommagement intergranulaire. En revanche, ces phénomènes contribuent à limiter la restauration, ce qui augmente sans doute l'écrouissage des zones affectées pour des conditions de soudage données.

Comme on l'a vu précédemment, la fragilité intergranulaire d'un acier dépend de nombreux paramètres (le niveau d'écrouissage, la taille de grain, l'état de ségrégation et de précipitation intergranulaire, etc.). Les trois aciers 316 de l'étude testés dans les mêmes conditions présentent par exemple des sensibilités différentes qui ne nous apparaissent pas caractéristiques du sous-type auquel ils appartiennent (L, L(N) ou H). Il est donc délicat de classer les différents types ou sous-types d'aciers vis-à-vis de leur sensibilité à la fissuration en relaxation. De plus, la sensibilité à la fissuration en relaxation d'un composant soudé ne se réduit pas à celle de l'acier dont il est constitué. En effet, comme l'indique l'étude bibliographique, la sensibilité d'un composant soudé dépend de la géométrie (qui détermine en partie les contraintes résiduelles), de la résistance du métal d'apport (qui modifie le niveau d'écrouissage de la zone affectée), ou encore de l'éventuelle fissuration à chaud (qui peut constituer une amorce de la fissuration en relaxation). Bien que les aciers stabilisés sont souvent présentés dans la littérature comme étant plus sensibles à la fissuration en relaxation que les aciers non stabilisés, il ne nous paraît pas prudent d'énoncer de telles généralités. Les résultats obtenus au cours de la thèse ainsi que l'étude bibliographique nous poussent plutôt à considérer la fragilisation par écrouissage comme un mécanisme commun à l'ensemble des aciers inoxydables austénitiques.

### IV.2.3 Résumé du paragraphe IV.2

#### *Mécanismes de fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques*

- *L'étude des zones affectées par le soudage des aciers inoxydables de type 316 a mis en évidence un fort écrouissage de celles-ci. En accord avec l'étude bibliographique, les essais mécaniques ont montré que l'écrouissage favorise le développement de l'endommagement intergranulaire ce qui réduit la ductilité des trois aciers testés et conduit à la propagation de fissure intergranulaire sur des éprouvettes CT testées en relaxation. La « fragilisation par écrouissage » apparaît donc comme le mécanisme de fragilisation à l'origine de la fissuration en relaxation des zones affectées par le soudage*
- *Le fait que les aciers 316L et 316L(N) à l'état écroui conduisent à la propagation de fissure lors des essais de relaxation sur éprouvettes CT alors qu'ils ne subissent pas (dans les conditions d'essai) la précipitation induite de carbures intragranulaires indique que celle-ci n'est pas à l'origine de la fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques non stabilisés.*
- *De même, une teneur élevée en éléments interstitiels n'est pas essentielle au développement de la fissuration en relaxation puisque les propagations de fissure les plus rapides ont été mesurées sur l'acier 316L à l'état écroui. Contrairement à ce que laissait présager l'étude bibliographique, la teneur en éléments interstitiels, qui modifie sensiblement la résistance à la déformation, apparaît donc jouer, dans les mécanismes de fissuration en relaxation, un rôle secondaire par rapport à celui de l'écrouissage. Ce rôle n'est pas négligeable pour autant : la précipitation induite des carbures intragranulaires dans l'acier 316H et l'azote en solution dans l'acier 316L(N) retardent la restauration de l'écrouissage par rapport à celle de l'acier 316L. Ce retard à la restauration pourrait avoir deux conséquences néfastes. D'une part, il augmenterait l'écrouissage des zones affectées pour des conditions de soudage données et, d'autre part, il élargirait la gamme de température de sensibilité à la fissuration en relaxation*

### IV.3 Conclusions

Depuis que la fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques a été identifiée dans les années soixante, on sait qu'elle est liée au manque de ductilité des zones affectées par le soudage. Cependant les origines de ce manque de ductilité sont encore à l'heure actuelle l'objet de débats. La comparaison des études tirées de la littérature avec la présente étude concernant trois aciers de type 316 nous a menés aux réflexions suivantes :

La différence de teneur en éléments interstitiels (carbone et azote) entre les aciers 316H et 316L(N) d'une part et l'acier 316L d'autre part entraîne une modification notable du comportement mécanique par effet de solution solide et/ou par effet de précipitation induite. Cependant, en termes de ductilité, la différence entre les trois aciers est beaucoup moins claire. L'étude bibliographique, les essais, les observations et la discussion ont surtout mis en évidence les points communs existant entre les trois aciers testés (ainsi qu'entre les aciers stabilisés et les aciers non stabilisés) concernant le développement de l'écrouissage dans les zones affectées par le soudage et l'effet de cet écrouissage sur l'endommagement intergranulaire.

L'endommagement intergranulaire observé au voisinage des soudures est de même nature que l'endommagement intergranulaire observé lors d'essais menés à vitesse de déformation suffisamment lente sur les aciers inoxydables austénitiques à l'état hyperefflué ou à l'état écroui. Cet endommagement qui prend la forme de micro-fissures intergranulaires progresse par germination et croissance de cavités. Il est contrôlé à la fois par la déformation viscoplastique des grains et par la diffusion intergranulaire de lacunes sous l'action des contraintes locales. Les trois paramètres suivants nous paraissent par conséquent essentiels dans la détermination des cinétiques de développement de l'endommagement intergranulaire des aciers inoxydables austénitiques :

- **L'écrouissage** préalable à température ambiante ou à température moyenne qui introduit des contraintes résiduelles locales à l'échelle des grains du fait de l'hétérogénéité de la déformation plastique à cette échelle
- **La taille de grains** qui modifie la résistance des aciers inoxydables à la propagation des micro-fissures intergranulaires
- **Le taux de triaxialité des contraintes** qui, à vitesse de déformation donnée, favorise le développement de l'endommagement intergranulaire car la diffusion intergranulaire est activée par la contrainte normale au joint de grains

Ces trois paramètres affectant l'endommagement intergranulaire de façon générale, ils doivent influencer le développement de la fissuration en relaxation au voisinage des soudures en particulier. D'après nous, le fait que de nombreuses soudures en acier inoxydable austénitique puissent fonctionner autour de 600°C sans pour autant s'endommager s'explique d'ailleurs par la grande disparité des paramètres précédents d'une zone affectée à l'autre. L'écrouissage dépend du nombre de passes de soudage, la taille de grains dépend du matériau de base, mais aussi des paramètres de soudage qui influencent le grossissement de grain au voisinage immédiat de la zone fondue et le taux de triaxialité des contraintes dépend entre autres de la géométrie et des caractéristiques relatives du métal d'apport et du métal de base. Par conséquent, le risque de fissuration en relaxation ne doit pas être associé uniquement au type d'acier considéré mais à l'ensemble des paramètres évoqué ci-dessus.

L'étude quantitative de l'endommagement intergranulaire de l'acier 316L(N) présentée dans la partie suivante participe justement à la mise en place d'outils de simulation numérique permettant d'estimer les risques de fissuration en relaxation en fonction de l'ensemble de ces paramètres.

## V Modélisation

La modélisation doit permettre l'estimation des risques de fissuration en relaxation dès l'étape de la conception des composants soudés. Pour ce faire, des modèles existants permettent déjà, par simulation numérique du procédé de soudage, d'évaluer les champs de déformations et de contraintes résiduelles (voir par exemple Baup 2001). Notre objectif est de construire un modèle d'endommagement intergranulaire local qui utiliserait ces champs comme données d'entrée et qui déterminerait si l'endommagement intergranulaire est susceptible de se développer dans le composant lors d'un réchauffage, et si oui, à quel endroit. Il ne s'agit donc pas de réaliser un modèle de comportement et d'endommagement couplé qui permettrait de rendre compte fidèlement de la progression des fissures dans les composants, mais simplement d'un modèle d'endommagement applicable en post-traitement qui servirait d'indicateur du risque de fissuration en relaxation. Par ailleurs, étant donnée la taille des composants soudés, ces calculs supposent le matériau homogène, les désorientations cristallines entre grains ne sont donc pas prises en compte explicitement dans la modélisation.

La modélisation n'a porté que sur l'acier 316L(N). En effet, en termes de mécanisme de comportement et d'endommagement, aucune différence fondamentale n'a pu être mise en évidence entre les trois matériaux de l'étude. Par ailleurs, la modélisation concerne uniquement la température de 600°C, température à laquelle on a réalisé la grande majorité des essais mécaniques.

L'étude expérimentale a mis en évidence la fragilisation induite par l'écroissage des zones affectées par le soudage et son importance dans les mécanismes de fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques non stabilisés. Par ailleurs, de nombreuses études tirées de la littérature indiquent que le taux de triaxialité des contraintes influence fortement le développement de l'endommagement intergranulaire. Modéliser la fissuration en relaxation impose donc l'estimation quantitative de l'effet de l'écroissage et du taux de triaxialité des contraintes sur les cinétiques d'endommagement intergranulaire.

Afin d'identifier le modèle d'endommagement on a choisi de suivre la démarche de l'approche locale de la rupture. Cette démarche déjà utilisée plusieurs fois dans des études à l'Ecole des Mines et au CEA (voir par exemple Yoshida et al. 1990 et Poquillon et al. 1997) consiste à corréliser l'hétérogénéité des champs mécaniques avec l'hétérogénéité des mesures d'endommagement lors d'essais mécaniques réalisés sur des éprouvettes lisses, entaillées ou pré-fissurées. L'originalité de notre approche réside d'une part dans la formulation du modèle et, d'autre part, dans la prise en compte de l'effet d'écroissage sur l'endommagement.

L'identification et l'application de modèles d'endommagement locaux nécessite la connaissance préalable du comportement des matériaux. Le premier paragraphe de la présente partie concerne donc l'identification des paramètres d'un modèle de comportement de l'acier 316L(N). Des essais mécaniques ont été réalisés sur l'acier 316L(N) à l'état écroui par laminage ainsi qu'à l'état hyperecreu. Au lieu de considérer ces deux états comme un seul matériau et d'identifier un modèle de comportement qui puisse rendre compte de l'effet du laminage sur le fluage, l'identification de deux lois de comportement distinctes a été choisie pour des raisons de simplicité. Le modèle de comportement choisi est tout de même identique pour les deux états, seules les valeurs des coefficients diffèrent.

En ce qui concerne le modèle d'endommagement, présenté dans le deuxième paragraphe, l'effet d'écroissage apparaît explicitement. On ne disposera donc que d'une loi d'endommagement pour les deux états, cette loi dépendant bien sûr de la déformation plastique initiale, autrement dit du niveau d'écroissage.

Le troisième paragraphe sera consacré aux applications du modèle d'endommagement.

## V.1 Modélisation du comportement

Le comportement de l'acier 316L(N) a été l'objet de très nombreuses études expérimentales (voir par exemple la revue de Delobelle 1993). Par ailleurs, de nombreux modèles de comportement différents ont déjà été utilisés pour rendre compte des essais réalisés (Lemaitre et Chaboche 1996). Nous avons choisi le modèle à deux déformations inélastiques (Contesti et Cailletaud 1989) car il permet facilement de rendre compte de la différence de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation en fonction des domaines de vitesse de déformation. Ce point paraissait important dans le cadre de l'étude étant donné que les essais de relaxation comportent une phase de mise en charge à vitesse de déformation relativement rapide suivie d'une phase de relaxation pendant laquelle la vitesse de déformation diminue très rapidement.

### V.1.1 Présentation du modèle à deux déformations inélastiques

Le modèle à deux déformations inélastiques, dit modèle DDI, repose sur une partition additive de la déformation inélastique en une partie plastique (associée à des réponses instantanées) et une partie viscoplastique (associée à des réponses dépendantes du temps) comme on le voit dans l'équation suivante :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_{\text{total}} = \underline{\underline{\varepsilon}}_{\text{élastique}} + \underline{\underline{\varepsilon}}_{\text{inélastique}} = \underline{\underline{\varepsilon}}_{\text{élastique}} + \underline{\underline{\varepsilon}}_{\text{plastique}} + \underline{\underline{\varepsilon}}_{\text{visco-plastique}}$$

que l'on écrira de façon simplifiée : 
$$\underline{\underline{\varepsilon}}_t = \underline{\underline{\varepsilon}}_{el} + \underline{\underline{\varepsilon}}_{in} = \underline{\underline{\varepsilon}}_{el} + \underline{\underline{\varepsilon}}_p + \underline{\underline{\varepsilon}}_{vp}$$

Ce modèle permet d'introduire des seuils de plasticité ainsi que des contraintes internes cinématiques ou isotropes sur chacune des deux déformations inélastiques. Un couplage entre les contraintes internes cinématiques plastique ( $\underline{\underline{X}}_p$ ) et viscoplastique ( $\underline{\underline{X}}_{vp}$ ) peut également être mis en place (par l'intermédiaire du coefficient  $C_{vp}$ ).

#### V.1.1.1 Hypothèses simplificatrices

Le modèle DDI a été développé pour rendre compte le plus fidèlement possible du comportement d'un acier 316L(N) à 600°C dans la gamme de sollicitation la plus vaste possible (interaction fatigue-fluage, effet de vitesse inverse, effet de rochet, etc.). L'utilisation de ce modèle dans le cadre de la thèse est en revanche relativement restreinte. Il s'agit uniquement de reproduire le comportement en traction, en fluage monotone et en relaxation afin d'identifier et de valider le modèle d'endommagement intergranulaire décrit au paragraphe V.2 sur des essais de traction lente, de fluage et de relaxation. Par conséquent, certaines simplifications ont pu être réalisées :

- Aucun seuil de déformation n'a été utilisé pour la partie viscoplastique ( $R_{v0}=0$ )
- Comme les chargements utilisés sont monotones, il n'y a pas lieu de différencier l'érouissage cinématique de l'érouissage isotrope. Dans la pratique, les calculs ont été réalisés avec un érouissage viscoplastique de type purement cinématique ( $R_v = 0$ ) et un érouissage plastique de type purement isotrope ( $\underline{\underline{X}}_p = \underline{\underline{O}}$ )
- Etant données les essais dont nous disposons pour identifier les paramètres du modèle, il n'est pas apparu indispensable d'utiliser le couplage entre les variables plastiques et viscoplastiques ( $C_{vp}=0$ )

### V.1.1.2 Présentation du modèle simplifié

Les équations du modèle DDI tenant compte des simplifications sont présentées ci-dessous.

#### a) Déformation plastique

Comme  $\underline{\underline{X}}_p = \underline{\underline{0}}$ , le critère de plasticité s'écrit simplement :

$$f_p = J(\underline{\underline{\sigma}}) - R_p$$

$$\text{avec } J(\underline{\underline{\sigma}}) = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{\underline{\sigma}}^d : \underline{\underline{\sigma}}^d} \quad \text{et} \quad \underline{\underline{\sigma}}^d = \underline{\underline{\sigma}} - \frac{1}{3} \text{trace}(\underline{\underline{\sigma}}) \underline{\underline{1}}$$

La loi d'érouissage isotrope plastique est définie de la façon suivante :

$$R_p = R_{p0} + Q(1 - \exp(-bp))$$

avec  $p$  la déformation plastique cumulée.

Dans le domaine élastique :  $f_p < 0$ ,  $\dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}_p = 0$ .

$$\text{Dans le domaine plastique : } f_p = 0 \text{ et } \dot{f}_p = 0 \text{ soit } \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}_p = \frac{\langle \underline{\underline{n}}_p : \underline{\underline{\dot{\sigma}}} \rangle}{H} \underline{\underline{n}}_p$$

avec  $\underline{\underline{n}}_p = \frac{d f_p}{d \underline{\underline{\sigma}}}$  la direction de l'écoulement plastique (normale à la surface de charge)

et  $H = b(R_{p0} + Q - R_p)$  le module d'érouissage plastique.

L'incrément de déformation plastique est donc proportionnel à l'incrément de la contrainte équivalente de Von Misès, ce qui s'écrit dans le cas uniaxial :  $d\varepsilon_p = d\sigma_{eq} / H(\varepsilon_p)$

La plasticité est donc définie dans le modèle DDI simplifié par trois paramètres :  $R_{p0}$ ,  $Q$  et  $b$

#### b) Déformation viscoplastique

L'érouissage viscoplastique est modélisé sous la forme purement cinématique, le critère s'écrit donc :

$$f_v = J(\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}}_{VP})$$

L'évolution de  $\underline{\underline{X}}_{VP}$  avec la déformation viscoplastique cumulée ( $v$ ) est définie par l'équation différentielle suivante :

$$\underline{\underline{\dot{X}}}_{VP} = \frac{2}{3} c \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}_{VP} - d \underline{\underline{X}}_{VP} \dot{v}$$

Dans le cas uniaxial, cette équation s'intègre facilement et donne :

$$\underline{\underline{X}}_{VP} = \frac{c}{d} (1 - \exp(-d\varepsilon_{VP}))$$

La direction de l'écoulement est portée par la normale à la surface de charge :  $\underline{n}_v = \frac{d \underline{f}_v}{d \underline{\sigma}}$

et la vitesse d'écoulement suit une loi de Norton :  $\dot{v} = \left\langle \frac{f_v}{K} \right\rangle^n$

La vitesse de déformation viscoplastique s'écrit donc, dans le cas uniaxial :

$$\dot{\varepsilon}_{VP} = \left( \frac{\sigma - \frac{c}{d} (1 - \exp(-d\varepsilon_{VP}))}{K} \right)^n$$

Dans le cadre du modèle DDI simplifié, quatre paramètres définissent donc la viscoplasticité : K, n, c et d.

### V.1.2 Identification et validation des paramètres du modèle

En plus des trois paramètres de plasticité ( $R_{p0}$ , Q et b) et des quatre paramètres de viscoplasticité (K, n, c et d), le modèle DDI simplifié nécessite deux paramètres définissant le comportement élastique. Leurs valeurs ont été imposées :  $E = 150$  GPa et  $\nu = 0.3$ ). Il s'agit maintenant d'identifier sept paramètres pour chacun des deux états de l'acier 316L(N) étudié : l'état hypertrempé et l'état écroui par laminage.

#### V.1.2.1 Démarche suivie

La démarche d'identification et de validation des coefficients du modèle DDI comporte cinq étapes :

- Pré-identification manuelle des coefficients
- Identification par couplage SiDoLo-CASTEM des coefficients plastiques à partir des essais de traction sur éprouvette lisse
- Identification par couplage SiDoLo -CASTEM des coefficients viscoplastiques à partir des essais de fluage sur éprouvette lisse
- Contrôle à partir de l'ensemble des essais de traction et de fluage
- Validation à partir des essais de fluage sur éprouvettes entaillées

Les essais de traction ont montré que dans la gamme de vitesse de déformation comprise entre  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , l'effet de la vitesse sur le comportement est très faible. La déformation viscoplastique est alors négligeable. La pré-identification des coefficients plastiques peut donc s'effectuer simplement à partir de ces essais en utilisant la formule suivante :

$$\frac{F}{S_0} = R_{p0} + Q(1 - \exp(-b\varepsilon_p))$$

$R_{p0}$  correspond donc à la limite d'élasticité, Q à la capacité d'écrouissage et le produit Q.b à la pente à l'origine de la courbe  $F/S_0 = f(\varepsilon_p)$ .

La pré-identification des coefficients viscoplastiques s'effectue à partir des essais de fluage. En effet, en supposant que la déformation viscoplastique est négligeable lors de la mise en

charge, l'écrouissage viscoplastique est nul en début de fluage. La vitesse de déformation initiale s'exprime donc de la façon suivante :

$$\dot{\varepsilon}_0 = \left( \frac{\sigma}{K} \right)^n$$

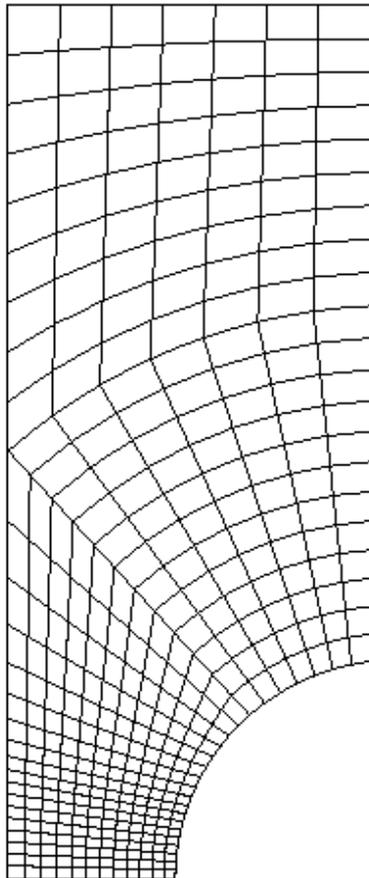
Lors du fluage stationnaire, la vitesse de déformation viscoplastique n'évolue plus avec la déformation, autrement dit la contrainte interne a atteint sa valeur de saturation et la vitesse de fluage s'exprime alors en fonction de la contrainte :

$$\dot{\varepsilon}_s = \left( \frac{\sigma - c/d}{K} \right)^n$$

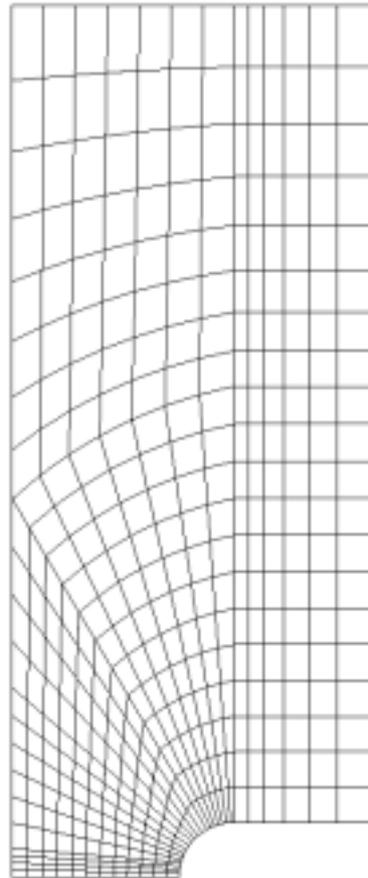
L'évolution de ces deux vitesses en fonction de la contrainte nominale (augmentée proportionnellement à la réduction de section liée à la déformation de mise en charge et à la déformation de stade primaire) permet donc de pré-identifier les coefficients  $K$ ,  $n$  et le rapport  $c/d$ . Le coefficient  $d$  est de l'ordre de l'inverse de la déformation de fin de stade primaire en fluage, il peut donc facilement être estimé à partir des essais de fluage.

L'identification fine des coefficients des lois de comportement est effectuée par couplage du code de calcul par éléments finis CASTEM 2000 (développé au CEA) et du logiciel d'optimisation numérique SiDoLo (développé par Ph. Pilvin). Les calculs par éléments finis sont effectués sur un simple élément quadrangle à huit nœuds et neuf points de Gauss (QUA8) en mode axisymétrique avec l'option grands déplacements (ie. actualisation de la géométrie). Le logiciel SiDoLo calcule l'erreur associée à une série d'essais pour un jeu de coefficients donné, puis minimise cette erreur par la méthode des moindres carrés, en faisant varier les coefficients un à un.

Les calculs par éléments finis correspondant aux essais de fluage sur éprouvettes axisymétriques entaillées ont été réalisés sur les maillages 2D de quarts d'éprouvettes présentés sur la Figure 190. Comme précédemment, les éléments sont des quadrangles à huit nœuds et les calculs sont effectués en mode axisymétrique avec l'option grands déplacements. Les conditions de symétrie imposent que le déplacement radial des nœuds de l'axe soit nul, de même que le déplacement axial des nœuds de la section minimale. Le chargement est appliqué uniformément sur la partie supérieure du maillage qui correspond à la position de la collerette de fixation des extensomètres.



a) FLE 4-6



b) FLE 1-6

Figure 190 : Maillages 2D du quart des éprouvettes axisymétriques entaillées utilisés pour les calculs par éléments finis réalisés avec le code CASTEM2000, diamètre minimal : 6 mm, rayon d'entaille 1 et 4 mm pour les éprouvettes FLE1-6 et FLE 4-6, respectivement, taille de maille initiale dans la section minimale : 0.2 mm

### V.1.2.2 Acier 316L(N) à l'état hypere trempé

#### a) Identification

Le Tableau 25 présente les coefficients identifiés à partir des essais de traction et de fluage sur éprouvettes lisses en acier 316L(N) à l'état hypere trempé. Comme on peut le voir sur la Figure 191, les essais de traction sur éprouvettes lisses sont correctement reproduits par la simulation au moins jusqu'à 25% de déformation. Le calcul sous-estime la contrainte pour les déformations inférieures à 4% et la surestime pour les déformations supérieures. Conformément à l'expérience, le calcul ne montre pas d'effet de vitesse entre  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . La Figure 192 montre que les courbes de mise en charge des essais de fluage sur éprouvettes lisses sont également correctement reproduites par le modèle. La déformation de fin de mise en charge est légèrement sous-estimée.

Coefficients	316L(N) hypere trempé
Q en MPa	253
b	0.123
R <sub>p0</sub> en MPa	107
K en MPa.s <sup>1/n</sup>	972
c en MPa	88.4
d	1.16
n	8.15

Tableau 25 : Résultat de l'identification des coefficients du modèle DDI simplifié concernant l'acier 316L(N) à l'état hypere trempé, (b et d n'ont pas d'unité mais correspondent à des déformations en %)

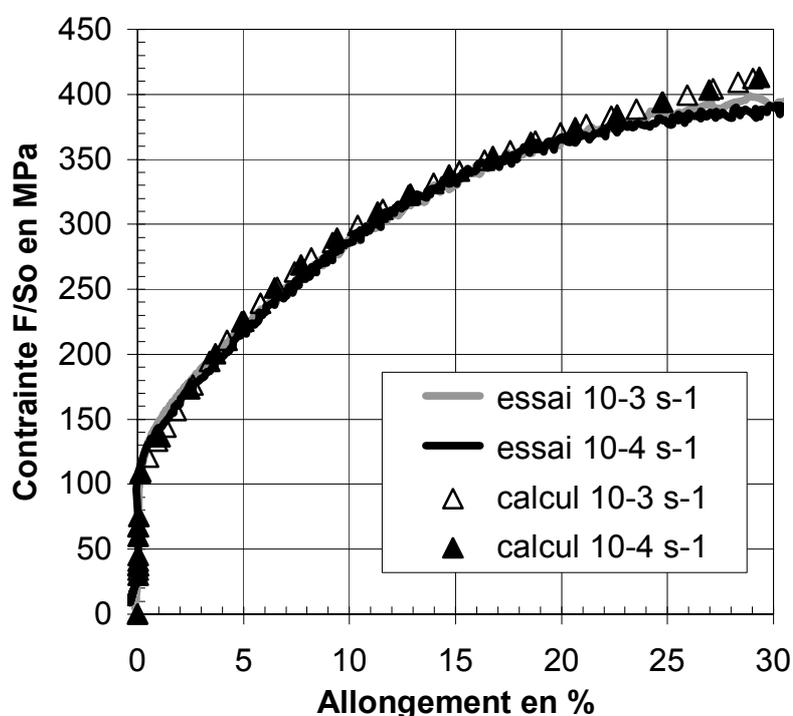


Figure 191 : Comparaison entre les résultats expérimentaux et les simulations correspondant aux essais de traction réalisés à  $600^{\circ}\text{C}$  à la vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  sur les éprouvettes lisses en acier 316L(N) à l'état hypere trempé

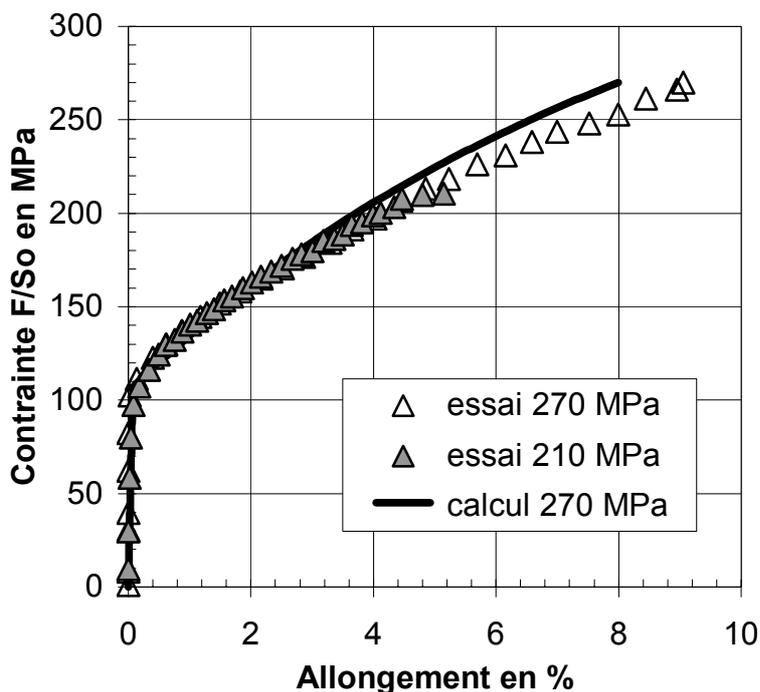


Figure 192 : Comparaison entre les courbes expérimentales et les résultats des calculs par éléments finis correspondant à la mise en charge des essais de fluage à 600°C sur éprouvettes lisses en acier 316L(N) à l'état hypere trempé

Les courbes de fluage obtenues par calcul sont comparées aux courbes expérimentales sur la Figure 193. Excepté pour l'essai réalisé à 270 MPa, on constate sur cette figure que l'accord entre essais et calculs est correct étant donnée la dispersion expérimentale. La vitesse de fluage sous 270 MPa, en revanche, est largement sous-estimée. Cet essai très court se situe dans la transition de mécanisme de déformation (décrite au paragraphe III.1.2.3) pendant laquelle la sensibilité de la vitesse de déformation à la contrainte évolue fortement. Le modèle DDI simplifié ne rend pas bien compte de cette transition car il fait intervenir un coefficient  $n$  constant. Une loi en sinus hyperbolique plutôt qu'une loi de Norton permettrait certainement de mieux décrire cette transition. La Figure 194 qui présente le logarithme de la vitesse de déformation stationnaire en fonction du logarithme de la contrainte effective illustre ce propos. On a appelé contrainte effective la différence entre la contrainte nominale (augmentée proportionnellement à la réduction de section liée à la mise en charge et au stade primaire) et le rapport  $c/d$ . Lors de l'optimisation des coefficients viscoplastiques du modèle, on a délibérément donné une importance plus importante aux essais de fluage correspondant aux vitesses les plus faibles. En effet, cette gamme de vitesse coïncide avec celle des essais de fluage sur éprouvettes entaillées qui seront utilisés pour l'identification du modèle d'endommagement.

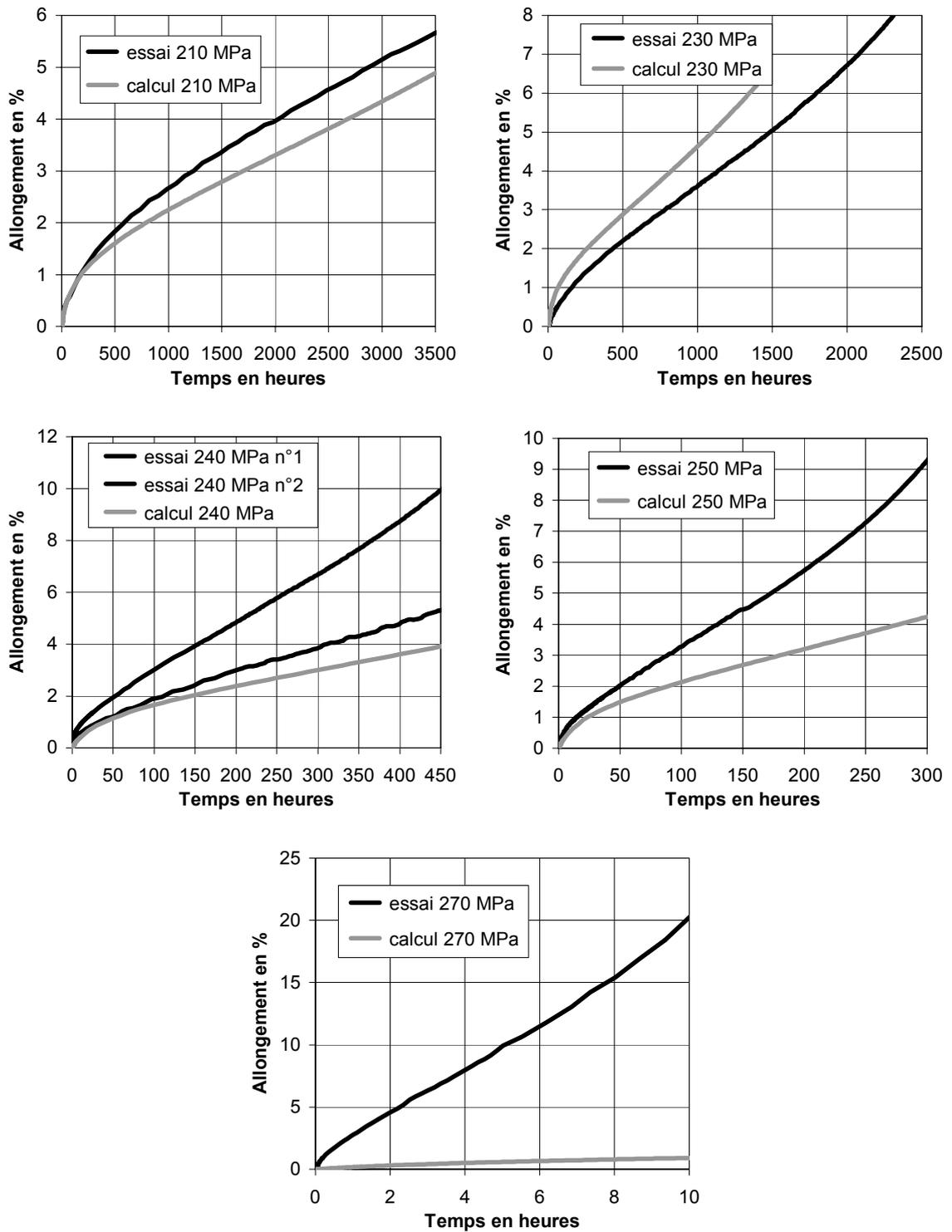


Figure 193 : Comparaison entre les courbes de fluage à 600°C mesurées et simulées sur éprouvettes lisses en acier 316L(N) à l'état hypertempé, la contrainte indiquée est la contrainte nominale

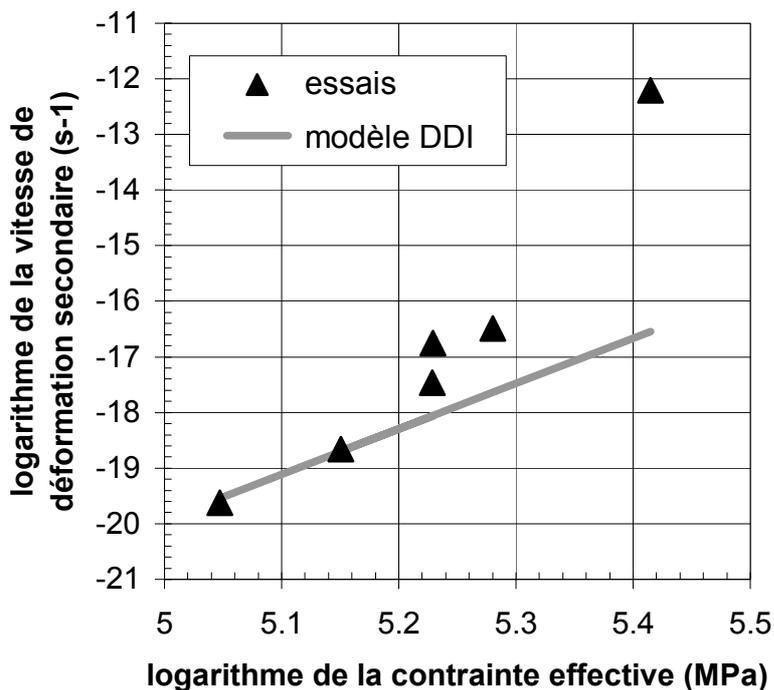


Figure 194 : Comparaison de la dépendance de la vitesse de déformation stationnaire à la contrainte effective observée expérimentalement et simulée par le modèle DDI simplifié, essais de fluage à 600°C, acier 316L(N) à l'état hyperefforté

#### b) Validation

Une fois les coefficients du modèle DDI identifiés à partir des essais de traction et de fluage sur éprouvettes lisses, il s'agit maintenant de comparer les prédictions de ce modèle avec les résultats expérimentaux obtenus en fluage sur éprouvettes axisymétriques entaillées ainsi qu'en relaxation sur éprouvettes lisses.

Les courbes de mise en charge mesurées lors des essais de fluage sur éprouvettes axisymétriques entaillées sont présentées sur la Figure 195 avec les courbes calculées. L'accord est satisfaisant, bien que l'on note que la déformation de fin de mise en charge est légèrement sous-estimée dans le cas des éprouvettes FLE 1-6. Les courbes de fluage correspondant aux essais réalisés sur éprouvettes FLE1-6 sont présentées sur la Figure 196 et celles correspondant aux essais réalisés sur éprouvettes FLE 4-6 sur la Figure 197. La vitesse de déformation est sous-estimée dans tous les cas mais reste dans la limite de la dispersion expérimentale (cf. § III.2.3.1). On remarque que les simulations comportent un stade de fluage tertiaire, alors que l'endommagement n'est pas intégré au calcul, il s'agit d'un stade tertiaire dit « de structure » liée au fait que l'essai est mené à charge constante et non à contrainte constante. Naturellement, la non linéarité qui se développe lors du stade tertiaire simulée est moins franche que celle mesurée expérimentalement, puisque cette dernière est liée non seulement à l'effet de structure mais aussi à celui de l'endommagement.

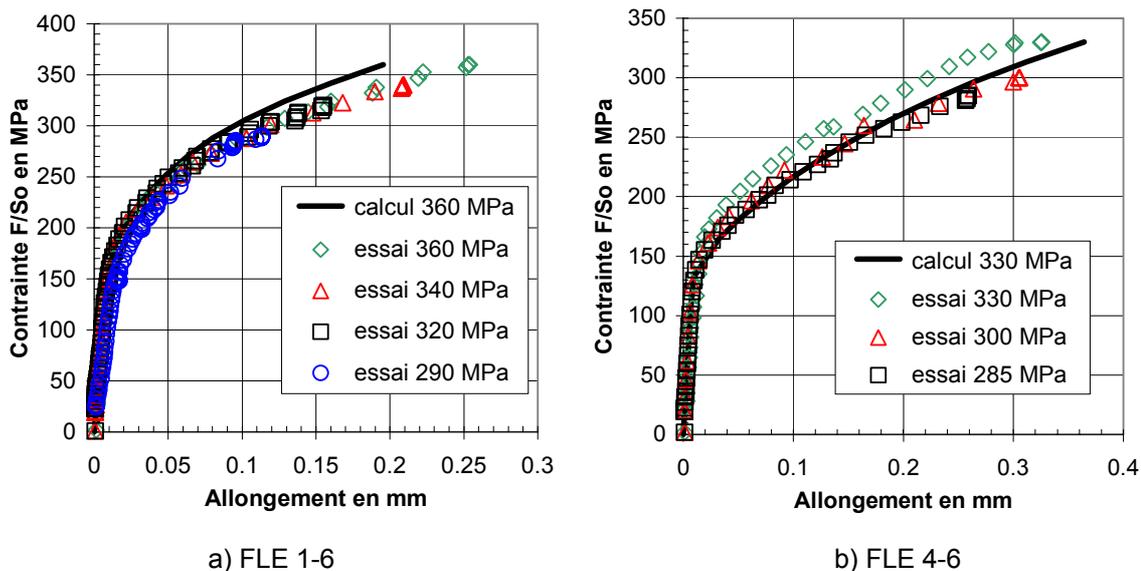


Figure 195 : Comparaison entre les courbes expérimentales et les résultats des calculs par éléments finis correspondant à la mise en charge des essais de fluage à 600°C sur éprouvettes axisymétriques en acier 316L(N) à l'état hyperevrompé, la contrainte indiquée est la contrainte nominale

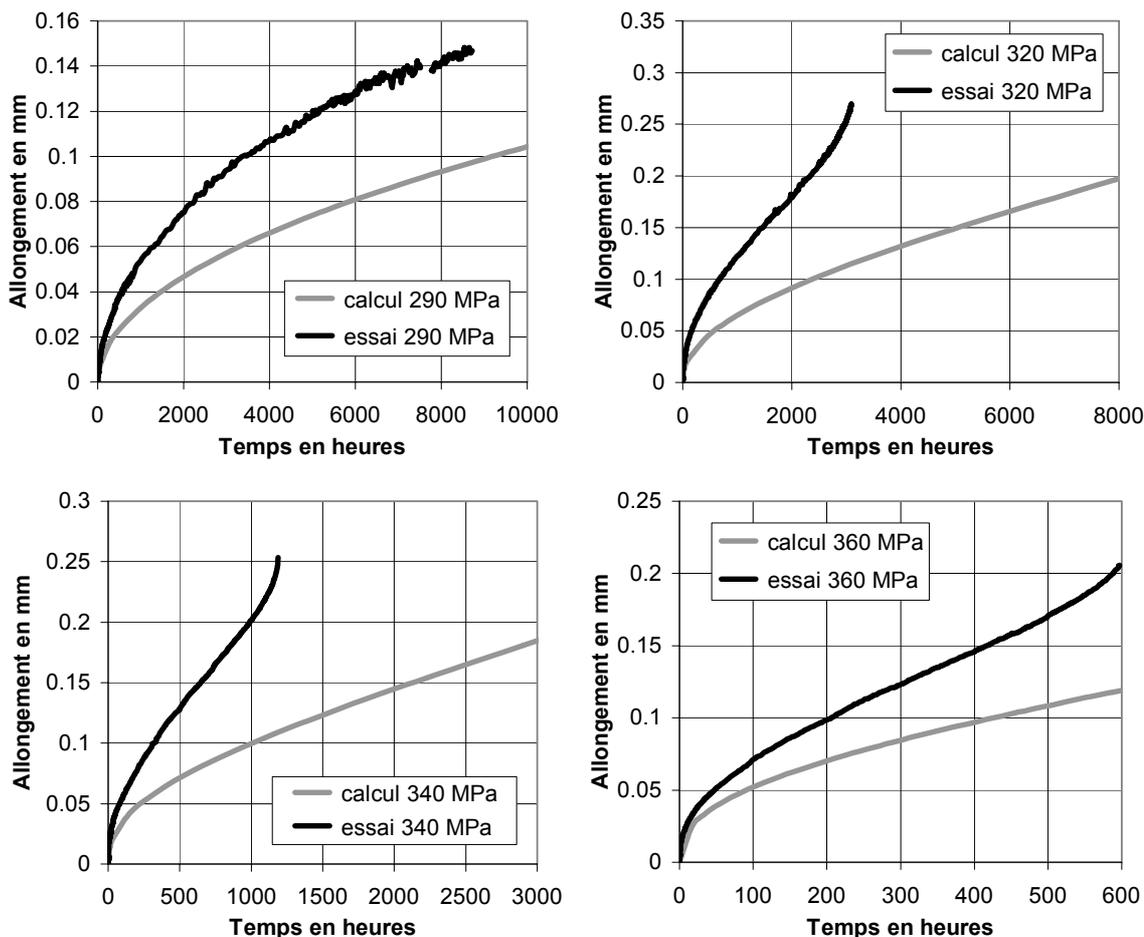


Figure 196 : Comparaison entre les courbes de fluage à 600°C sur éprouvettes entaillées FLE1-6 en acier 316L(N) à l'état hyperevrompé, la contrainte indiquée est la contrainte nominale

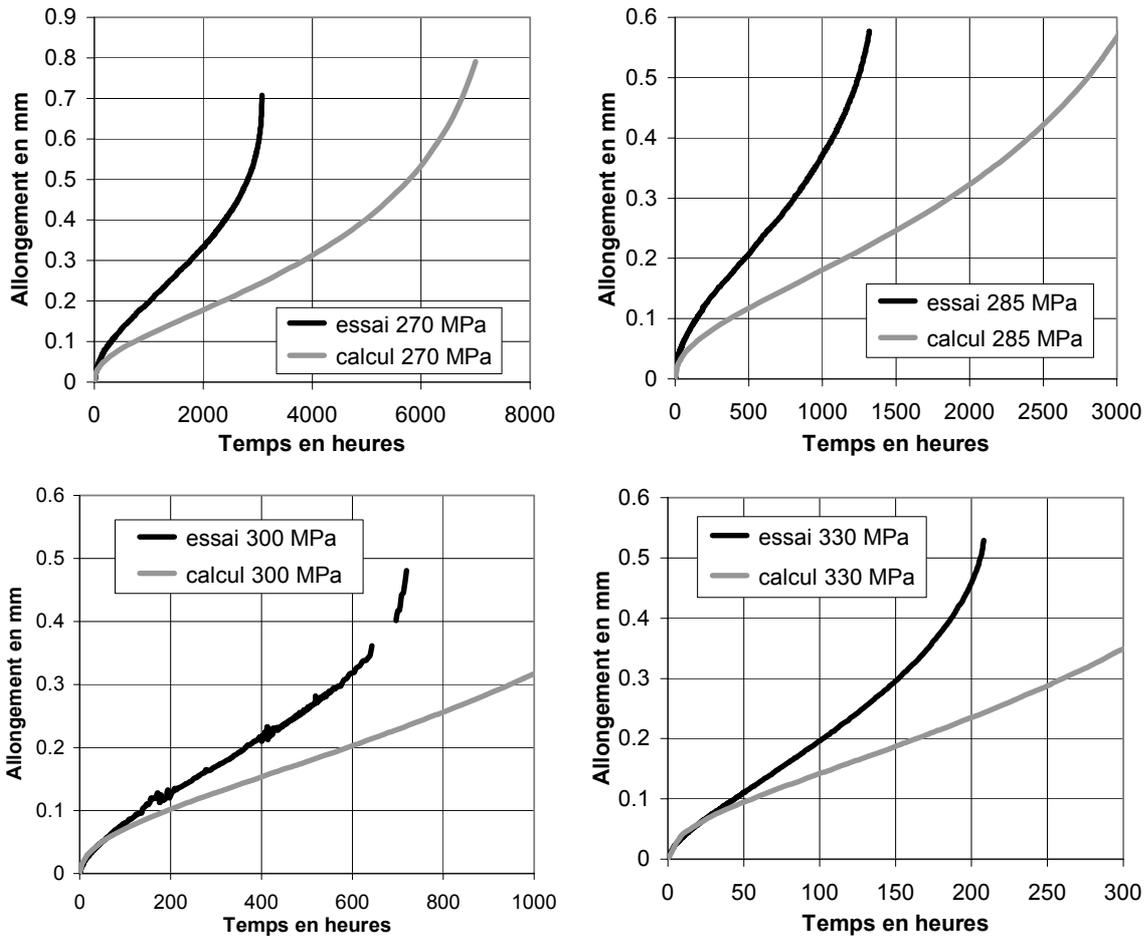


Figure 197 : Comparaison entre les courbes de fluage à 600°C sur éprouvettes entaillées FLE4-6 en acier 316L(N) à l'état hypertrempé, la contrainte indiquée est la contrainte nominale

Les essais de relaxation réalisés sur éprouvettes lisses ont également été simulés par éléments finis à l'aide du modèle DDI. La Figure 198 montre que la courbe de mise en charge simulée ne reproduit qu'assez grossièrement l'allure des courbes mesurées. Un meilleur accord aurait sans doute été obtenu si on avait choisi d'ajouter à l'écrouissage plastique un deuxième terme de la forme  $Q(1-\exp(-bp))$  par exemple. Par ailleurs la simulation ne dépend pas de la vitesse choisie (entre  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$ ) alors qu'un faible effet de vitesse est observé expérimentalement. En ce qui concerne les courbes de relaxation obtenues pour 0.6% de déformation plastique, la simulation sous-estime le taux de relaxation (Figure 199). Rappelons que la contrainte atteinte lors de ces essais est nettement inférieure à la gamme de contrainte sur laquelle la loi de comportement a été identifiée. La Figure 200 montre que dans le cas de l'essai de relaxation à 6% de déformation imposée, le taux de relaxation est cette fois surestimé par le calcul. Ces résultats illustrent les difficultés communément rencontrées lors de l'application à des essais de relaxation de lois de comportement identifiées à partir d'essais de fluage.

En résumé, les coefficients identifiés à partir des essais de traction et de fluage sur éprouvettes lisses en acier 316L(N) à l'état hypertrempé prédisent correctement le comportement en fluage des éprouvettes axisymétriques entaillées mais prédisent relativement mal le comportement en relaxation sur éprouvettes lisses.

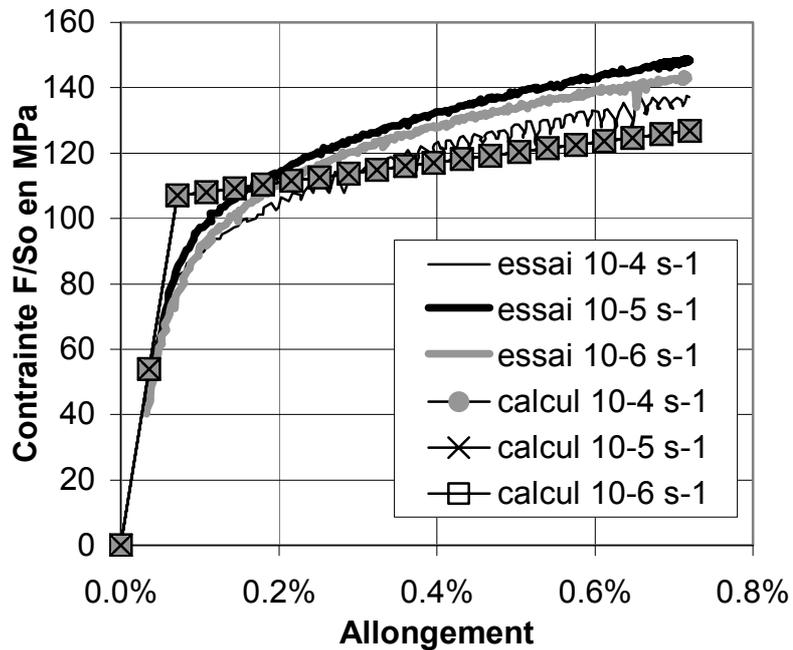


Figure 198 : Courbes de mises en charge des essais de relaxation sur éprouvettes lisses en acier 316L(N) à l'état hypotrempe, comparaison entre mesures et simulations, vitesses de déformation imposées :  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ,  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$

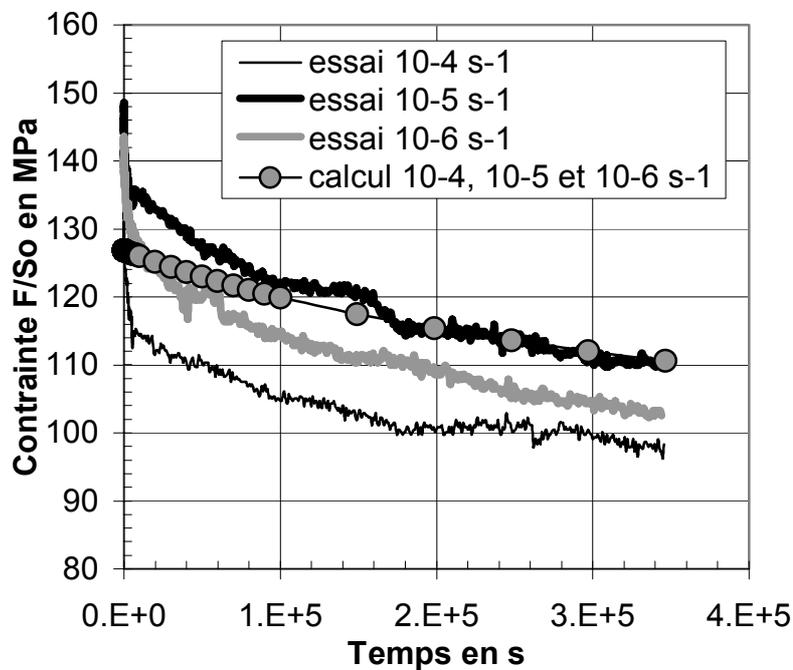


Figure 199 : Courbes de relaxation sur éprouvettes lisses en acier 316L(N) à l'état hypotrempe, déformation plastique imposée : 0.6%, vitesses de déformation :  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ,  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$ , comparaison entre mesures et simulations

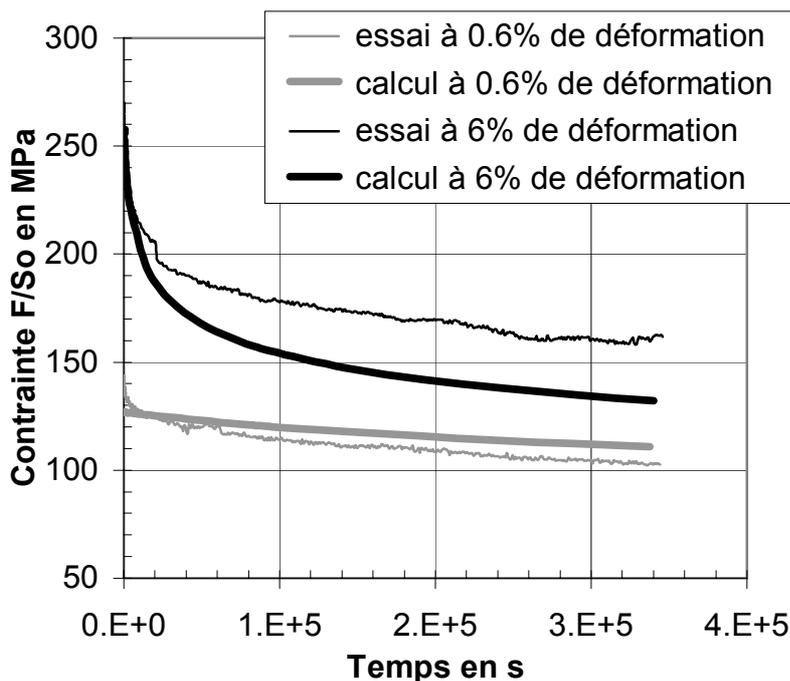


Figure 200 : Courbes de relaxation sur éprouvettes lisses en acier 316L(N) à l'état hypertrempé, déformation **plastique** imposée à la mise en charge : 0.6% et 6%, vitesse de déformation :  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , comparaison entre mesures et simulations

### V.1.2.3 Acier 316L(N) à l'état écroui

Les coefficients obtenus par identification sur les essais de traction et de fluage sur éprouvettes lisses en acier 316L(N) à l'état écroui par laminage sont présentés dans le Tableau 26 à la colonne « quart épaisseur ». Ces éprouvettes ont en effet été prélevées au quart épaisseur. Ce tableau comporte également une colonne « mi épaisseur » car les mesures de dureté et les essais de traction ont révélé une hétérogénéité du niveau d'écrouissage dans l'épaisseur des coupons. Les coefficients présentés dans cette colonne ont été obtenus par identification sur des essais réalisés sur des éprouvettes prélevées à mi épaisseur (un essai de traction sur éprouvette lisse et deux essais de fluage sur éprouvettes axisymétriques entaillées).

La Figure 201 montre que les deux séries de coefficients ainsi identifiées rendent bien compte de l'effet du lieu de prélèvement sur le comportement en traction à 600°C de l'acier 316L(N) à l'état écroui. Les éprouvettes lisses utilisées lors des essais de fluage ont toutes été prélevées au quart épaisseur des coupons. Les calculs correspondants présentent un accord satisfaisant avec les mesures sur l'ensemble de la gamme de contrainte explorée (Figure 202). Contrairement au cas de l'acier 316L(N) à l'état hypertrempé, la sensibilité de la vitesse de déformation à la contrainte ne présente pas de transition dans cette gamme (Figure 203).

Coefficients	316L(N) écroui (quart épaisseur)	316L(N) écroui (mi épaisseur)
Q en MPa	61	131
b	3.12	3.90
R <sub>P0</sub> en MPa	384	287
K en MPa.s <sup>1/n</sup>	779	821
c en MPa	1566	824
d	11.4	8.47
n	10.0	9.63

Tableau 26 : Résultat de l'identification des coefficients du modèle DDI simplifié concernant l'acier 316L(N) à l'état écroui, (b et d n'ont pas d'unité mais correspondent à des déformations en %)

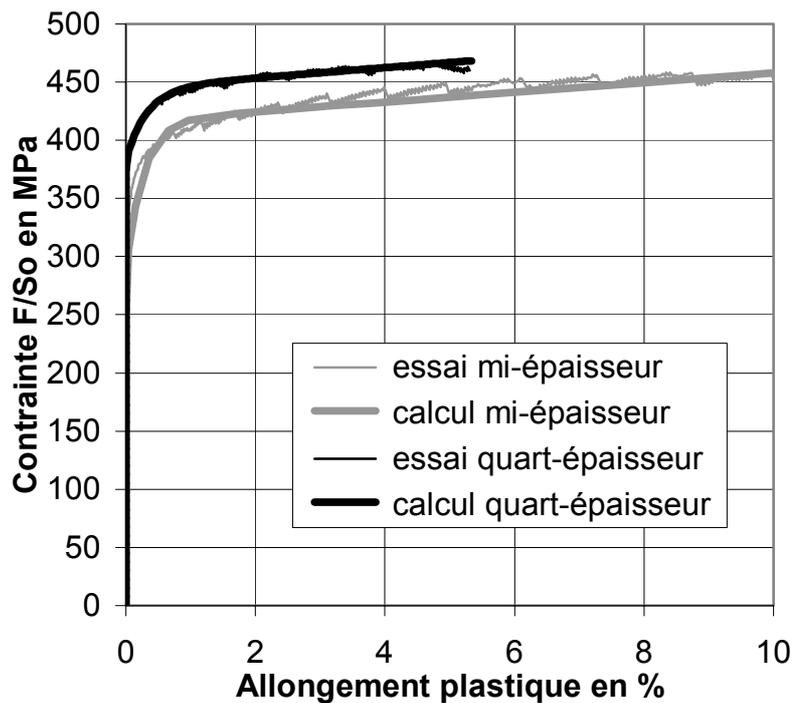


Figure 201 : Courbes de traction sur éprouvettes lisses en acier 316L(N) à l'état écroui, vitesse de déformation :  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , comparaison entre mesures et simulations, prélèvement des éprouvettes au quart épaisseur et à mi épaisseur des coupons

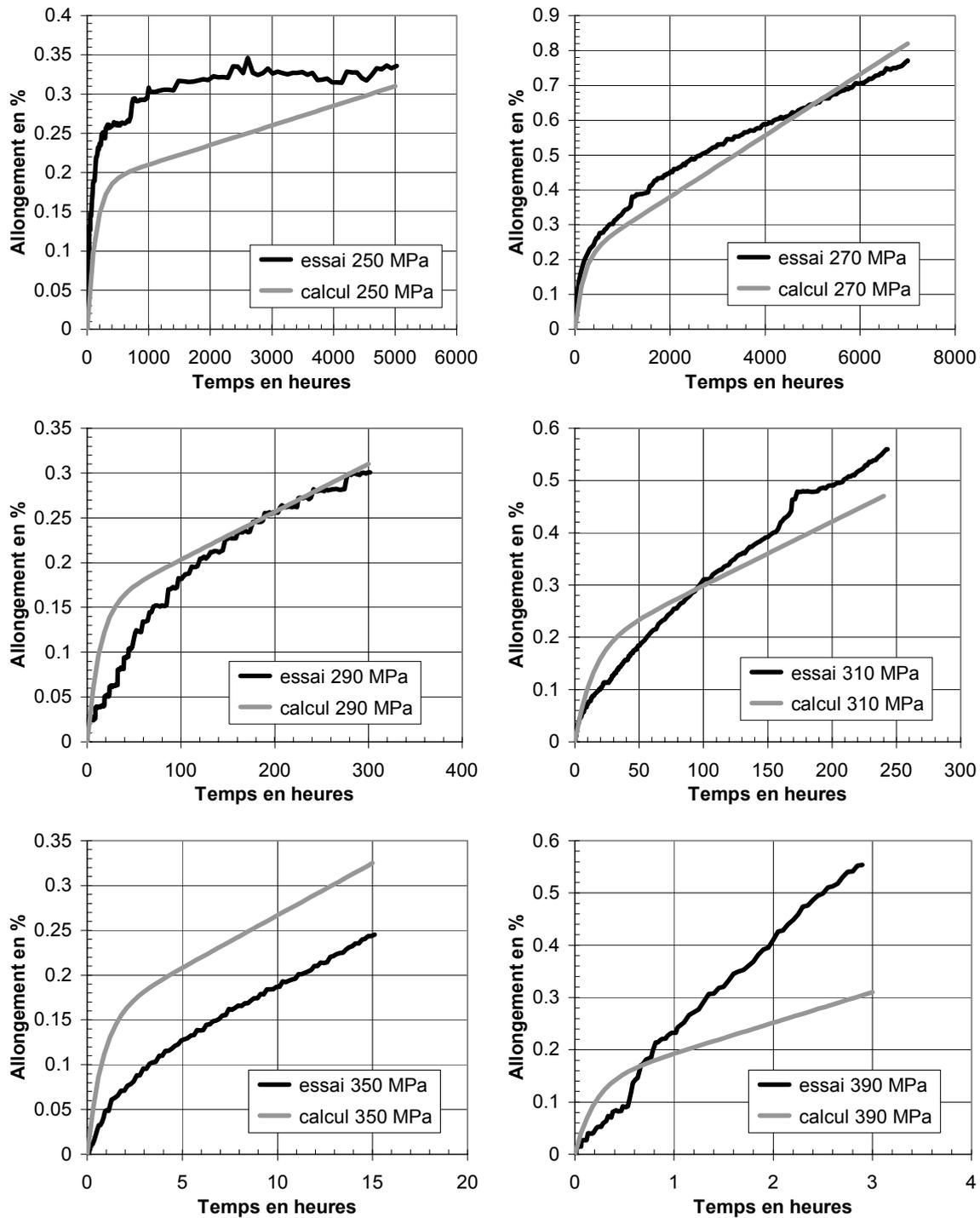


Figure 202 : Comparaison entre les courbes de fluage à 600°C mesurées et simulées sur éprouvettes lisses en acier 316L(N) à l'état écroui prélevées au quart épaisseur, la contrainte indiquée est la contrainte nominale

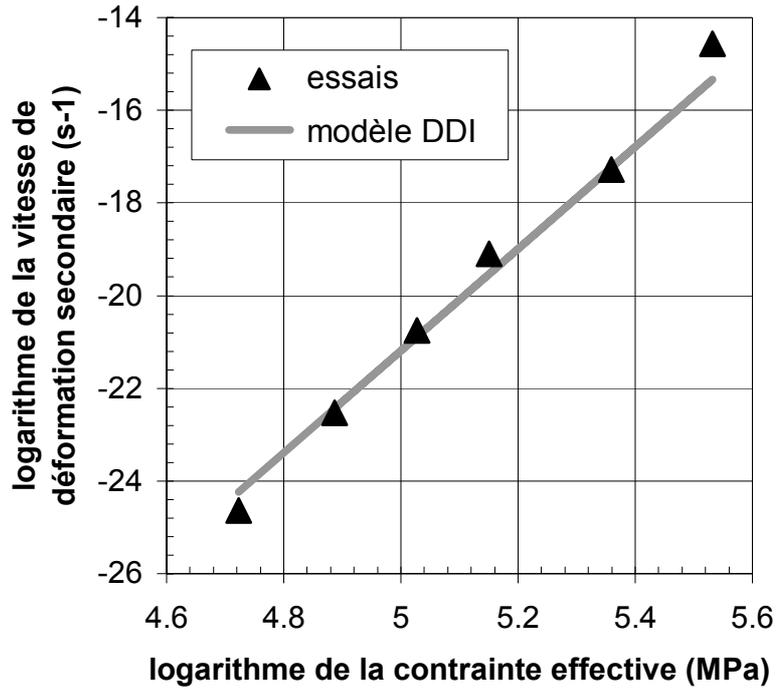


Figure 203 : Comparaison de la dépendance de la vitesse de déformation stationnaire à la contrainte effective ( $\sigma - c/d$ ) observée expérimentalement et simulée par le modèle DDI simplifié, essais de fluage à 600°C, acier 316L(N) à l'état écroui (quart épaisseur)

Les éprouvettes axisymétriques entaillées utilisées lors des essais de fluage à 600°C ont été prélevées à mi épaisseur. Comme le montrent la Figure 204 pour les éprouvettes FLE1-6 et la Figure 205 pour les éprouvettes FLE4-6, l'accord entre les mesures et les calculs effectués avec la loi « mi-épaisseur » est bon. Les calculs ont également été effectués avec la loi « quart-épaisseur » identifiée précédemment sur les éprouvettes lisses, afin d'illustrer l'effet du lieu de prélèvement sur la déformation des éprouvettes entaillées. Comme prévu, la résistance à la déformation de fluage est plus importante au quart épaisseur qu'à mi-épaisseur. Evidemment, seules les simulations par éléments finis utilisant les coefficients « mi-épaisseur » ont servi à l'identification du modèle d'endommagement (cf. § V.2.2.2).

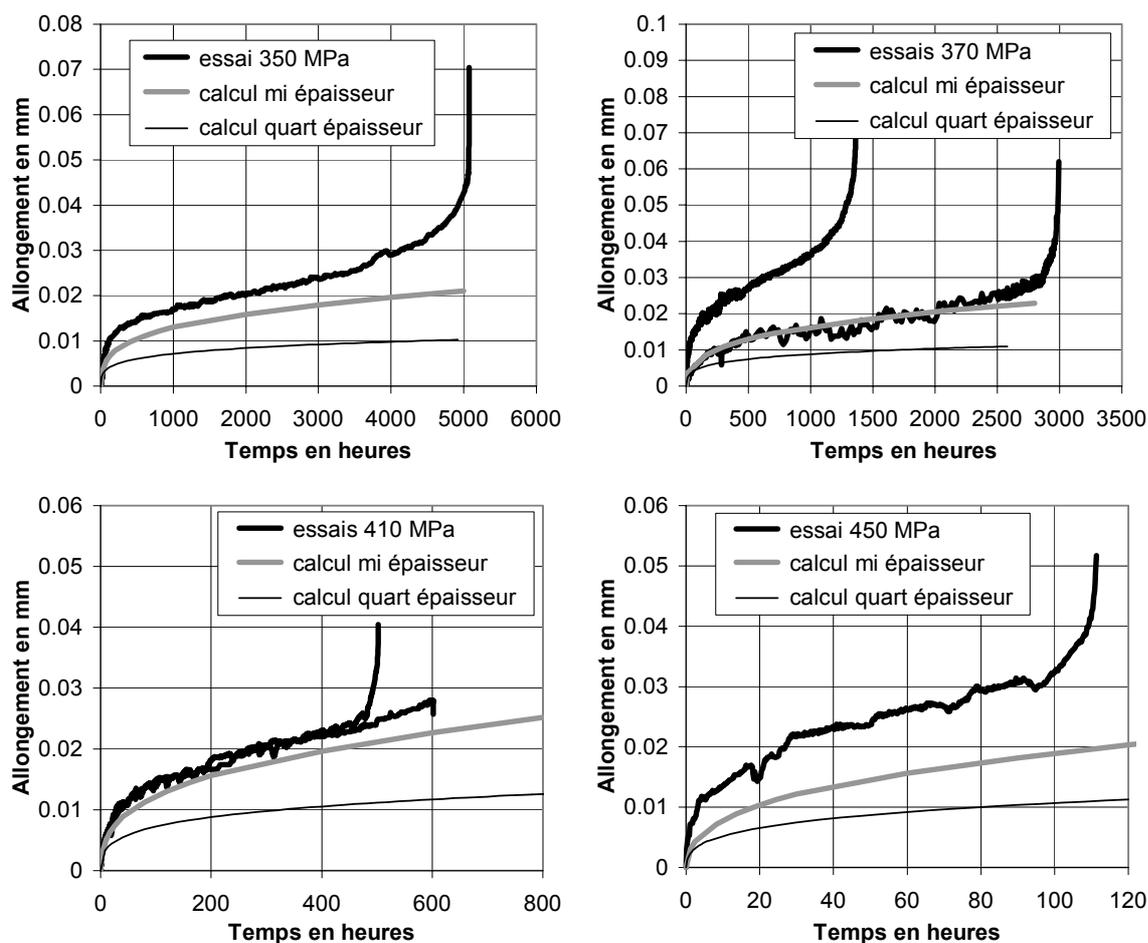


Figure 204 : Comparaison entre les courbes de fluage à 600°C sur éprouvettes entaillées FLE1-6 en acier 316L(N) à l'état écroui prélevées à mi épaisseur des coupons, la contrainte indiquée est la contrainte nominale

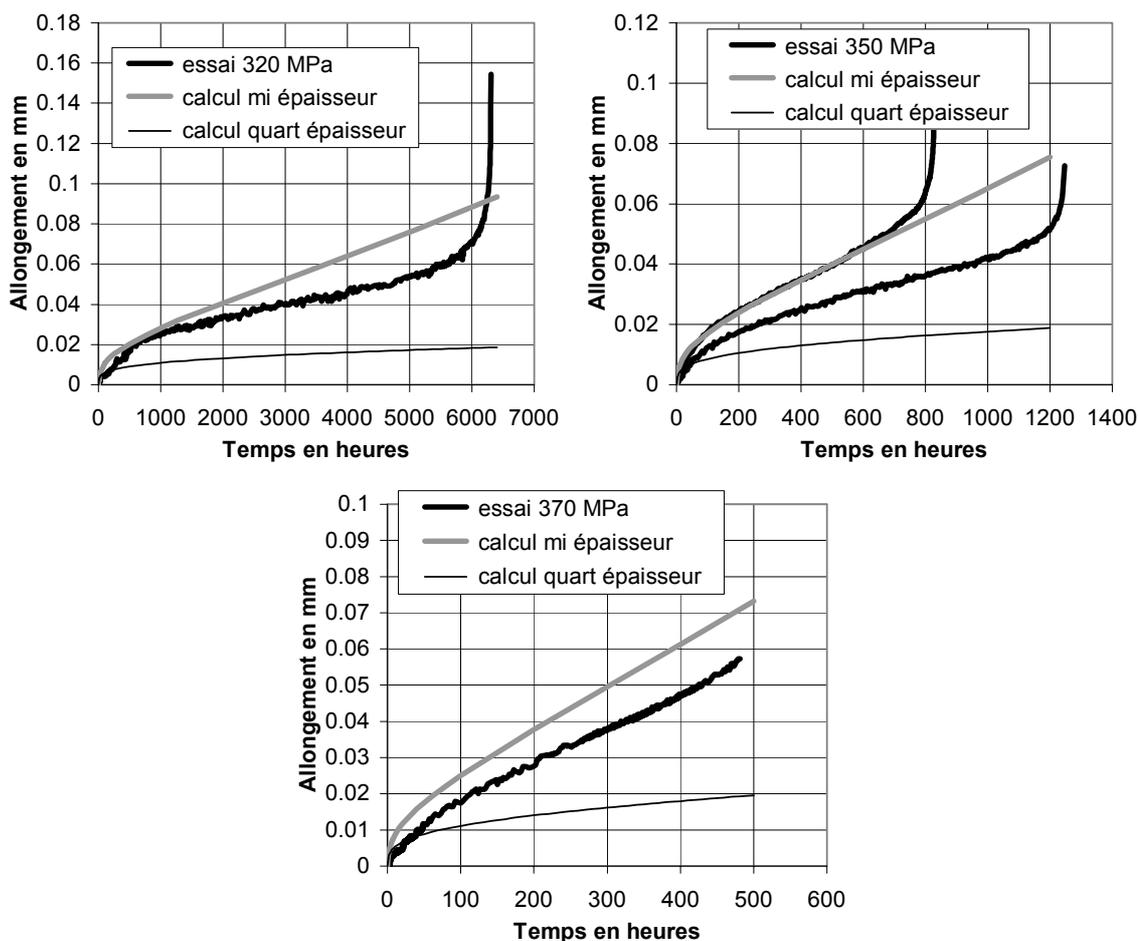


Figure 205 : Comparaison entre les courbes de fluage à 600°C sur éprouvettes entaillées FLE4-6 en acier 316L(N) à l'état écroui prélevées à mi épaisseur des coupons, la contrainte indiquée est la contrainte nominale

Les éprouvettes lisses utilisées lors des essais de relaxation ont été prélevées à mi épaisseur. Ces essais peuvent donc servir à tester la validité de la loi « mi-épaisseur » identifiée à partir des essais de fluage présentés précédemment.

En ce qui concerne les essais à 0.6% de déformation plastique (soit environ 0.9% de déformation totale), la Figure 206 présente la comparaison des courbes de mise en charge mesurées et simulées. L'accord est globalement satisfaisant mais l'effet de vitesse inverse n'est pas restitué. Seul un couplage entre les variables plastiques et viscoplastiques aurait pu rendre compte de cet effet (Contesti 1988). Or nous avons choisi de négliger ce couplage afin d'alléger la démarche de modélisation du comportement. L'accord entre simulations et mesures est également satisfaisant en ce qui concerne les courbes de relaxation (Figure 207).

Un essai de relaxation avec une mise en charge élastique (0.17% de déformation totale) a été réalisé sur éprouvette lisse en acier 316L(N) à l'état écroui. La Figure 208 montre que, dans ce cas également, l'accord entre mesures et simulations est globalement satisfaisant.

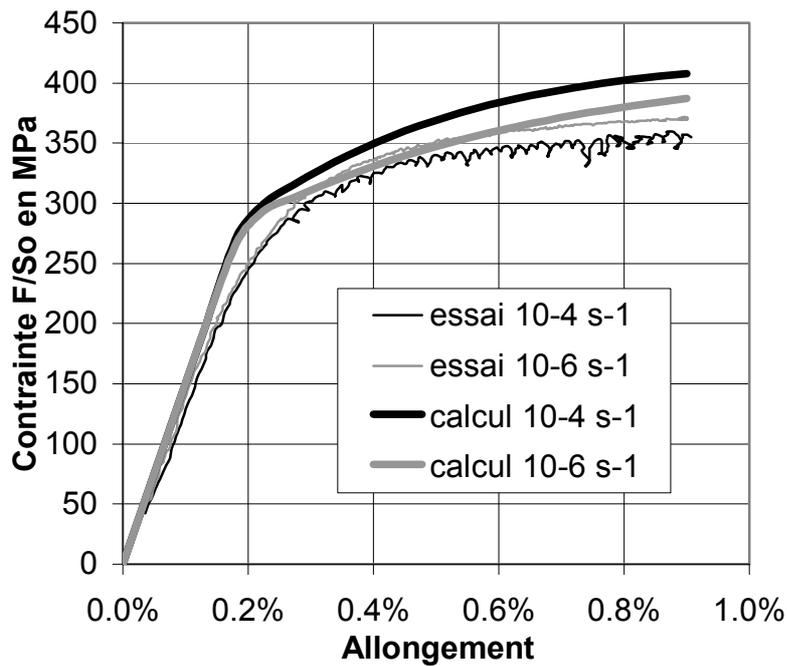


Figure 206 : Courbes de mises en charge des essais de relaxation sur éprouvettes lisses en acier 316L(N) à l'état écroui prélevées à mi épaisseur des coupons, comparaison entre mesures et simulations, vitesses de déformation imposées :  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$

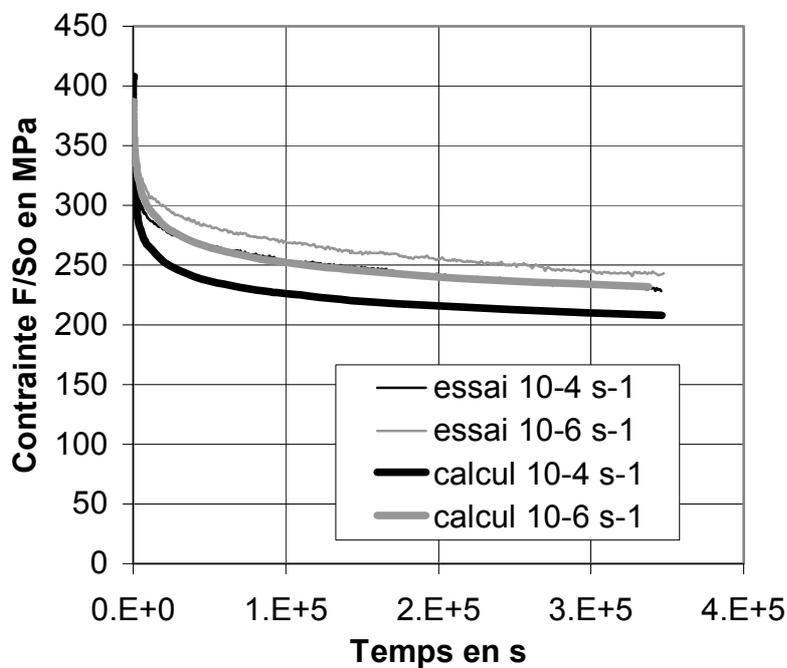


Figure 207 : Courbes de relaxation sur éprouvettes lisses en acier 316L(N) à l'état écroui prélevées à mi épaisseur des coupons, déformation plastique imposée : 0.6%, vitesses de déformation :  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$ , comparaison entre mesures et simulations

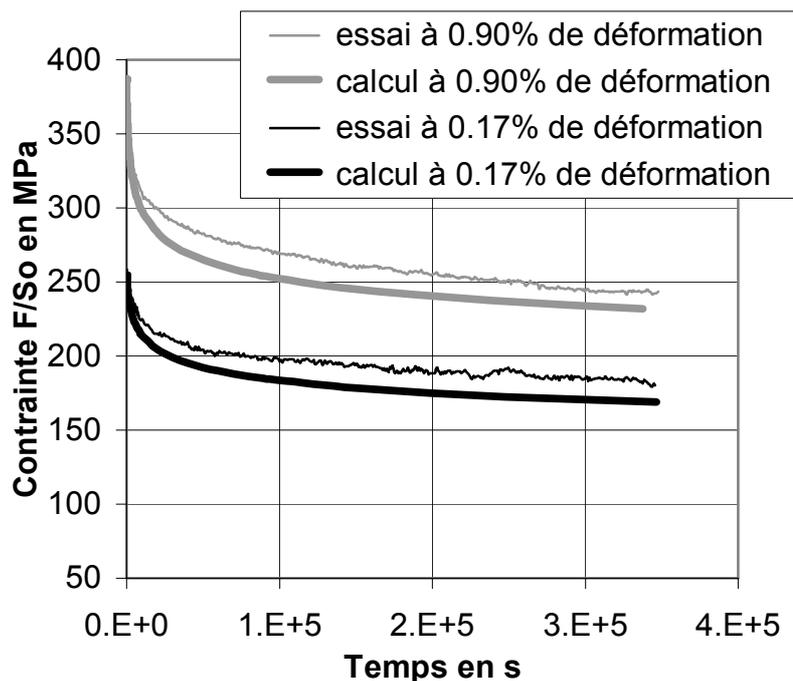


Figure 208 : Courbes de relaxation sur éprouvettes lisses en acier 316L(N) à l'état écroui prélevées à mi épaisseur, déformation **totale** imposée : 0.90% et 0.17%, vitesse de déformation :  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  respectivement, comparaison entre mesures et simulations

### V.1.3 Résumé du paragraphe V.1

#### Modélisation du comportement

- Le comportement élastoviscoplastique de l'acier 316L(N) à l'état hyperecroui à 600°C a été décrit de façon relativement satisfaisante par un modèle à deux déformations inélastiques simplifiés. Les 9 coefficients de ce modèle – deux se rapportant à l'élasticité, trois à la plasticité et quatre à la viscoplasticité – identifiés à partir des essais de fluage sur éprouvettes lisses, permettent de prédire correctement les essais de fluage sur éprouvettes entaillées. En revanche, la simulation du comportement en relaxation de l'acier 316L(N) à l'état hyperecroui n'est pas très satisfaisante
- Une deuxième série de 9 coefficients a été identifiée afin de rendre compte, à l'aide du même modèle DDI simplifié, du comportement des éprouvettes lisses en acier 316L(N) à l'état écroui prélevées au quart épaisseur des coupons laminés. Comme le laminage conduit à une déformation plus importante à la surface des coupons qu'en leur cœur, ces éprouvettes sont plus résistantes que celles prélevées à mi épaisseur. Comme prévu, la simulation des essais de fluage sur éprouvettes entaillées à partir de cette série de coefficients sous-estime la déformation de fluage
- Une autre série de 9 coefficients a été identifiée à partir des essais de traction et de fluage réalisés sur des éprouvettes prélevées à mi épaisseur des coupons laminés. Elle permet de reproduire correctement le comportement en fluage des éprouvettes entaillées et prédit de façon satisfaisante le comportement en relaxation sur éprouvettes lisses de l'acier 316L(N) à l'état écroui

## V.2 Modélisation de l'endommagement intergranulaire

L'objectif du présent paragraphe est l'identification d'un modèle d'endommagement intergranulaire susceptible d'être appliqué en post traitement lors du calcul par éléments finis de composants en acier 316L(N) plus ou moins écrouis testés en fluage ou en relaxation à 600°C.

Le modèle d'endommagement de Spindler (cf. § IV.1.3) a déjà été appliqué à la simulation de la relaxation des contraintes résiduelles de soudage dans un acier 316H (Bouchard et al. 2004). Cependant, ce modèle ne fait pas intervenir explicitement l'effet d'écrouissage, or d'après l'étude que nous avons réalisée, celui-ci modifie très nettement le comportement et la résistance à l'endommagement des zones affectées en comparaison du métal de base. Par ailleurs, le modèle de Yoshida et al. (1990) initialement identifié sur un acier 316L(N) à l'état hyperecroui a été ré-identifié par Chabaud-Reytier et al. (2001) sur un acier 321 écroui. Ce modèle a alors été appliqué avec succès à la prévision de la propagation de fissure dans cet acier écroui (Poquillon et al. 2001). Cependant, ce type de modèle indique une tendance à l'augmentation de la ductilité lorsque la vitesse de déformation diminue alors que la tendance contraire est souvent observée expérimentalement (Michel 2003). La construction du nouveau modèle s'inspire largement de ces deux types de modèles mais tente de corriger les inconvénients évoqués.

Dans un premier temps, il s'agit de définir la formulation générale du modèle d'endommagement et la méthode de mesure de l'endommagement intergranulaire à l'échelle locale. Dans un deuxième temps, l'identification proprement dite du modèle d'endommagement par approche locale sera effectuée par corrélation des mesures d'endommagement local avec les champs mécaniques locaux calculés par éléments finis.

### V.2.1 Définition du modèle d'endommagement intergranulaire

#### V.2.1.1 Formulation générale

Au paragraphe IV.1 de nombreux paramètres affectant le développement de l'endommagement intergranulaire ont été évoqués. Il s'agit maintenant d'en sélectionner certains et de déterminer comment ils interviennent dans le nouveau modèle d'endommagement.

##### a) Transition de mécanisme d'endommagement avec la vitesse de déformation

Comme on a pu le constater au voisinage des soudures et sur les éprouvettes CT testées en relaxation, la fissuration en relaxation est purement intergranulaire. Nous avons donc choisi de construire un modèle d'endommagement purement intergranulaire. Par conséquent, il ne peut rendre compte de la rupture finale ductile des éprouvettes testées en fluage. Si l'objectif était de décrire correctement la rupture de ces éprouvettes, il faudrait faire appel à des modèles de croissance de cavités ductiles et des modèles de rupture par localisation de la déformation qui utiliseraient par exemple l'endommagement intergranulaire comme l'équivalent de la porosité initiale.

L'étude expérimentale réalisée sur les trois aciers 316 de l'étude a mis en évidence le rôle prépondérant de la vitesse de déformation sur le caractère plus ou moins intergranulaire de la rupture. De plus, ni le taux de triaxialité des contraintes, ni le niveau d'écrouissage ne semblent affecter cette transition (cf. IV.1.1). Cette transition semble donc pouvoir être décrite de la façon suivante : l'endommagement intergranulaire calculé ne doit pas augmenter si la vitesse de déformation est supérieure à une vitesse de déformation critique ( $\dot{\epsilon}_C$ ). Cette description est sûrement un peu simpliste, en contrepartie elle nécessite l'identification d'un seul paramètre. Par ailleurs, si le modèle doit être appliqué à une température plus basse, on s'attend à ce que la vitesse de déformation critique diminue de façon inversement proportionnelle au coefficient de diffusion intergranulaire (cf. IV.1.1).

**b) Variable d'endommagement**

Les calculs par éléments finis des contraintes résiduelles de soudage sont effectués à l'échelle des composants. La taille de maille (de l'ordre de 1 mm) est donc bien supérieure à la taille de grain (60  $\mu\text{m}$ ), ce qui justifie que l'on considère le matériau comme homogène. Le modèle d'endommagement proposé utilise le même formalisme. La variable d'endommagement doit donc être définie à l'échelle du matériau homogène or l'endommagement se développe sous forme de micro-fissures de quelques dizaines de micromètres. La variable d'endommagement représente donc une moyenne sur un grand nombre de micro-fissures.

Comme on l'a vu précédemment, les micro-fissures sont orientées préférentiellement dans le sens perpendiculaire à la plus grande contrainte principale car la contrainte normale au joints de grains joue un rôle important dans la germination et la croissance des cavités intergranulaires. On aurait donc tendance à définir une variable d'endommagement tensorielle qui puisse rendre compte de cette anisotropie qui joue un rôle important lorsque l'on change le sens de sollicitation en cours d'essai (voir par exemple Dyson, Loveday et Rodgers 1976 ou Weiss et Pineau 1993). Cependant, dans le cadre de l'étude, le sens de sollicitation n'évolue pas en cours d'essai. On a donc choisi une variable d'endommagement scalaire. Yoshida et al. (1990) ont choisi comme variable d'endommagement le rapport entre la longueur de joints endommagés et la longueur de joints totale mesurée par unité de surface sur des coupes longitudinales polies. A partir du même type de mesures, nous avons choisi une variable qui représente cette fois une porosité volumique moyenne « équivalente » à une multitude de micro-fissures intergranulaires. Le mode de calcul de cette moyenne est décrit au paragraphe V.2.1.2 concernant les mesures d'endommagement. La variable d'endommagement exprimée en % sera notée D dans la suite du texte.

**c) Endommagement, déformation et non linéarité**

Comme dans le modèle de Spindler (2001), le contrôle de l'endommagement calculé à l'échelle de l'élément de volume dans le nouveau modèle s'effectue avant tout par la déformation viscoplastique. De nombreux arguments justifient ce choix : produit de Monkman-Grant constant, similitude des courbes de fluage lorsque le niveau de contrainte évolue, effet de la déformation globale sur les contraintes locales qui conduisent à la germination continue des cavités intergranulaires, modèle de croissance par diffusion contrôlée par le fluage des grains voisins, etc. On écrira donc que l'incrément d'endommagement ( $dD$ ) est proportionnel à l'incrément de déformation au sens de Von Mises ( $d\varepsilon_{eq}$ ) pourvu que la vitesse de déformation soit suffisamment faible (voir ci-dessus § a)

Cependant, il n'y a pas de raison a priori pour que l'endommagement soit globalement proportionnel à la déformation. On imagine plutôt que le développement de l'endommagement est fortement non linéaire : plus les micro-fissures sont longues, plus la concentration de contraintes à leur pointe est élevée ce qui favorise la germination de nouvelles cavités et donc la propagation des micro-fissures. De plus, la diminution de la section efficace des éprouvettes lorsque l'endommagement se développe n'est pas prise en compte directement dans notre démarche car le calcul de l'endommagement s'effectue en post-traitement, il faut donc introduire une non linéarité correspondant à cet effet. Ces deux causes de non linéarité sont transcrites dans le modèle par l'intermédiaire du coefficient m de la façon suivante :

$$dD \propto (1+mD) d\varepsilon_{eq}$$

Le coefficient m portant sur l'endommagement et non sur la déformation, il ne varie pas a priori avec le niveau d'érouissage.

**d) Effet du taux de triaxialité des contraintes**

Comme on l'a vu au paragraphe IV.1.3, les modèles et les données expérimentales tirés de la littérature mettent en évidence le rôle important des rapports  $\sigma_1/\sigma_{eq}$  et  $\sigma_m/\sigma_{eq}$  avec  $\sigma_1$ ,  $\sigma_m$  et  $\sigma_{eq}$  les contraintes principale, hydrostatique, et équivalente respectivement. Dans les éprouvettes axisymétriques entaillées, la contrainte principale et la contrainte hydrostatique

sont liées de manière affine et augmentent lorsque le rayon d'entaille diminue (Spindler 2001). Il est donc difficile de différencier les effets respectifs des rapports  $\sigma_1/\sigma_{eq}$  et  $\sigma_m/\sigma_{eq}$  à partir de mesures d'endommagement réalisées sur ce type d'éprouvettes uniquement.

Dans le cadre de l'étude, le choix a été fait de n'utiliser que le rapport  $\sigma_1/\sigma_{eq}$ . En effet, les modèles de germination et croissance de cavités intergranulaires, d'une part, et l'observation de l'orientation des micro-fissures, d'autre part, indiquent que la plus grande contrainte principale joue un rôle important dans le développement de l'endommagement intergranulaire. Ce choix réalisé a priori ne signifie pas pour autant que le rapport  $\sigma_m/\sigma_{eq}$  n'affecte pas l'endommagement intergranulaire. Comme dans le modèle de Spindler (2001), une formulation exponentielle qui fait intervenir le paramètre  $q$  a été choisie :

$$dD \propto \exp\left(q \left(\frac{\sigma_1}{\sigma_{eq}}\right)\right)$$

Les essais mécaniques réalisés sur l'acier 316L(N) n'ont pas révélé de modification de l'effet d'entaille par écrouissage, on supposera donc que l'écrouissage ne modifie pas le paramètre  $q$ .

#### e) Effet de l'écrouissage

Les essais mécaniques réalisés au cours de la thèse ont indiqué qu'à vitesse de déformation donnée, l'endommagement intergranulaire se développait plus rapidement dans les aciers à l'état écroui qu'à l'état hypere trempé, ce qui réduit leur ductilité dans le domaine de rupture partiellement intergranulaire. En comparant ces résultats à ceux de la littérature, il est apparu que la température d'écrouissage et le mode de déformation affectaient peu cette fragilisation par écrouissage alors que le niveau de pré-déformation semble constituer un paramètre critique (cf. § 1.3.2.2). Les figures de la page 58 indiquent que l'effet fragilisant semble saturer à partir d'un certain niveau de pré-déformation. Pour faire intervenir l'effet d'écrouissage sur l'endommagement la formulation suivante a donc été retenue :

$$dD \propto 1-B \left( \exp - \left( \frac{\varepsilon_{eq-p}}{\varepsilon_0} \right)^r \right)$$

Lorsque la pré-déformation est très importante ce terme vaut 1 et lorsque la pré-déformation est nulle ce terme vaut  $1-B$ . Le coefficient  $B$  représente donc l'effet fragilisant de l'écrouissage. Le coefficient  $\varepsilon_0$  représente le niveau de pré-déformation de transition et le coefficient  $r$  contrôle la largeur de la transition comme on peut le voir sur la Figure 209.

L'effet de la température d'écrouissage et celui du mode de pré-déformation sur l'endommagement ayant été négligés, la déformation équivalente plastique qui intervient dans la formule précédente représente aussi bien la déformation de laminage que la déformation de mise en charge des essais de fluage ou de relaxation. Comme l'acier 316L(N) écroui par laminage reste dans le domaine élastique lors de la mise en charge des essais de fluage, la pré-déformation plastique de l'acier vaut 17.9 % quelle que soit la contrainte de fluage (cf. § III.1.1.2). En revanche, le taux de pré-déformation plastique des éprouvettes lisses à l'état hypere trempé dépend de la contrainte nominale de l'essai. Dans le cas des éprouvettes entaillées, la déformation plastique de mise en charge dépend également du point considéré puisque les champs de contraintes sont alors hétérogènes.

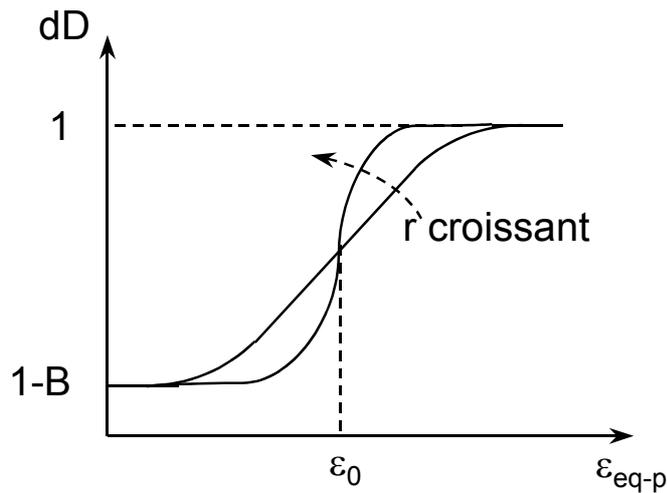


Figure 209 : Schématisation de l'effet de la pré-déformation plastique sur la variable d'endommagement intergranulaire d'après le modèle proposé

**f) Autres paramètres**

L'étude bibliographique a mis en évidence le rôle de la taille de grains sur la propagation des micro-fissures intergranulaires. La plus grande fragilité de l'acier 316H étudié par rapport à l'acier 316L(N) a d'ailleurs été attribuée à l'effet de la taille de grains. Cependant, nous ne disposons pas de données expérimentales suffisamment nombreuses pour faire intervenir la taille de grain dans le modèle d'endommagement. Pour les mêmes raisons, nous ne pouvons inclure la ségrégation intergranulaire d'impuretés et l'état de précipitation intergranulaire dans le modèle proposé bien que nous soyons persuadés de l'importance de ces paramètres sur l'endommagement intergranulaire.

Comme on l'a vu dans la partie précédente, la modélisation à une température supérieure nécessiterait la prise en compte des phénomènes de restauration de l'écroissage et de précipitation intergranulaire en cours d'essai. En revanche, la modélisation proposée pourrait s'appliquer à plus basse température en modifiant simplement la vitesse de déformation critique. Des essais mécaniques supplémentaires seraient tout de même nécessaires à la validation des autres coefficients.

**g) Formulation finale**

La formulation obtenue en rassemblant tous les éléments évoqués dans ce paragraphe s'écrit :

$$\begin{cases} dD = A \left[ 1 - B \left( \exp - \left( \frac{\epsilon_{eq-p}}{\epsilon_0} \right)^r \right) \right] (1 + m \cdot D) \exp \left( q \left( \frac{\sigma_I}{\sigma_{eq}} \right) \right) d\epsilon_{eq} & \text{si } \dot{\epsilon}_{eq} \leq \dot{\epsilon}_C \\ dD = 0 & \text{si } \dot{\epsilon}_{eq} > \dot{\epsilon}_C \end{cases}$$

La vitesse de déformation critique  $\dot{\epsilon}_C$  permet de rendre compte de la transition de mécanisme de rupture. Le coefficient A est un facteur de normalisation. Les coefficients B,  $\epsilon_0$  et r contrôlent l'effet de fragilisation par écroissage. Le coefficient m rend compte de la non linéarité de l'endommagement vis-à-vis de la déformation. Enfin, le coefficient q rend compte de l'effet de la triaxialité des contraintes sur l'endommagement. De nombreuses hypothèses simplificatrices ont été effectuées afin de limiter le nombre de coefficients à identifier. Par conséquent, il n'est pas assuré que l'ensemble des mesures d'endommagement sur l'acier 316L(N) à l'état hyperefflué et à l'état écroi puisse être décrit par ce modèle.

### V.2.1.2 Méthode de mesure de l'endommagement

La Figure 210 montre l'aspect que présentent les coupes d'éprouvettes axisymétriques entaillées réalisées après interruption d'un essai de fluage. D'une part, l'endommagement est purement intergranulaire, d'autre part, il n'est pas réparti uniformément dans la section. Ces deux points sont essentiels dans la démarche d'identification du modèle par approche locale. En effet, contrairement à la mesure de l'allongement à rupture ou de la striction à rupture qui dépendent des caractéristiques de rupture ductile, les informations que l'on peut retirer de l'analyse de cette coupe correspondent uniquement à l'endommagement intergranulaire. De plus, la répartition de l'endommagement intergranulaire nous renseigne sur sa dépendance vis-à-vis des champs de contraintes et de déformation que l'on peut obtenir à l'aide des calculs par éléments finis.

Afin de multiplier le nombre de coupes sans trop augmenter le nombre d'essais, des éprouvettes pourvues de plusieurs entailles ont été utilisées (cf. plan page 307). Du fait des faibles gradients thermiques à l'intérieur des fours, les entailles ne se déforment pas toutes à la même vitesse. Les coupes polies des différentes entailles d'une même éprouvette permettent alors de visualiser l'évolution de l'endommagement avec la déformation. Précisons que cette démarche n'est pas toujours couronnée de succès : d'une part, il peut arriver que l'on arrête l'essai trop tôt alors qu'aucun endommagement n'est observable, d'autre part il arrive qu'une entaille casse sans que les autres entailles se soient endommagées... On a donc souvent été amené à réaliser plusieurs fois le même essai. La Figure 211 montre les courbes de fluage obtenues pour un essai conduit jusqu'à rupture et son homologue interrompu en début de stade tertiaire.

Les mesures d'endommagement ont été réalisées par analyse d'images (avec le logiciel Visilog) sur des photos numériques obtenues par microscopie optique au grandissement  $\times 100$ . La résolution est alors de  $1.24 \mu\text{m}$  pour 1 pixel. Afin de bien révéler les microfissures intergranulaires sans trop attaquer les joints de grains non endommagés, le dernier polissage a été effectué à l'aide d'une solution aqueuse basique de silice colloïdale (OPS). Environ cent micro-fissures sont analysées pour chaque entaille. Lorsque plusieurs facettes consécutives sont endommagées, on les sépare manuellement avant le traitement d'image proprement dit qui fournit la position, la longueur et l'orientation de chaque micro-fissure.



Figure 210 : Coupe longitudinale d'une éprouvette FLE 1-6 en acier 316L(N) à l'état hypere trempé testée en fluage à  $600^{\circ}\text{C}$  sous  $320 \text{ MPa}$ , interrompu après 3094 heures, diamètre minimal après déformation:  $5.65 \text{ mm}$

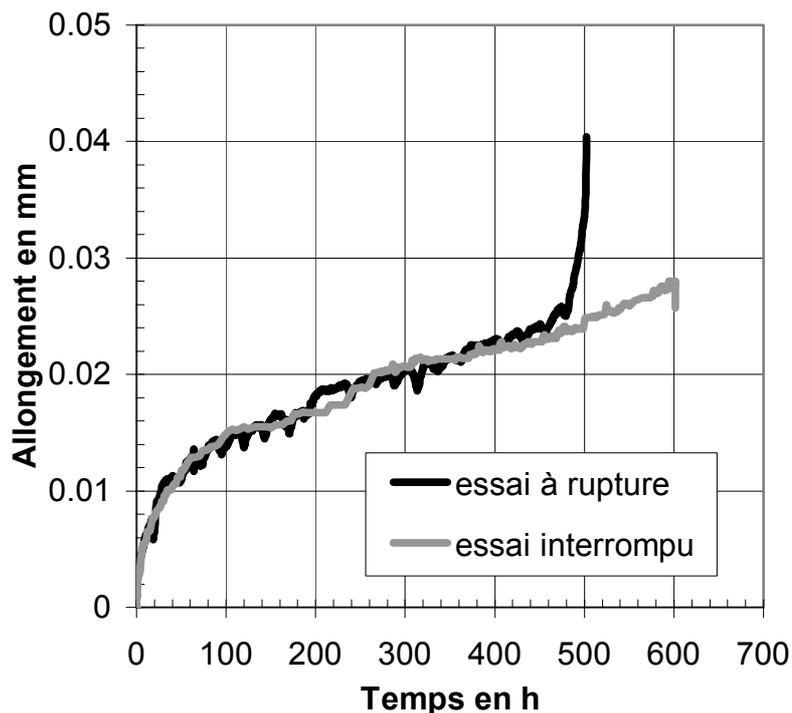


Figure 211 : Courbes de fluage à 600°C sous 410 MPa sur éprouvette FLE1-6 en acier 316L(N) à l'état écroui

Afin que la variable d'endommagement puisse être facilement utilisée dans un calcul où le comportement serait couplé avec l'endommagement, il a été décidé que cette variable représenterait une porosité volumique équivalente. La procédure de calcul de la variable d'endommagement (D), illustrée sur la Figure 212, est donc la suivante :

- A chaque segment de micro-fissure (de longueur  $2R^*$ ) observé sur la coupe polie est associé un disque de rayon  $R = 4R^*/\Pi$  qui représente la microfissure dans l'espace. Le facteur  $4/\Pi$  provient du calcul de la probabilité d'intersection d'un plan avec un disque (cf. Dehoff et Rhines 1972)
- Chaque disque est projeté sur le plan de rupture en supposant que la normale au disque est contenue dans le plan de coupe et l'on calcule le volume  $v$  de la sphère qui a pour rayon le rayon du disque projeté
- La variable d'endommagement  $D$  est égale à la somme du volume occupé par les sphères que l'on divise par  $2R^*S$ , avec  $S$  la surface de coupe analysée. En effet le rapport entre le nombre de segments par unité de surface et le nombre de disques par unité de volume vaut en moyenne  $2R^*$  (cf. Dehoff et Rhines 1972)

Le choix de la taille de la surface analysée n'est pas anodin. En effet, cette surface doit être suffisamment petite pour que les champs mécaniques puissent y être supposés uniformes mais suffisamment grande pour que les fluctuations liés aux aspects microstructuraux de la rupture soient « moyennés ». Le meilleur compromis a été trouvé avec des surfaces carrées de 0.25 mm de côté. Rappelons que la symétrie des éprouvettes FLE permet de superposer les quatre quarts de la section longitudinale. La surface d'analyse correspondant à une valeur de la variable d'endommagement est donc en réalité  $4 \times 0.25 \times 0.25 \text{ mm}^2$ .

Dans chaque carré analysé, la coalescence des micro-fissures a été analysée selon le critère suivant : si aucune micro-fissure analysée n'était pas plus longue qu'une facette intergranulaire alors l'endommagement était qualifié de « mono-facette », dans le cas contraire, l'endommagement était dit « multi-facette ». La Figure 213 indique que lorsque l'endommagement mesuré est supérieur à 4% environ, il existe au moins une micro-fissure plus longue qu'une facette intergranulaire (quel que soit l'état d'écroutissage ou la géométrie de l'éprouvette). Au delà de 4% d'endommagement, il devient donc délicat de traiter les micro-fissures comme un endommagement diffus. Il conviendrait mieux de réaliser alors des calculs de propagation de fissure. La valeur de 4% sera donc considérée comme un seuil de coalescence local indépendant de la triaxialité des contraintes et de l'écroutissage. De plus, les calculs d'endommagement seront limités à cette valeur seuil.

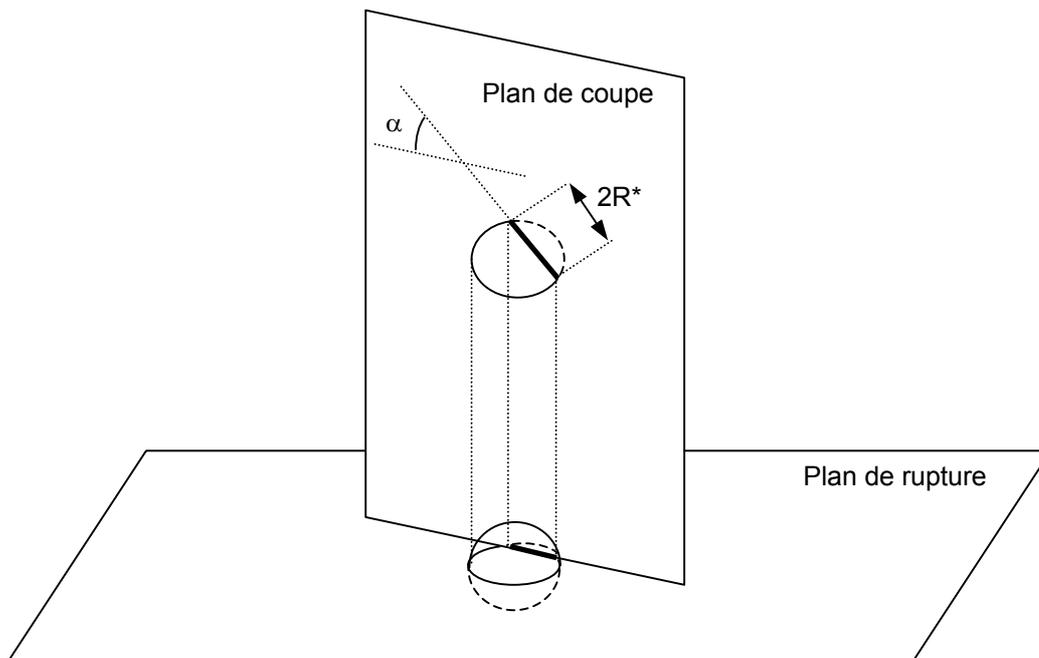


Figure 212 : Schéma explicatif du calcul de la porosité volumique équivalente à une microfissure en fonction de son orientation ( $\alpha$ ) et de sa longueur ( $2R^*$ )

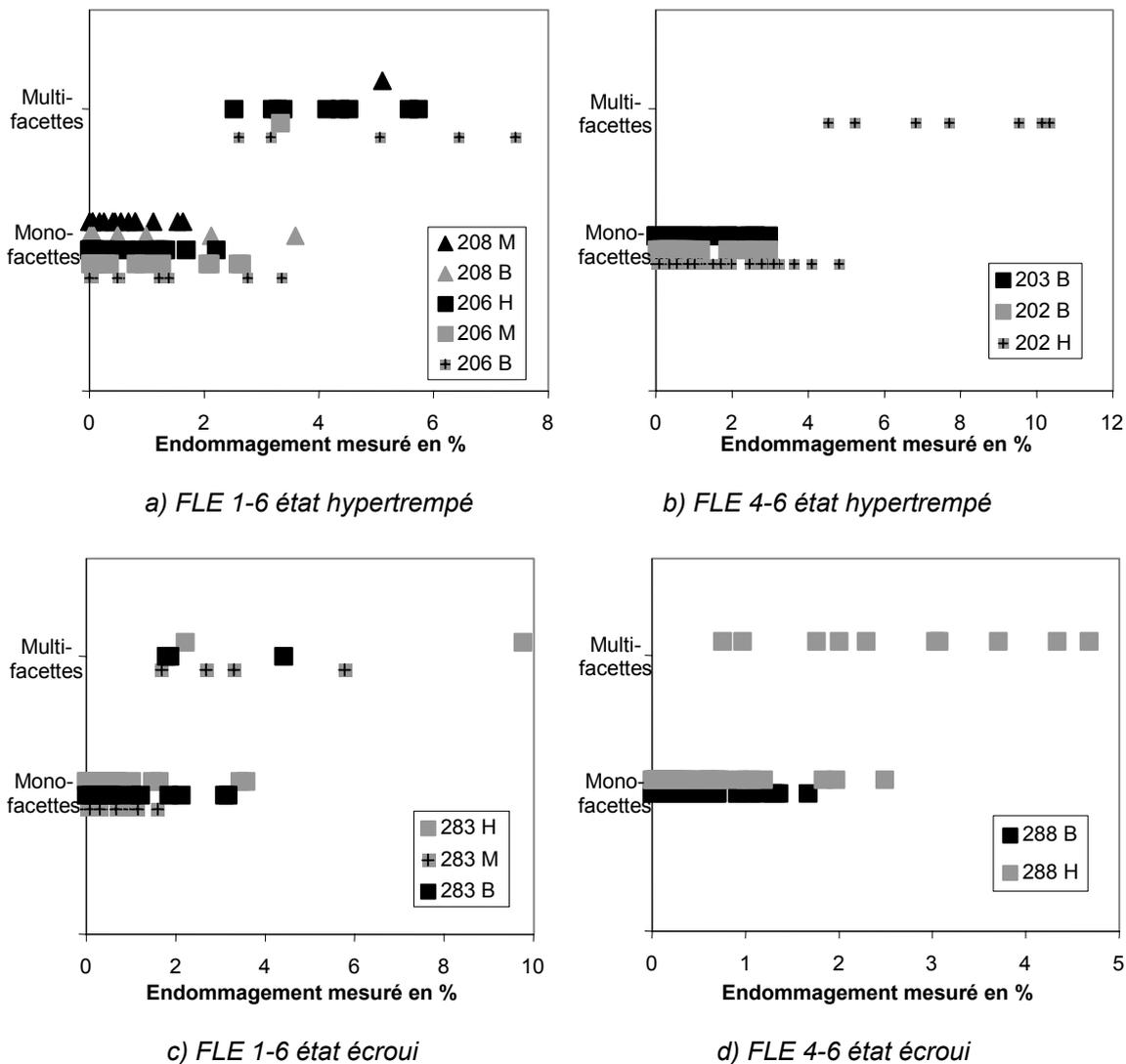


Figure 213 : Corrélation entre la coalescence de micro-fissures et l'endommagement mesuré sur les coupes polies d'éprouvettes axisymétriques entaillées en acier 316L(N) à l'état écroui et à l'état hypertrempé après essai de fluage interrompu, le numéro dans la légende correspond au numéro de l'éprouvette et la lettre à l'entaille correspondante (H pour Haut, M pour Milieu et B pour Bas), température d'essai 600°C

## V.2.2 Identification des paramètres du modèle

### V.2.2.1 Stratégie d'identification

Comme on l'a vu au paragraphe I.3.2.2, l'effet de l'écroutissage sur la ductilité en fluage semble saturer vers 20% de pré-déformation. En première approximation, on peut supposer que l'acier 316L(N) à l'état écroui par laminage (déformation équivalente de 17.9%) a déjà atteint cette saturation. Par conséquent, le terme du modèle d'endommagement intergranulaire proposé se rapportant à l'effet de la déformation vaut 1. On peut donc se servir des données expérimentales concernant l'acier 316L(N) à l'état écroui pour identifier les autres coefficients : A, m et q. Les données expérimentales concernant l'acier à l'état hyperecroui seront ensuite utilisées pour identifier les coefficients B,  $\varepsilon_0$  et r. L'identification du septième coefficient :  $\dot{\varepsilon}_C$  est abordée ci-dessous.

Les essais de fluage sur éprouvettes entaillées ne suffisent pas à identifier précisément la vitesse de déformation critique. En effet, même l'essai le plus court (essai ENSMP n°4) présente une zone de rupture intergranulaire fragile. Il ne peut donc fournir qu'un minorant de  $\dot{\varepsilon}_C$ . (en l'occurrence :  $2.10^{-8} \text{ s}^{-1}$ ). Cependant, les essais de fluage réalisés sur éprouvettes lisses sont plus nombreux dans le domaine de la transition. L'essai réalisé sous 250 MPa sur l'état hyperecroui a conduit à une rupture purement ductile or la vitesse de déformation stationnaire était de  $7.10^{-8} \text{ s}^{-1}$ . De plus, l'observation d'une coupe polie d'un essai de fluage interrompu dans le stade tertiaire dont la vitesse de déformation stationnaire était de  $5.10^{-8} \text{ s}^{-1}$  n'a révélé aucune micro-fissure. Il nous semble que l'on peut donc fixer  $\dot{\varepsilon}_C$  à  $3.10^{-8} \text{ s}^{-1}$ .

### V.2.2.2 Identification sur l'état écroui

En ce qui concerne l'acier 316L(N) à l'état écroui, des mesures d'endommagement ont pu être réalisées sur deux éprouvettes entaillées, une FLE 1-6 sous 410 MPa et une FLE 4-6 sous 370 MPa. La mesure des diamètres minimaux au banc laser avant et après essai a permis d'établir le Tableau 27. Etant donnée la précision de la mesure de réduction de diamètre, les mesures d'endommagement correspondant aux entailles H et M de l'éprouvette n°283 ont été moyennées entre-elles.

La simulation par éléments finis de ces deux essais permet d'obtenir la réduction de diamètre en fonction du temps de fluage (Figure 214). En ce qui concerne l'éprouvette FLE 1-6 sous 410 MPa, cette figure montre que la déformation mesurée des entailles M et H correspond à 600 heures de fluage et celle de l'entaille B à 400 heures de fluage. Afin de comparer l'endommagement mesuré dans ces deux cas à l'endommagement calculé, on réalisera donc l'intégration du modèle d'endommagement jusqu'à 600 heures ou 400 heures respectivement. De même, les calculs d'endommagement concernant l'essai sur éprouvette FLE 4-6 sous 370 MPa seront effectués jusqu'à 340 heures et 180 heures respectivement pour les entailles H et B.

Type d'éprouvette	Contrainte nominale en MPa	Durée de l'essai en h	Numéro d'éprouvette et entaille	Réduction de diamètre en %	Réduction de diamètre en $\mu\text{m}$
FLE 1-6	410	602	283 H	$0.43 \pm 0.05$	$26 \pm 3$
			283 M	$0.42 \pm 0.05$	$25 \pm 3$
			283 B	$0.36 \pm 0.05$	$22 \pm 3$
FLE 4-6	370	481	288 H	$0.93 \pm 0.08$	$56 \pm 5$
			288 B	$0.60 \pm 0.08$	$36 \pm 5$

Tableau 27 : Réduction de diamètre après fluage interrompu de deux éprouvettes entaillées en acier 316L(N) à l'état écroui, température d'essai 600°C

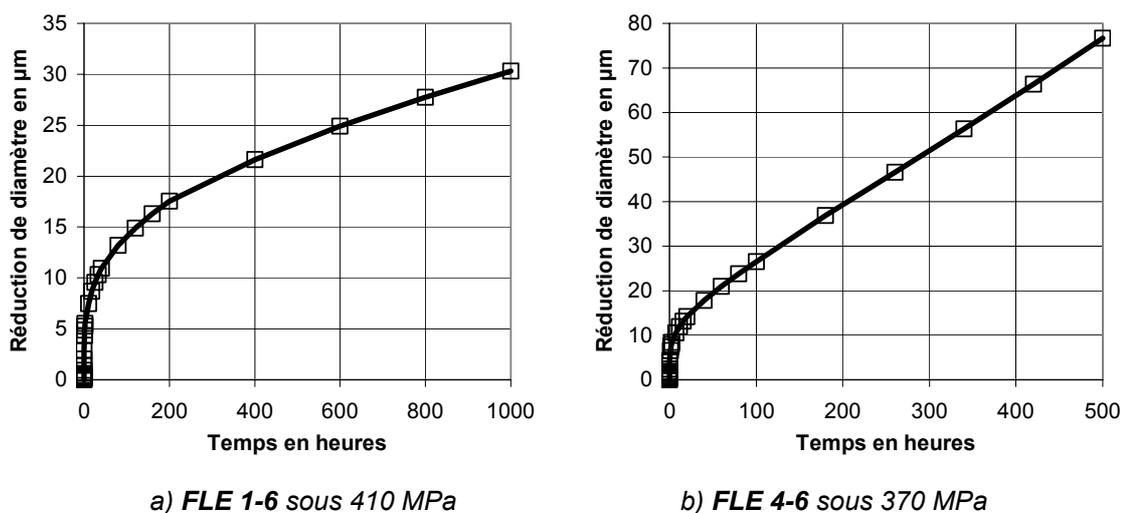


Figure 214 : Réduction de diamètre calculée par éléments finis lors du fluage à 600°C de deux éprouvettes entaillées en acier 316L(N) à l'état écroui

Avant d'aborder l'identification des coefficients  $A$ ,  $m$  et  $q$  proprement dite, examinons l'allure des champs mécaniques dans la section minimale des éprouvettes entaillées en acier 316L(N) à l'état écroui.

La Figure 215 et la Figure 216 concernent la mise en charge de ces essais. Ces figures montrent que le rapport entre la contrainte axiale (notée  $\sigma_{zz}$ ) et la contrainte de Von Mises (notée  $\sigma_{eq}$ ) est plus élevé au centre des éprouvettes qu'au voisinage de l'entaille. De plus ce rapport est plus élevé dans le cas de l'éprouvette FLE 1-6 que dans le cas de l'éprouvette FLE 4-6. On remarque également que la contrainte axiale présente un maximum plus marqué dans le cas de l'éprouvette plus sévèrement entaillée. Par ailleurs, la déformation plastique de mise en charge est relativement faible dans les deux cas. La localisation au voisinage de l'entaille de cette déformation plastique augmente logiquement avec la sévérité de l'entaille.

La Figure 217 et la Figure 218 concernent l'évolution des champs mécaniques lors du fluage. Dans le cas de l'éprouvette FLE 1-6, le maximum de contrainte axiale s'éloigne progressivement de l'entaille alors que le rapport entre la contrainte axiale et la contrainte de Von Mises évolue peu. La déformation de fluage augmente naturellement avec le temps mais reste localisée au voisinage de l'entaille. Dans le cas de l'éprouvette FLE 4-6, en revanche, la déformation de fluage est presque uniforme dans la section. De plus, la redistribution des contraintes est bien plus rapide que dans le cas de l'éprouvette FLE 1-6.

Comme on l'a vu au paragraphe V.2.1.2, les mesures d'endommagement sont réalisées dans des carrés de 0.25 mm de côté, qui ne correspondent pas exactement aux mailles du calcul par éléments finis. On projette donc les champs mécaniques sur un nouveau maillage constitué de carrés de 0.25 mm de côté (60 carrés dans le cas des éprouvettes FLE 1-6 et 96 carrés dans le cas des éprouvettes FLE 4-6). A l'aide des champs mécaniques ainsi moyennés dans chaque carré, le modèle d'endommagement est intégré numériquement dans chacun de ces carrés avec un jeu de coefficients donné. Les valeurs d'endommagement calculées sont alors comparées aux mesures puis on réitère la procédure avec de nouveaux coefficients afin de minimiser l'écart entre les valeurs calculées et mesurées. Pour faciliter le processus d'optimisation, le paramètre  $A$  est calculé à chaque itération en fonction des autres coefficients de manière à ce que l'endommagement calculé dans un carré donné soit rigoureusement égal à l'endommagement mesuré. On obtient ainsi les valeurs suivantes :

$$q = 2.5, m = 3000 \text{ et } A = 0.0041$$

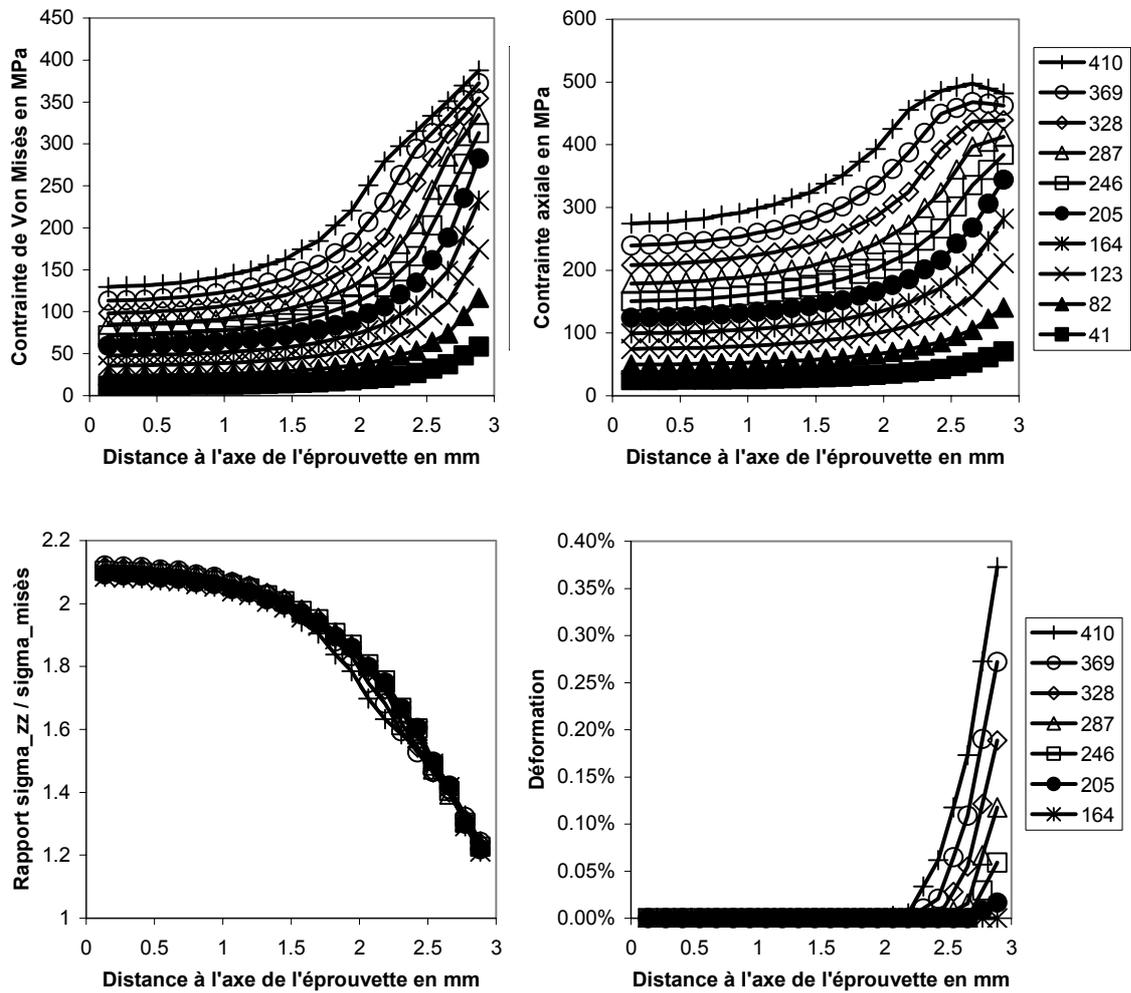


Figure 215 : Champs mécaniques dans la section minimale lors de la mise en charge de l'essai de fluage sous 410 MPa de l'éprouvette FLE 1-6 en acier 316L(N) à l'état écroui, les légendes correspondent à la contrainte nominale en MPa

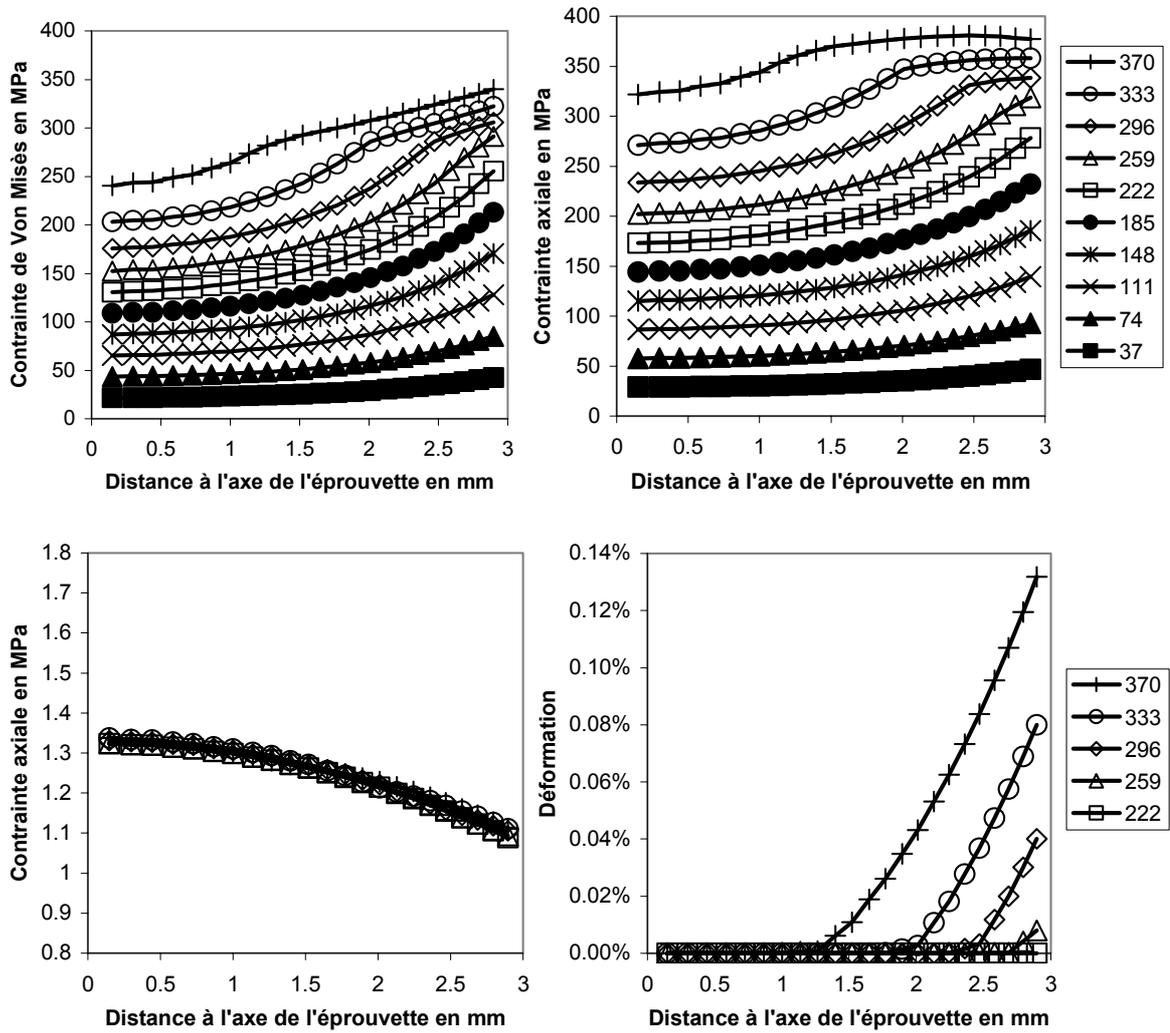


Figure 216 : Champs mécaniques dans la section minimale lors de la mise en charge de l'essai de fluage sous 370 MPa de l'éprouvette FLE 4-6 en acier 316L(N) à l'état écroui, les légendes correspondent à la contrainte nominale en MPa

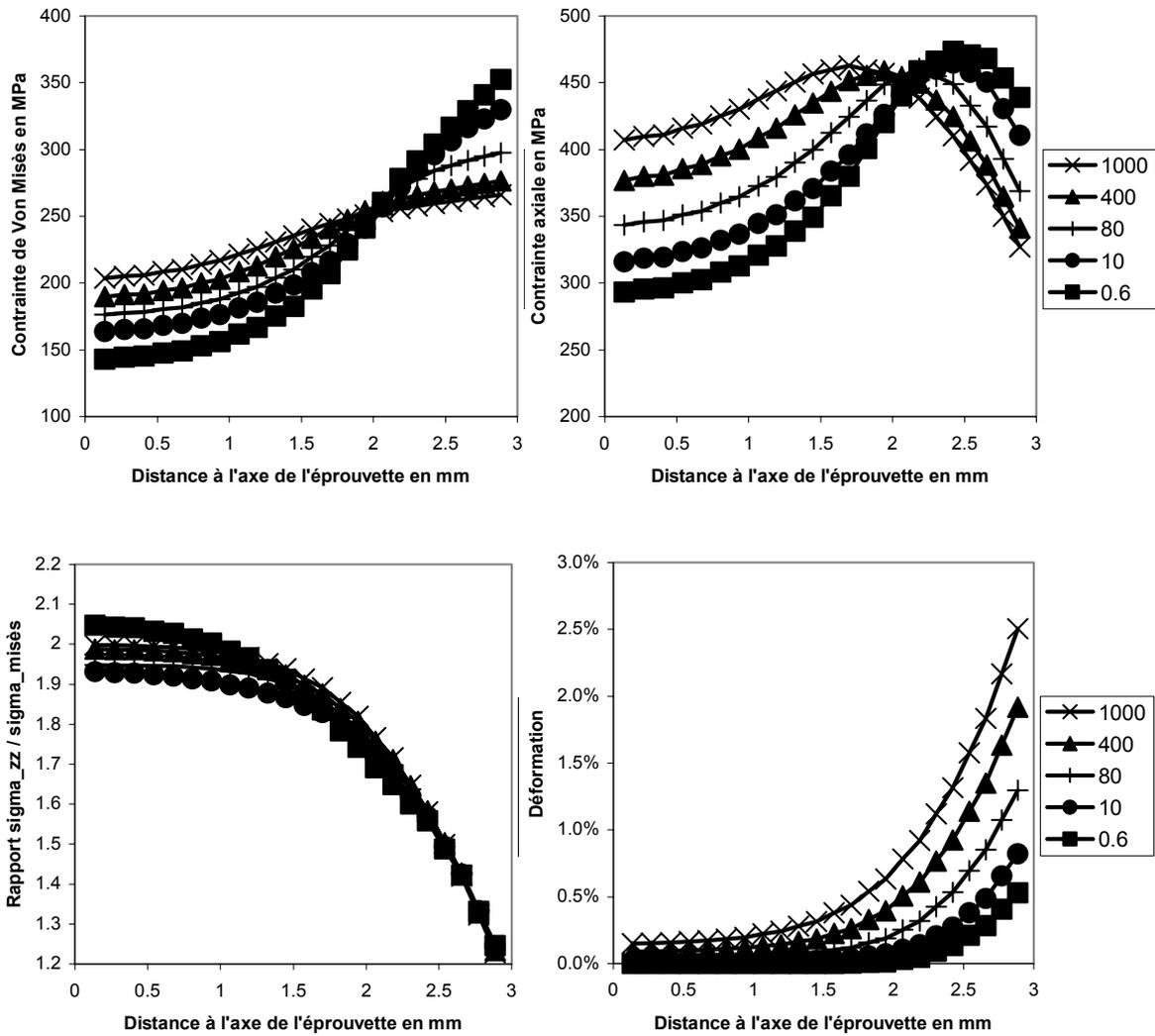


Figure 217 : Champs mécaniques dans la section minimale lors du **fluage** sous 410 MPa de l'éprouvette **FLE 1-6** en acier 316L(N) à l'état **écroui**, les légendes correspondent au temps de fluage en heures

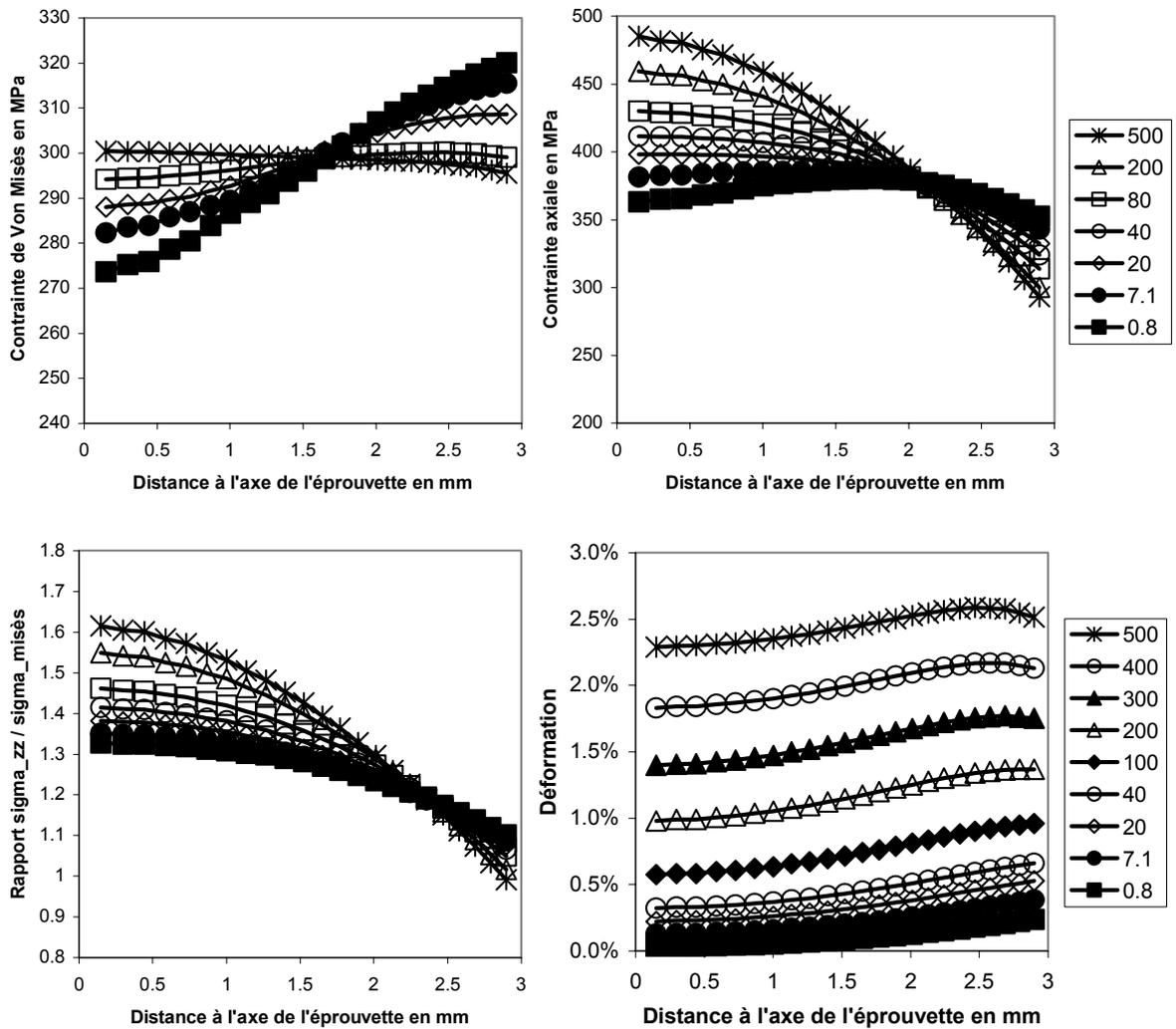


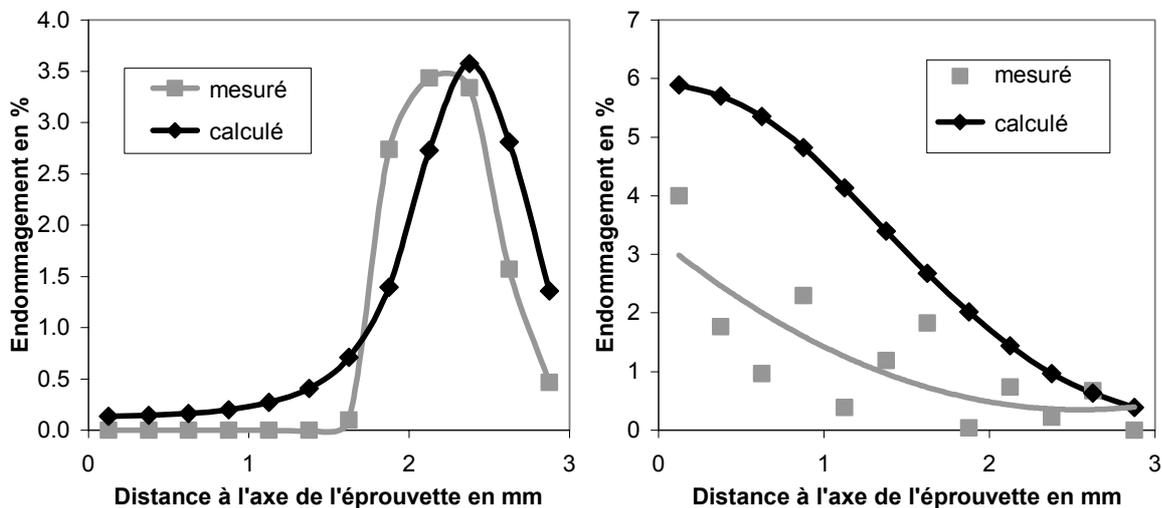
Figure 218 : Champs mécaniques dans la section minimale lors du **fluage** sous 370 MPa de l'éprouvette **FLE 4-6** en acier 316L(N) à l'état **écroui**, les légendes correspondent au temps de fluage en heures

Présentons maintenant la comparaison de l'endommagement mesuré et de l'endommagement calculé avec les coefficients identifiés ( $q = 2.5$ ,  $m = 3000$  et  $A = 0.0041$ ). La Figure 219 montre que le modèle rend bien compte de la localisation de l'endommagement dans la section minimale des éprouvettes qui diffère suivant la sévérité de l'entaille. La Figure 220 et la Figure 221 présentent sous forme de cartographie l'ensemble des mesures et des calculs d'endommagement concernant ces éprouvettes. Ces figures montrent que le modèle estime correctement la répartition de l'endommagement dans les sections longitudinales des éprouvettes. Ces figures appellent également les deux remarques suivantes :

- Aux endroits où l'endommagement calculé est supérieur à 0.7%, l'endommagement mesuré n'est pas nul
- Aux endroits où l'endommagement mesuré est nul, l'endommagement calculé est inférieur à 0.2%

Par conséquent, lorsque le modèle sera utilisé de manière prédictive, il existera une marge d'incertitude entre 0.2% et 0.7% d'endommagement. Au-delà de 0.7% d'endommagement calculé, on pourra raisonnablement penser qu'il existe un endommagement mesurable au microscope optique, tandis qu'en dessous de 0.2% d'endommagement calculé, on pourra supposer qu'il n'existe pas d'endommagement mesurable au microscope optique.

Les données concernant l'entaille B de l'éprouvette FLE 4-6 n'ont pas servi à l'identification des coefficients. L'application du modèle à cette entaille constitue donc un premier test de validation. La comparaison entre calculs et mesures est présentée sur la Figure 222. La zone où l'endommagement calculé est supérieur à 0.2% correspond bien à la zone endommagée.



a) FLE 1-6 sous 410 MPa entaille H&M

b) FLE 4-6 sous 370 MPa entaille H

Figure 219 : Endommagement mesuré et calculé au niveau de la section minimale des éprouvettes entaillées en acier 316L(N) à l'état écroui testées en fluage à 600°C

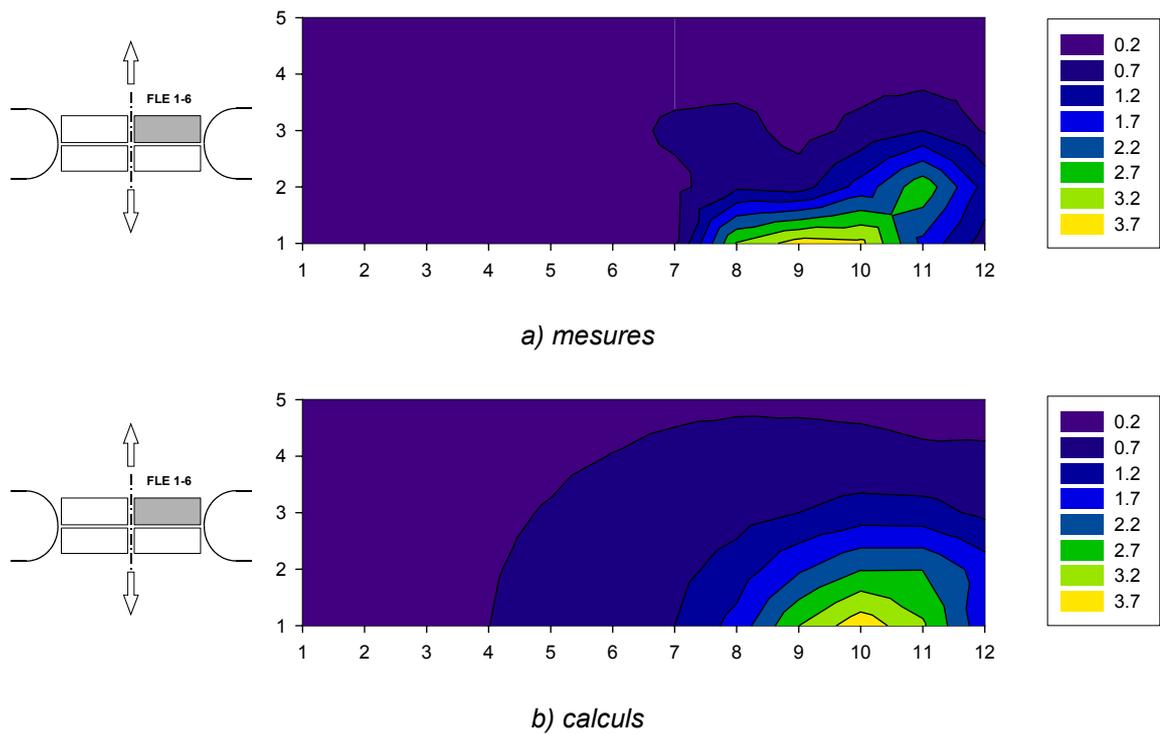


Figure 220 : Comparaison entre l'endommagement mesuré et l'endommagement calculé en % pour les **entailles H&M** de l'éprouvette **FLE1-6** en acier 316L(N) à l'état **écroui** testée à 600°C sous 410 MPa, les graduations représentent 0.25 mm, (l'entaille est située à droite et la section minimale en bas comme indiqué sur le schéma de gauche)

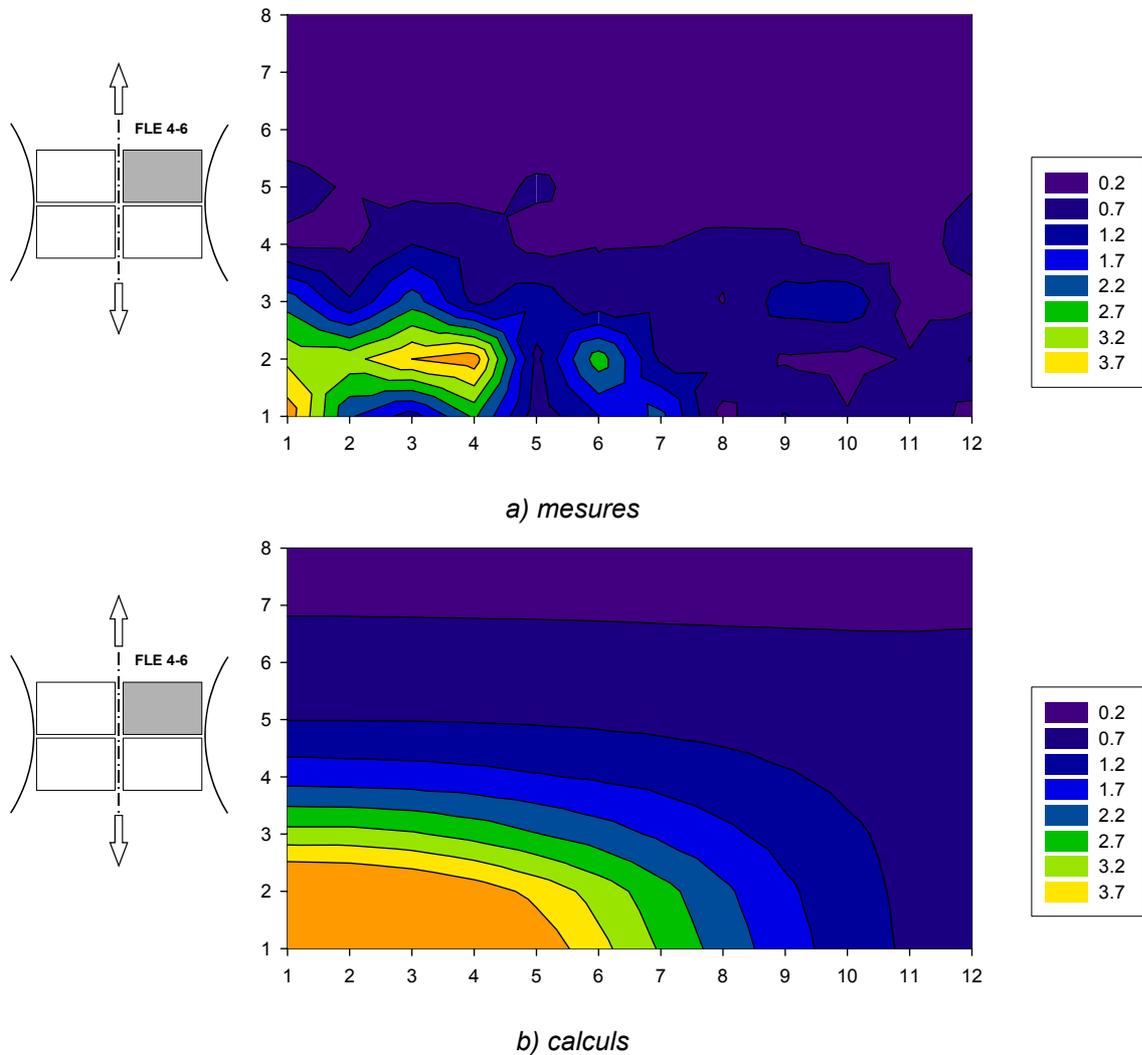


Figure 221 : Comparaison entre l'endommagement mesuré et l'endommagement calculé en % pour l'entaille H de l'éprouvette FLE4-6 en acier 316L(N) à l'état écroui testée à 600°C sous 370 MPa, les graduations représentent 0.25mm, (l'entaille est située à droite et la section minimale en bas comme indiqué sur le schéma de gauche)

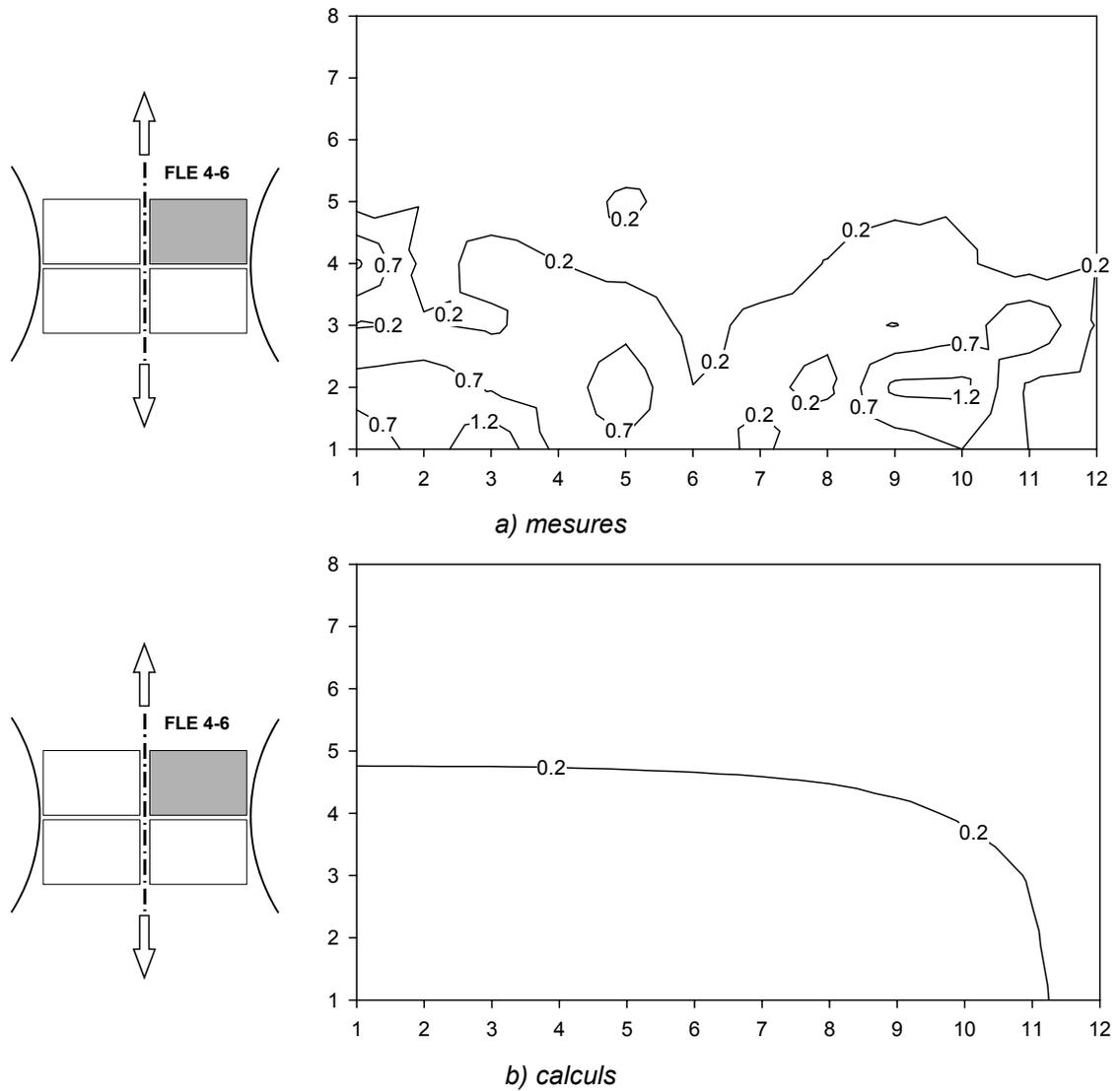


Figure 222 : Comparaison entre l'endommagement mesuré et l'endommagement calculé en % pour l'entaille B de l'éprouvette FLE4-6 en acier 316L(N) à l'état écroui testée à 600°C sous 370 MPa, les graduations représentent 0.25mm, (l'entaille est située à droite et la section minimale en bas comme indiqué sur le schéma de gauche)

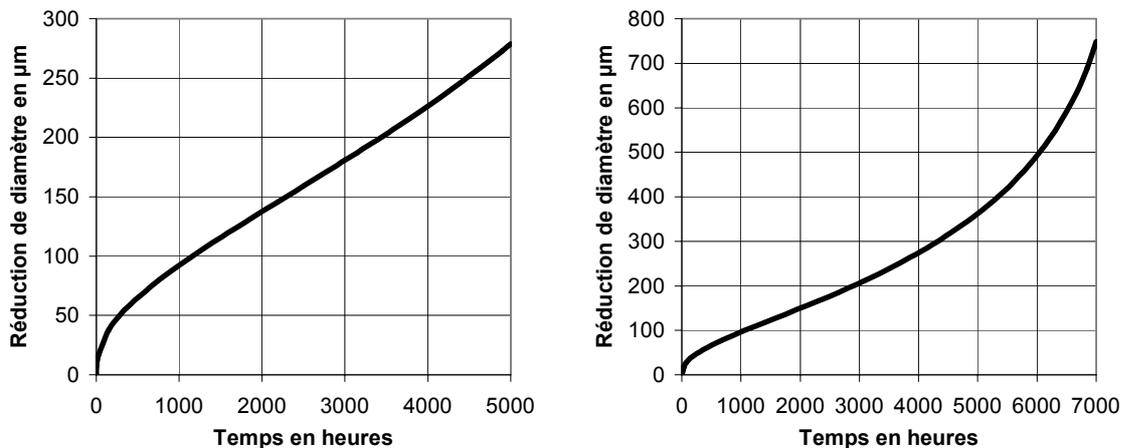
### V.2.2.3 Identification sur l'état hypereurompé

Les mesures d'endommagement et les calculs par éléments finis sur l'acier 316L(N) à l'état hypereurompé sont utilisées pour identifier les coefficients  $B$ ,  $\varepsilon_0$  et  $r$  qui traduisent l'effet d'une pré-déformation plastique sur l'endommagement. La démarche d'identification est similaire à celle utilisée au paragraphe précédent pour identifier les coefficients  $A$ ,  $q$  et  $m$ .

Les caractéristiques des éprouvettes entaillées testées en fluage à 600°C sur lesquelles ont été effectuées les mesures sont présentées dans le Tableau 28. Les réductions de diamètre à la mise en charge calculées par éléments finis sont de 103  $\mu\text{m}$  et 127  $\mu\text{m}$  pour les essais sur éprouvettes FLE 1-6 et de 149  $\mu\text{m}$  et 167  $\mu\text{m}$  pour les éprouvettes FLE 4-6. La Figure 223 présente la réduction de diamètre calculée en fonction du temps lors de deux de ces essais. Cette figure indique par exemple que la déformation des entailles de l'éprouvette n°208 (270  $\mu\text{m}$  – 127  $\mu\text{m}$  de mise en charge) correspond à 2000 heures de fluage calculé. Afin de comparer l'endommagement mesuré dans ces entailles à l'endommagement calculé, l'intégration du modèle sera donc effectuée jusqu'à 2000 heures.

Type d'éprouvette	Contrainte nominale en MPa	Durée de l'essai en h	Numéro d'éprouvette et entaille	Réduction de diamètre en %	Réduction de diamètre en $\mu\text{m}$
FLE 1-6	320	3094	206 H	$6.20 \pm 0.15$	$370 \pm 10$
			206 M	$4.80 \pm 0.15$	$290 \pm 10$
			206 B	$4.80 \pm 0.15$	$290 \pm 10$
FLE 1-6	340	1188	208 M	$4.50 \pm 0.15$	$270 \pm 20$
			208 B	$4.50 \pm 0.15$	$270 \pm 20$
FLE 4-6	270	3076	203 B	$7.60 \pm 0.15$	$455 \pm 20$
FLE 4-6	285	1318	202 H	$11.10 \pm 0.15$	$666 \pm 20$
			202 B	$7.30 \pm 0.15$	$436 \pm 20$

Tableau 28 : Réduction de diamètre après fluage interrompu de quatre éprouvettes entaillées en acier 316L(N) à l'état hypereurompé, température d'essai 600°C



a) FLE 1-6 sous 340 MPa

b) FLE 4-6 sous 270 MPa

Figure 223 : Réduction de diamètre calculée par éléments finis lors du fluage à 600°C de deux éprouvettes entaillées en acier 316L(N) à l'état hypereurompé

Les champs mécaniques dans la section minimale de l'éprouvette FLE1-6 testée sous 340 MPa sont présentés sur la Figure 224 en ce qui concerne la mise en charge de l'essai et sur la Figure 225 en ce qui concerne le fluage proprement dit. Contrairement au cas des éprouvettes à l'état écroui (cf. § V.2.2.2), la plasticité à la mise en charge englobe la totalité de la section minimale même si la déformation est bien plus importante au voisinage de l'entaille qu'au cœur de l'éprouvette.

La Figure 226 et la Figure 227 représentent les champs mécaniques dans la section minimale de l'éprouvette FLE 4-6 à l'état hyperefflué. Comme dans le cas de l'éprouvette FLE 1-6, la plasticité à la mise en charge englobe toute la section minimale mais la déformation est plus uniforme que dans le cas de l'éprouvette FLE 1-6. Comme dans le cas de l'état écroui, la redistribution des contraintes lors du fluage est plus rapide dans l'éprouvette la moins sévèrement entaillée.

Les résultats des calculs par éléments finis obtenus sur l'acier 316L(N) à l'état hyperefflué sont en accord avec ceux présentés par Yoshida et al. (1990).

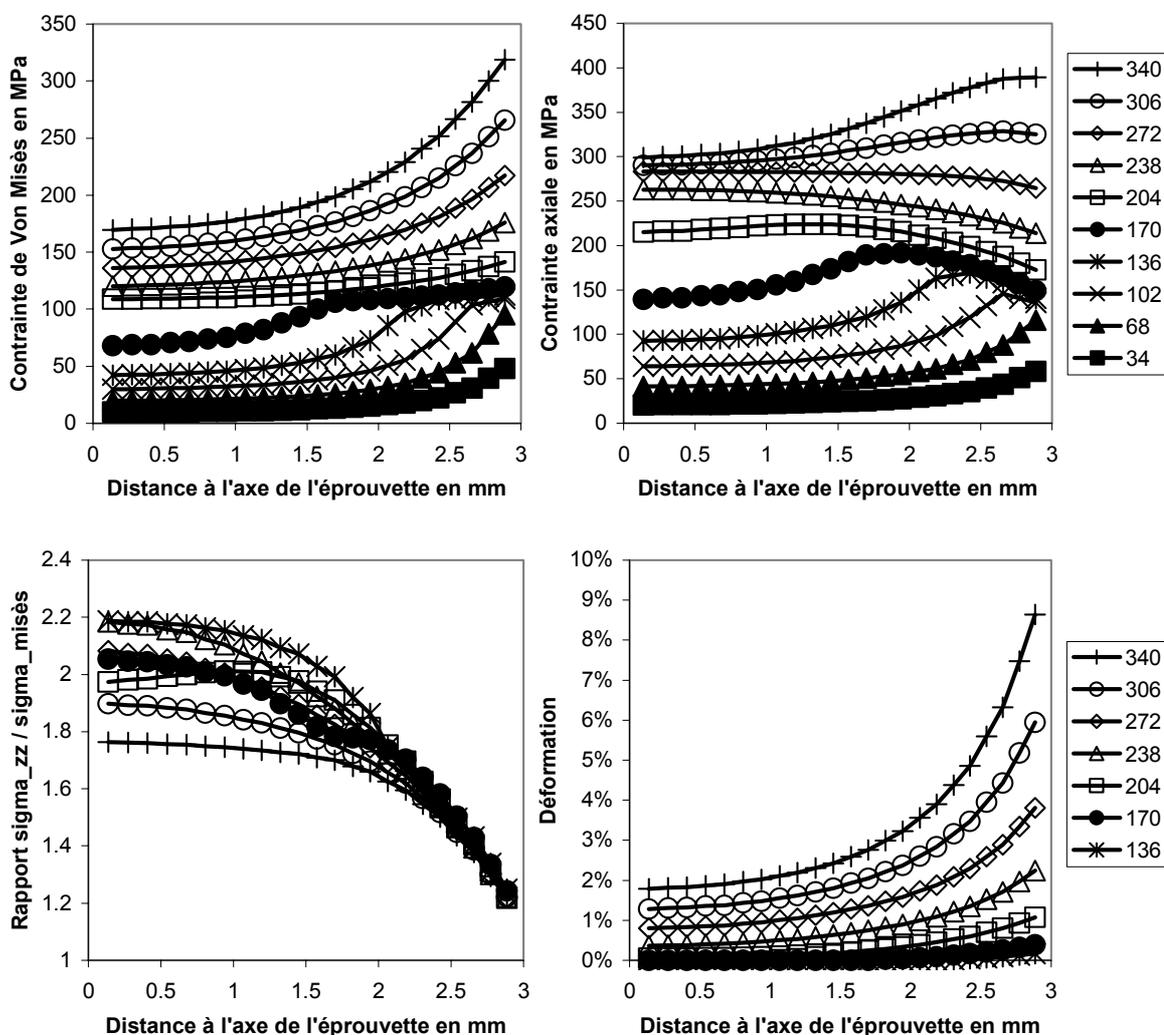


Figure 224 : Champs mécaniques dans la section minimale de l'éprouvette **FLE 1-6** en acier 316L(N) à l'état **hyperefflué** lors de la **mise en charge** de l'essai de fluage sous 340 MPa, les légendes correspondent à la contrainte nominale en MPa

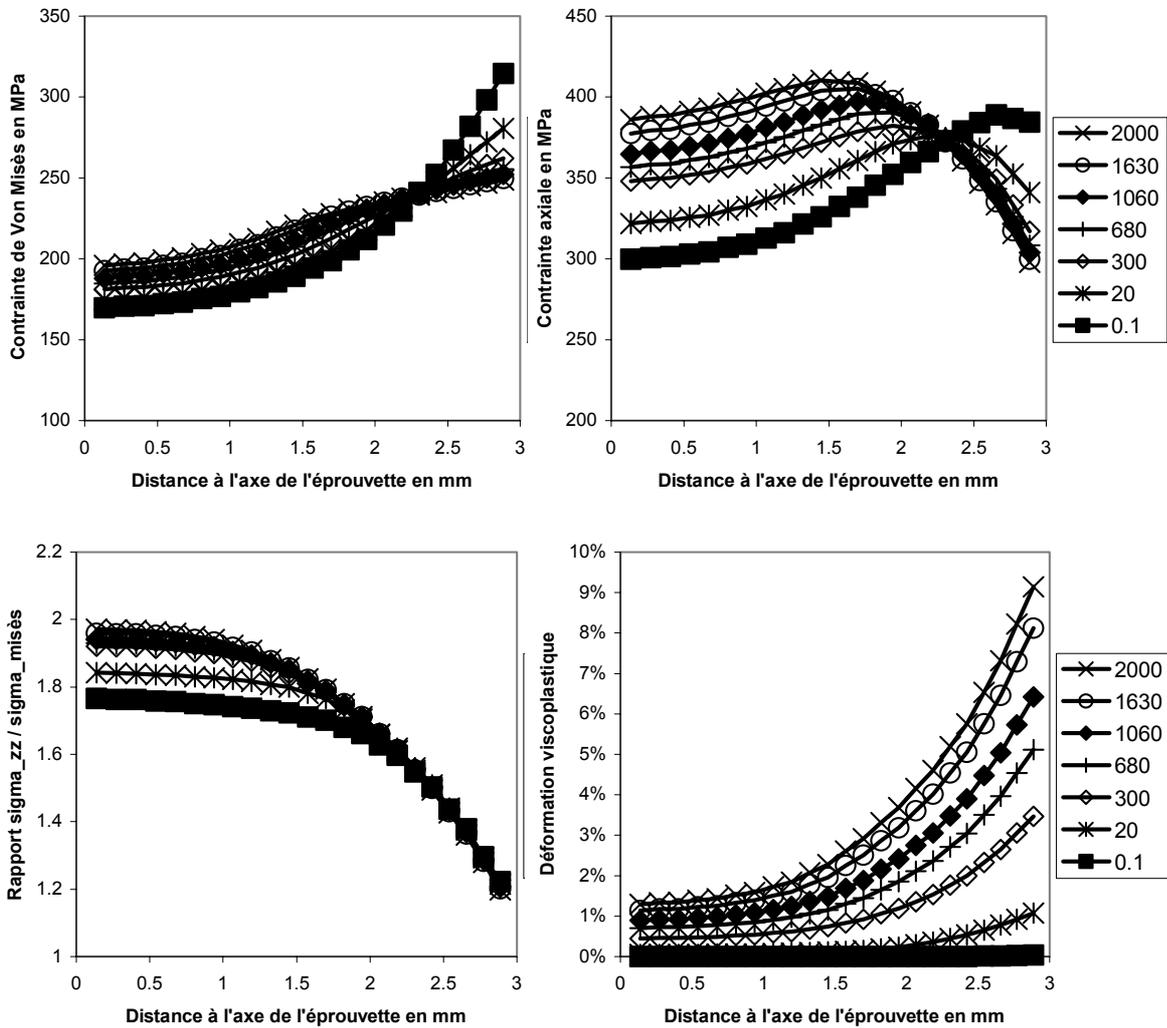


Figure 225 : Champs mécaniques dans la section minimale de l'éprouvette **FLE 1-6** en acier 316L(N) à l'état **hypertrempé** lors du **fluage** sous 340 MPa, les légendes correspondent à la durée de fluage en heures

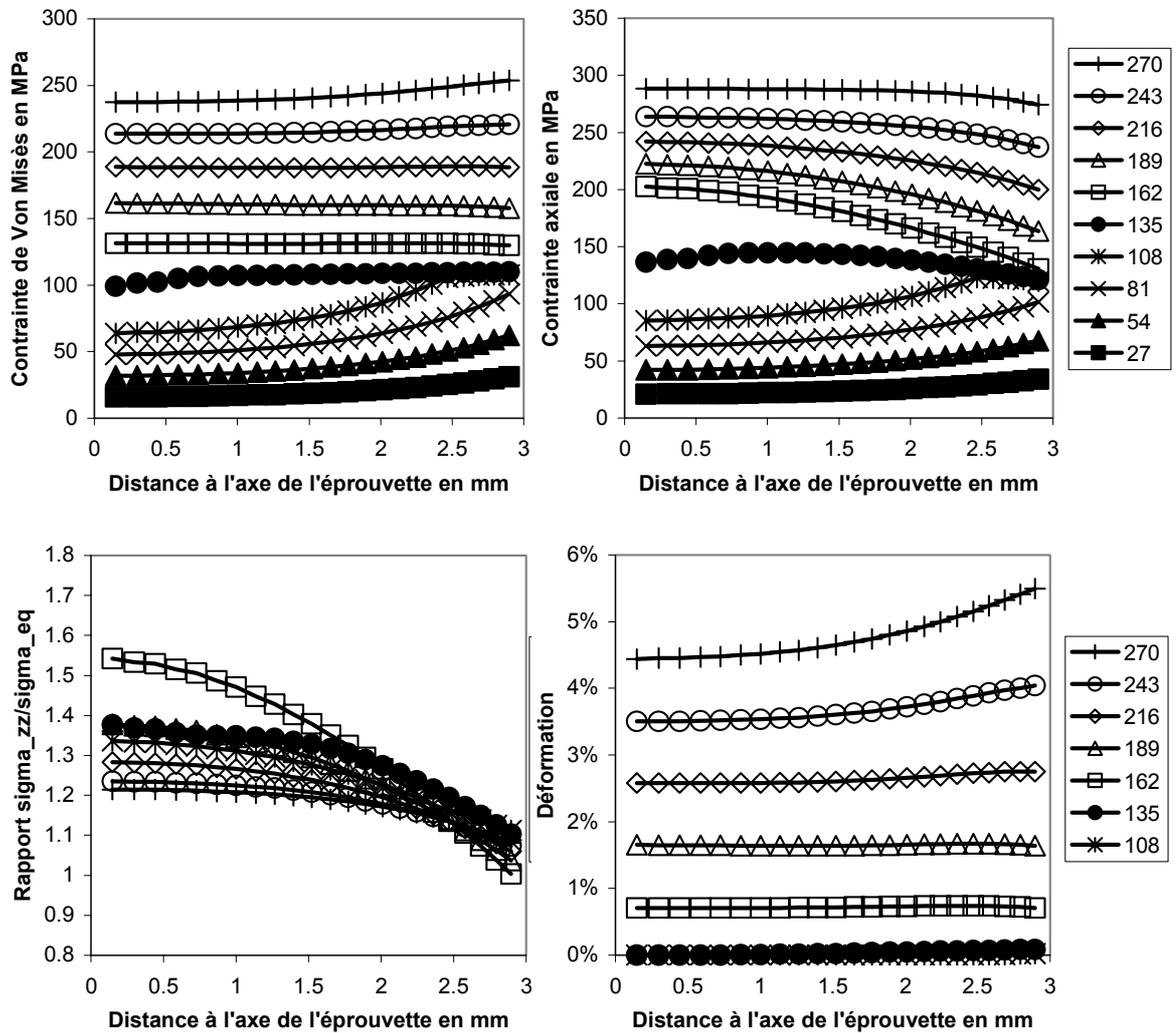


Figure 226 : Champs mécaniques dans la section minimale de l'éprouvette **FLE 4-6** en acier 316L(N) à l'état **hypertrempé** lors de la **mise en charge** de l'essai de fluage sous 270 MPa, les légendes correspondent à la contrainte nominale en MPa

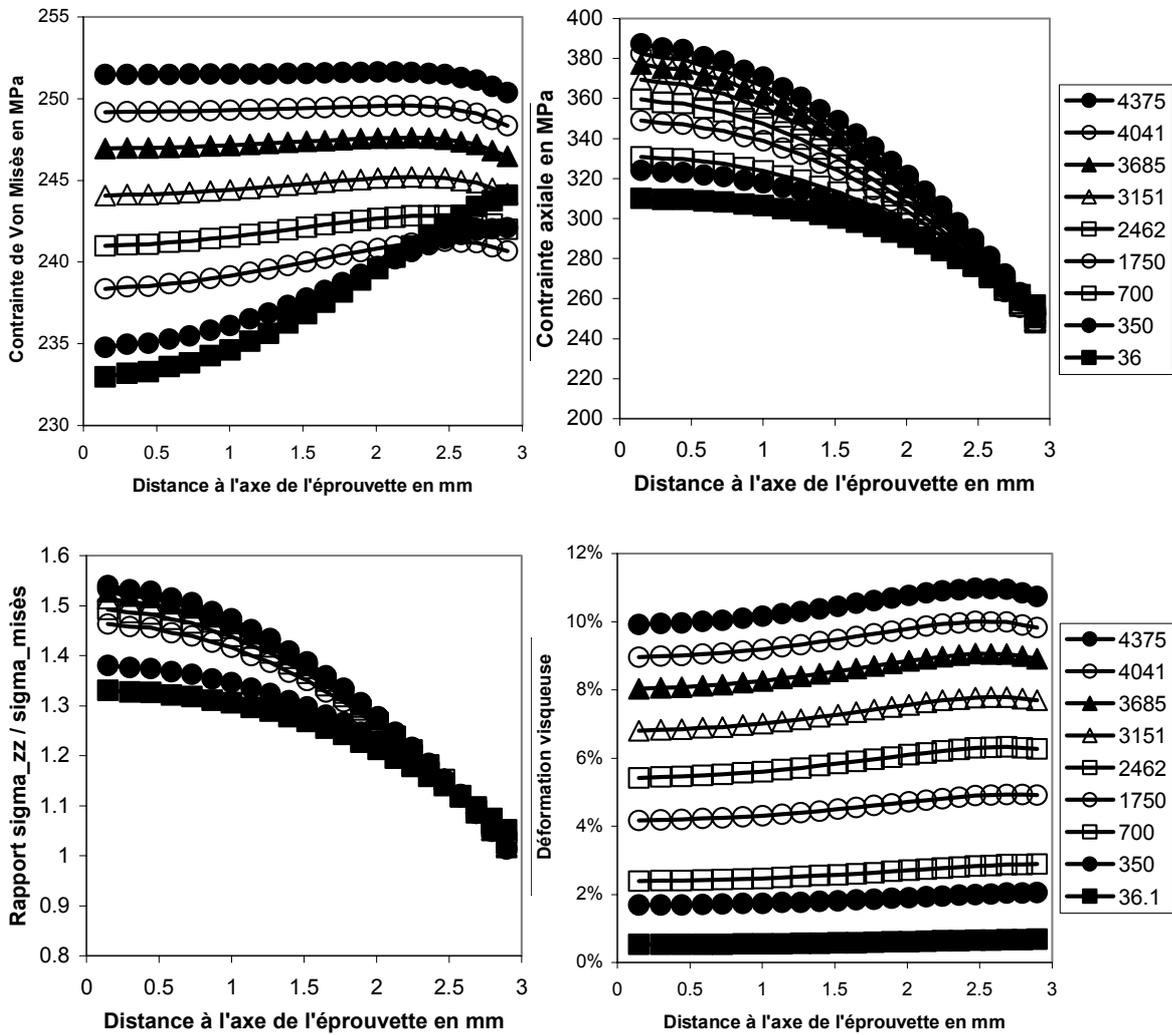


Figure 227 : Champs mécaniques dans la section minimale de l'éprouvette FLE 4-6 en acier 316L(N) à l'état **hypertrempé** lors du **fluage** sous 270 MPa, les légendes correspondent à la durée de fluage en heures

Les coefficients identifiés à partir des deux essais décrits précédemment sont les suivants :

$$B = 0.94, \varepsilon_0 = 0.102 \text{ et } r = 2.9$$

Le modèle ainsi identifié permet de décrire correctement la répartition et le niveau d'endommagement mesuré non seulement dans les entailles qui ont servi à l'identification (Figure 228 et Figure 229) mais aussi dans les autres entailles (Figure 230 et Figure 231 pour les FLE1-6 et Figure 232 et Figure 233 pour les FLE 4-6).

De plus, l'ensemble des comparaisons entre calculs et mesures d'endommagement est cohérent avec les remarques suivantes déjà évoquées dans le cas de l'état écroui :

- Aux endroits où l'endommagement calculé est supérieur à 0.7%, l'endommagement mesuré n'est pas nul
- Aux endroits où l'endommagement mesuré est nul, l'endommagement calculé est inférieur à 0.2%

Par ailleurs, pour l'état écroui par laminage,  $\varepsilon_{eq\_p} = 17.9\%$ , le terme du modèle d'endommagement concernant l'effet d'écroissage vaut donc :

$$1 - B \exp\left(-\frac{\varepsilon_{eq\_p}}{\varepsilon_0}\right)^r = 0.9996$$

Les coefficients identifiés à partir des essais de fluage réalisés sur l'état hypertrempé vérifient donc bien l'hypothèse initiale selon laquelle l'état écroui par laminage a déjà atteint la saturation de l'effet d'écroissage telle qu'elle est modélisée.

En conclusion, il apparaît que le modèle d'endommagement intergranulaire dont les sept coefficients ont été identifiés par approche locale est bien adapté au cas de l'acier 316L(N) quel que soit le niveau d'écroissage.

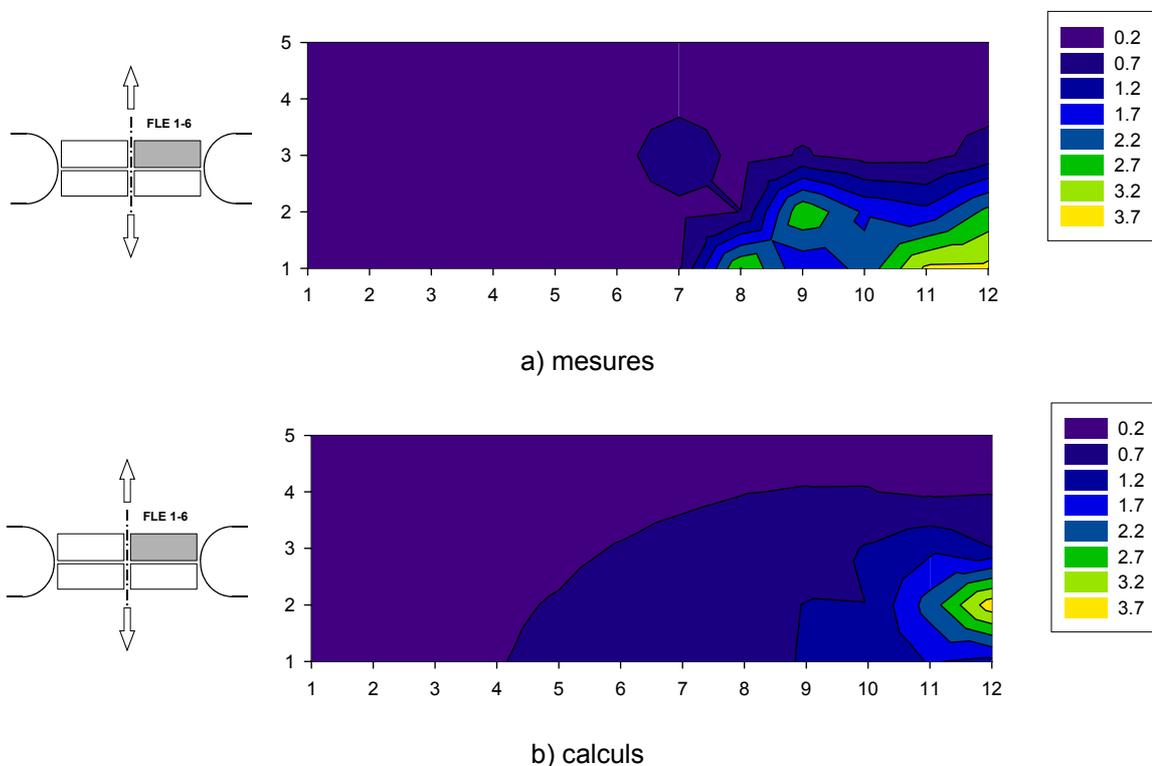


Figure 228 : Comparaison entre l'endommagement mesuré et l'endommagement calculé en % pour les entailles B&M de l'éprouvette FLE1-6 en acier 316L(N) à l'état hypertrempé testée à 600°C sous 320 MPa, les graduations représentent 0.25 mm, (l'entaille est située à droite et la section minimale en bas comme indiqué sur le schéma de gauche)

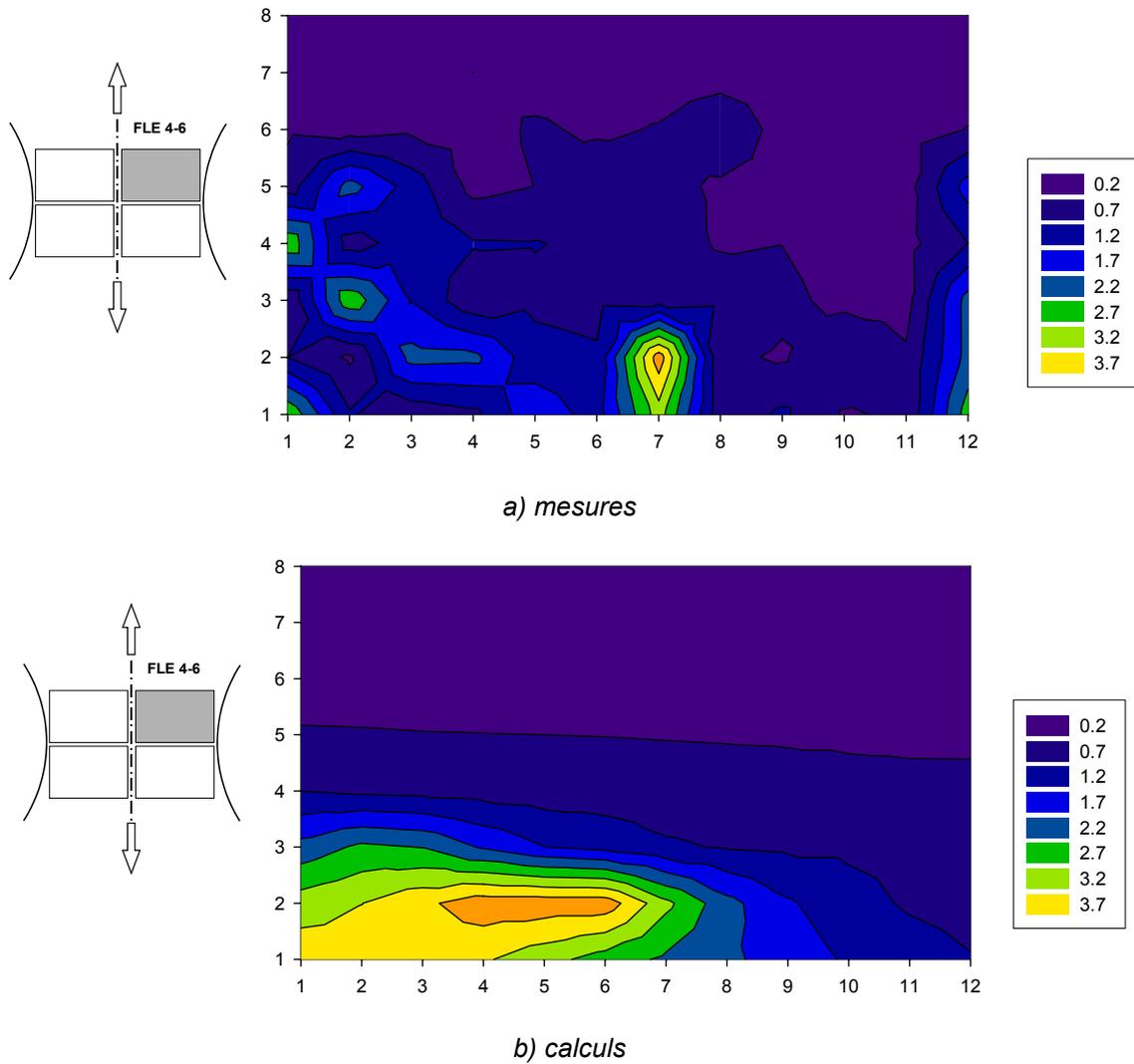


Figure 229 : Comparaison entre l'endommagement mesuré et l'endommagement calculé en % pour l'entaille B de l'éprouvette FLE4-6 en acier 316L(N) à l'état hypertrempé testée à 600°C sous 270 MPa, les graduations représentent 0.25 mm, (l'entaille est située à droite et la section minimale en bas comme indiqué sur le schéma de gauche)

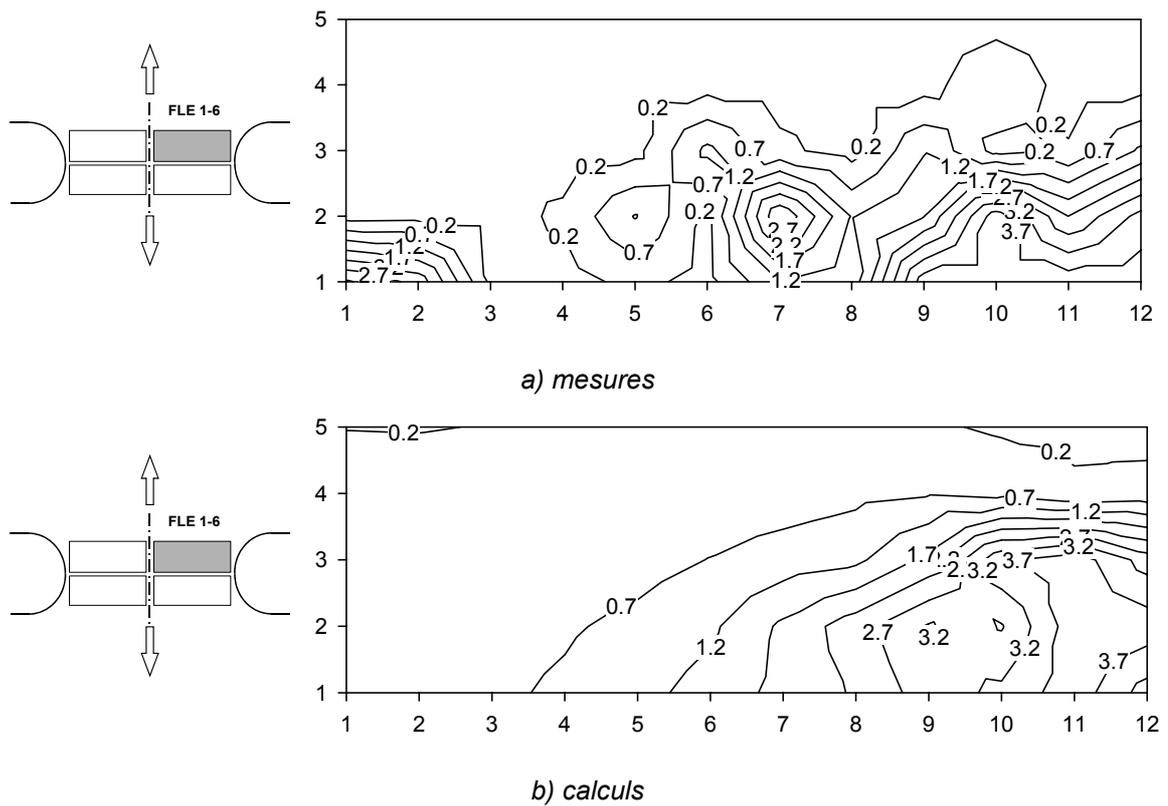


Figure 230 : Comparaison entre l'endommagement mesuré et l'endommagement calculé en % pour l'entaille H de l'éprouvette FLE1-6 en acier 316L(N) à l'état **hypertrempé** testée à 600°C sous 320 MPa, les graduations représentent 0.25 mm, (l'entaille est située à droite et la section minimale en bas comme indiqué sur le schéma de gauche)

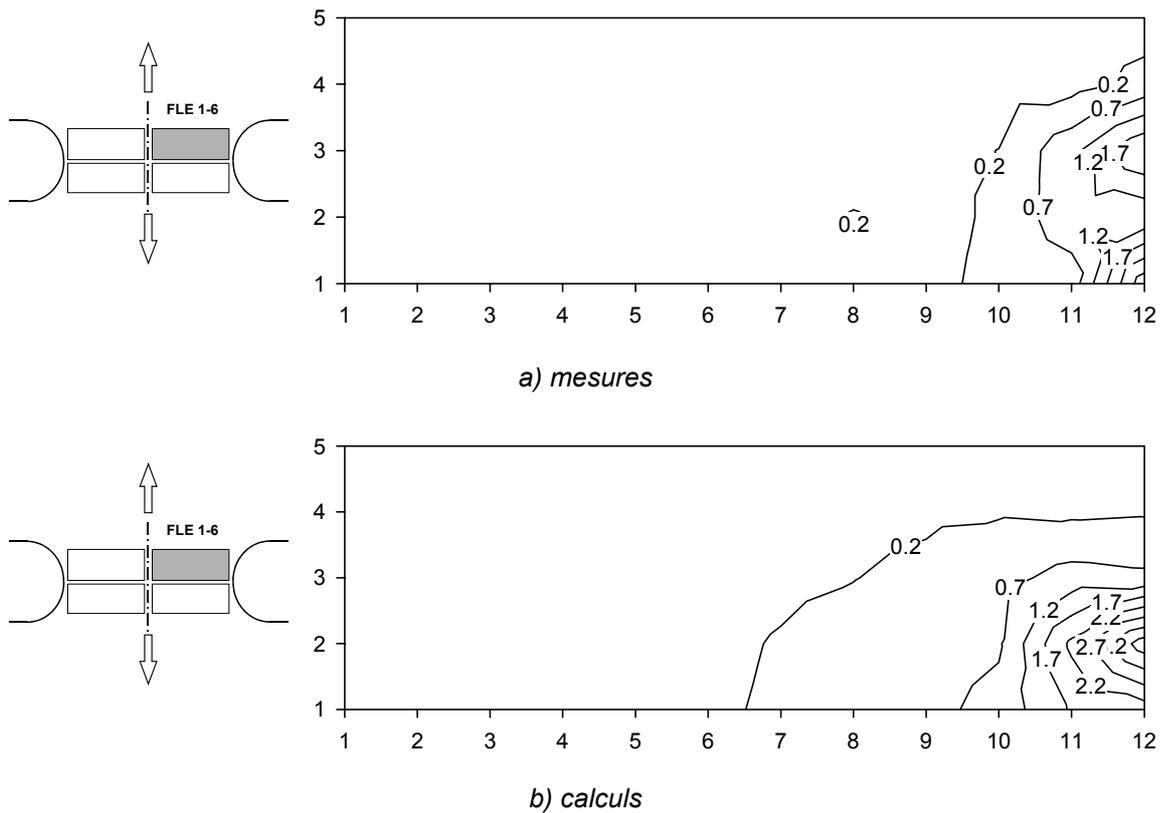


Figure 231 : Comparaison entre l'endommagement mesuré et l'endommagement calculé en % pour les entailles B&M de l'éprouvette FLE1-6 en acier 316L(N) à l'état hypertrempé testée à 600°C sous 340 MPa, les graduations représentent 0.25 mm, (l'entaille est située à droite et la section minimale en bas comme indiqué sur le schéma de gauche)

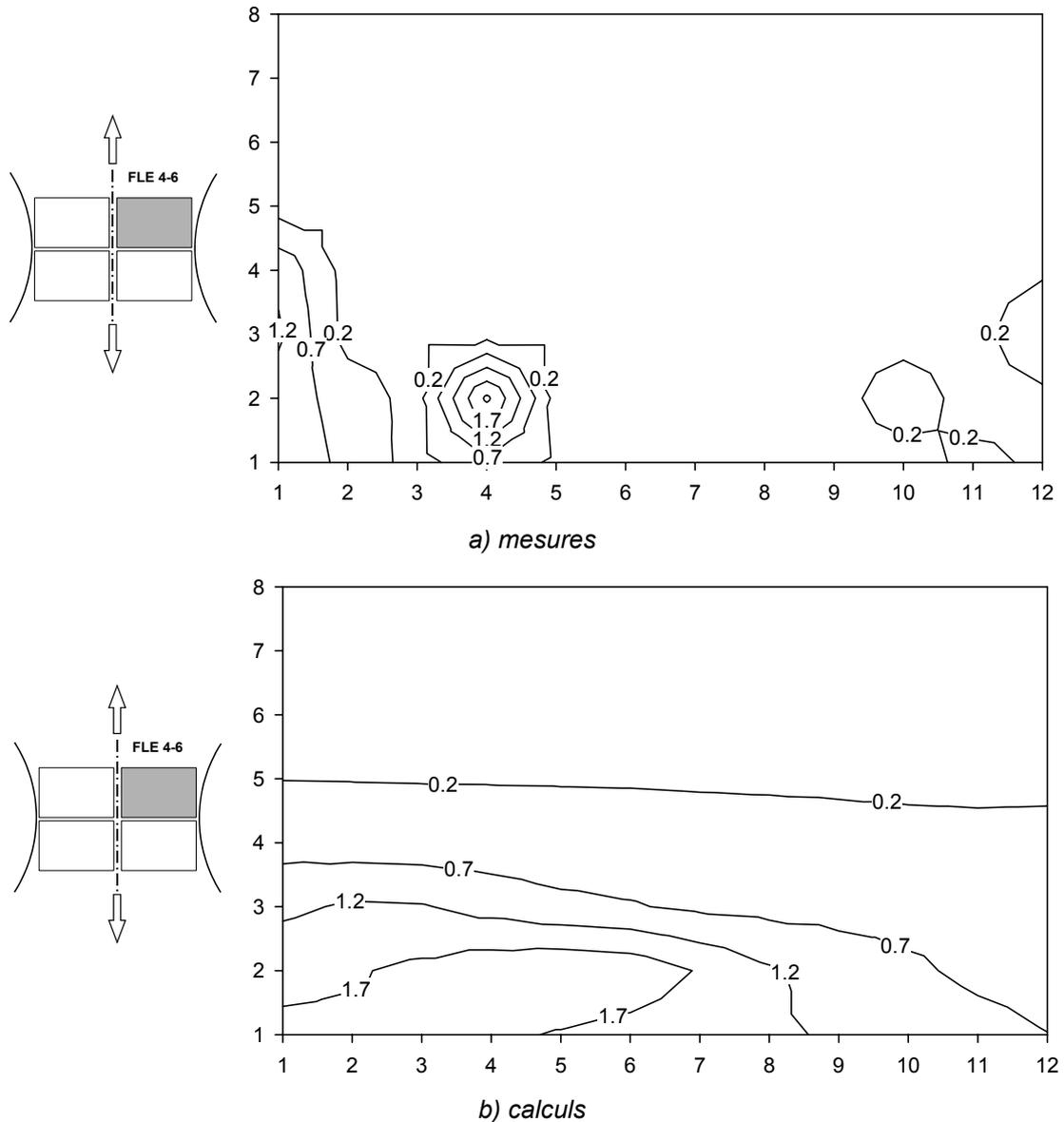


Figure 232 : Comparaison entre l'endommagement mesuré et l'endommagement calculé en % pour l'entaille B de l'éprouvette FLE4-6 en acier 316L(N) à l'état hypertrempé testée à 600°C sous 285 MPa, les graduations représentent 0.25 mm, (l'entaille est située à droite et la section minimale en bas comme indiqué sur le schéma de gauche)

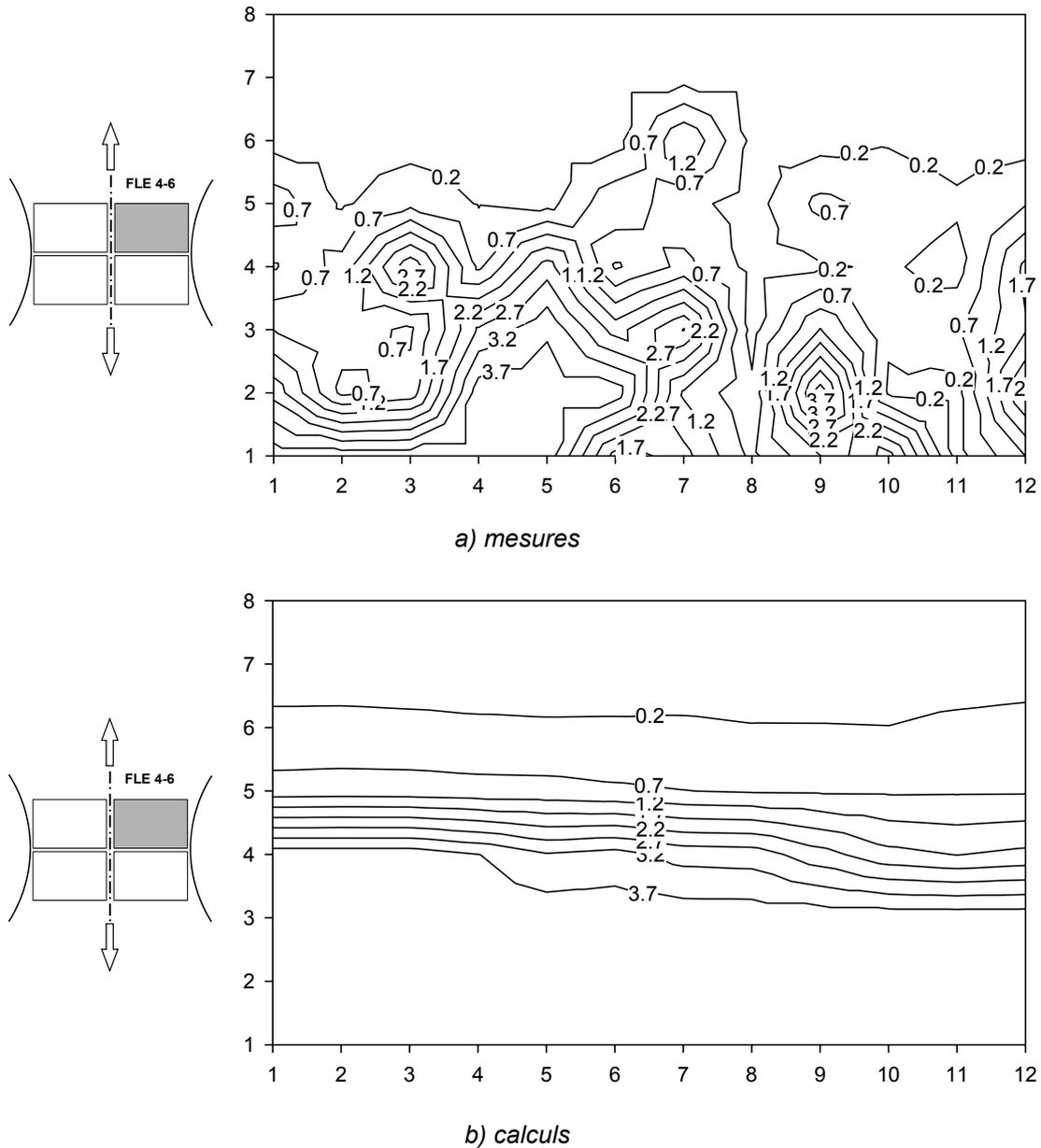


Figure 233 : Comparaison entre l'endommagement mesuré et l'endommagement calculé en % pour l'entaille H de l'éprouvette FLE4-6 en acier 316L(N) à l'état hypertrempé testée à 600°C sous 285 MPa, les graduations représentent 0.25 mm, (l'entaille est située à droite et la section minimale en bas comme indiqué sur le schéma de gauche)

### V.2.3 Résumé du paragraphe V.2

#### Modélisation de l'endommagement intergranulaire

- Un nouveau modèle d'endommagement intergranulaire de l'acier 316L(N) à 600°C a été proposé. Sa formulation est la suivante :

$$\begin{cases} dD = A \left[ 1 - B \left( \exp - \left( \frac{\varepsilon_{eq-p}}{\varepsilon_0} \right)^r \right) \right] (1 + m.D) \exp \left( q \left( \frac{\sigma_I}{\sigma_{eq}} \right) \right) d\varepsilon_{eq} & \text{si } \dot{\varepsilon}_{eq} \leq \dot{\varepsilon}_C \\ dD = 0 & \text{si } \dot{\varepsilon}_{eq} > \dot{\varepsilon}_C \end{cases}$$

- avec  $D$  la variable d'endommagement qui représente une porosité volumique équivalente à un ensemble de microfissures intergranulaires,  $\sigma_I$  et  $\sigma_{eq}$  la contrainte principale maximale et la contrainte équivalente au sens de Von Mises respectivement,  $\varepsilon_{eq}$  la déformation inélastique et  $\varepsilon_{eq-p}$  la pré-déformation plastique (correspondant au pré-écrouissage ou à la mise en charge)
- Les sept coefficients  $A$ ,  $B$ ,  $\varepsilon_0$ ,  $r$ ,  $m$ ,  $q$  et  $\dot{\varepsilon}_C$  ont été identifiés à l'aide de mesures d'endommagement réalisées à partir d'observations en microscopie optique de coupes d'éprouvettes entaillées en acier 316L(N) à l'état écroui et à l'état hypertrempé testées en fluage interrompu à 600°C :

$$A = 0.0041, B = 0.94, \varepsilon_0 = 0.102, r = 2.9, m = 3000, q = 2.5 \text{ et } \dot{\varepsilon}_C = 3.10 \cdot 10^{-8} \text{ s}^{-1}$$

- Ce modèle rend bien compte de la localisation et du niveau d'endommagement mesuré aussi bien en ce qui concerne l'état hypertrempé que l'état écroui par laminage. Il rend donc bien compte de l'effet fragilisant de l'écrouissage observé lors des essais ainsi que de l'augmentation de la cinétique d'endommagement lorsque la triaxialité augmente
- Il s'agit d'un modèle purement intergranulaire, il ne prévoit donc pas la rupture dans le cas où la vitesse de déformation est supérieure à  $\dot{\varepsilon}_C$
- L'observation expérimentale du début de la coalescence des micro-fissures correspond à un endommagement d'environ 4%. Au-delà de ce niveau l'hypothèse d'endommagement diffus n'est donc plus valide. Par ailleurs, la limite de détection de l'endommagement intergranulaire en microscopie optique correspond à un endommagement calculé compris entre 0.2% et 0.7%

### V.3 Application du modèle d'endommagement

Maintenant que le modèle d'endommagement a été identifié, il s'agit d'examiner dans quelle mesure il correspond aux essais réalisés. Avant d'appliquer le modèle aux essais de propagation de fissure intergranulaire en relaxation sur éprouvettes CT, comparons les prédictions du modèle aux essais réalisés sur éprouvettes lisses et regardons comment le modèle peut s'intégrer analytiquement dans certains cas.

#### V.3.1 Essais sur éprouvettes lisses et calculs analytiques sur élément de volume

##### V.3.1.1 Acier 316L(N) à l'état écroui

Dans le cas de l'acier à l'état écroui, le terme correspondant à l'effet de pré-déformation est à saturation. Le modèle se réduit donc à la formule suivante :

$$\begin{cases} dD = A (1+m.D) \exp\left(q \left(\frac{\sigma_I}{\sigma_{eq}}\right)\right) d\varepsilon_{eq} & \text{si } \dot{\varepsilon}_{eq} \leq \dot{\varepsilon}_C \\ dD = 0 & \text{si } \dot{\varepsilon}_{eq} > \dot{\varepsilon}_C \end{cases}$$

Si on suppose de plus que l'état de contrainte est uniaxial, alors le rapport  $\sigma_I/\sigma_{eq}$  vaut 1 et le modèle d'endommagement s'écrit simplement :

$$\begin{cases} dD = A (1+m.D) \exp(q) d\varepsilon_{eq} & \text{si } \dot{\varepsilon}_{eq} \leq \dot{\varepsilon}_C \\ dD = 0 & \text{si } \dot{\varepsilon}_{eq} > \dot{\varepsilon}_C \end{cases}$$

Si la vitesse de déformation est toujours inférieure au seuil de  $3 \cdot 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ , le modèle s'intègre facilement et s'écrit alors :

$$D = [\exp(m A \varepsilon_{eq} \exp(q)) - 1] / m$$

On peut donc calculer la déformation pour laquelle l'endommagement correspond à la limite de détection de l'endommagement au microscope optique :

$$\varepsilon_{eq\_initiation} = \ln(1 + m D_{initiation}) / [m A \exp(q)]$$

On obtient ainsi une déformation de 1.3% pour un seuil d'endommagement de 0.2%. Cette valeur n'est pas très éloignée de la déformation de fin de stade secondaire de fluage mesurée sur les éprouvettes lisses qui est comprise entre 0.3% et 0.8%. Le modèle identifié dans un domaine où le taux de triaxialité des contraintes est relativement élevé permet donc de rendre compte de la cinétique d'endommagement sur éprouvettes lisses en acier 316L(N) à l'état écroui.

Par un raisonnement analogue, on obtient 3.2% pour la déformation correspondant au seuil d'endommagement de 4%. Rappelons que le modèle d'endommagement proposé n'est pas un modèle de rupture. Le seuil d'endommagement de 4% que nous avons identifié correspond au début de la coalescence des micro-fissures et non à la rupture de l'éprouvette. Cette coalescence entraîne l'accroissement progressif de la vitesse de déformation qui cause la transition de mécanisme de rupture. L'allongement à rupture des éprouvettes testées en fluage (de l'ordre de 9%) est donc naturellement supérieur à la déformation calculée.

Les calculs précédents sont également valables en relaxation (à partir du moment où la vitesse de déformation est inférieure au seuil). Or la déformation de relaxation est de l'ordre de 0.2% ( $\Delta\sigma/E$  avec  $\Delta\sigma = 300 \text{ MPa}$  et  $E = 150 \text{ GPa}$ ). Le modèle prévoit donc qu'il n'y a pas d'endommagement intergranulaire en relaxation sur éprouvette lisse y compris pour l'acier « fragilisé » par écrouissage.

Examinons maintenant l'effet du taux de triaxialité des contraintes. On suppose que le rapport  $\sigma_I/\sigma_{eq}$  est constant en cours d'essai avec  $\sigma_I$  et  $\sigma_{eq}$  les contraintes principales maximale et équivalente respectivement. Les calculs précédents peuvent alors être reproduits simplement en remplaçant  $q$  par  $q \times \sigma_I/\sigma_{eq}$ . On peut ainsi tracer la courbe présentée sur la Figure 234. Cette figure montre l'importance de l'effet de la triaxialité des contraintes sur la déformation correspondant à un niveau d'endommagement calculé donné. En supposant que la relaxation des contraintes correspond à une déformation de 0.2%, cette figure indique que le risque de fissuration pour l'acier 316L(N) à l'état écroui est très faible pour des rapports  $\sigma_I/\sigma_{eq}$  inférieurs à 1.75 et en revanche très important pour des rapports  $\sigma_I/\sigma_{eq}$  supérieurs à 2.1. Le modèle proposé ici, comme les modèles issus de la littérature (cf. § IV.1.3), montrent donc que le taux de triaxialité des contraintes résiduelles est un paramètre essentiel à l'évaluation du risque de fissuration en relaxation.

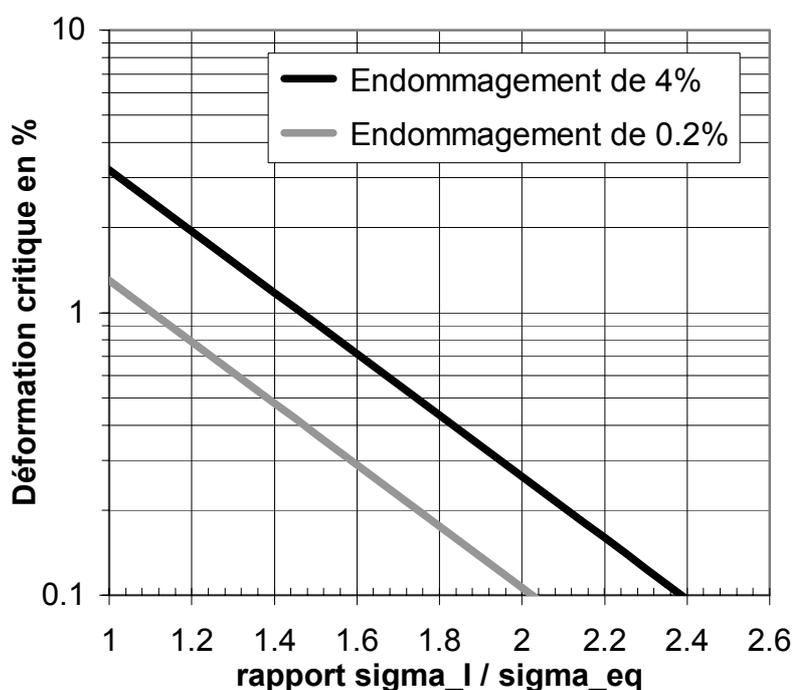


Figure 234 : Déformation viscoplastique pour des endommagements calculés de 0.2% et de 4%, en fonction du rapport entre la plus grande contrainte principale et la contrainte équivalente de Von Misès, cas de l'acier 316L(N) à l'état écroui par laminage ( $\varepsilon_{eq_p} = 17.9\%$ )

### V.3.1.2 Acier 316L(N) à l'état hypertrempé

Lorsque l'on suppose le rapport  $\sigma_I/\sigma_{eq}$  constant, le modèle d'endommagement proposé s'intègre également facilement quelle que soit la pré-déformation plastique, pourvu que la vitesse de déformation de fluage ou de relaxation soit toujours en-dessous du seuil de  $3.10^{-8} \text{ s}^{-1}$ . Il suffit de remplacer dans les équations précédentes le paramètre A par la fonction suivante :

$$f(\varepsilon_{eq\_p}) = A \left[ 1 - B \left( \exp - \left( \frac{\varepsilon_{eq\_p}}{\varepsilon_0} \right)^r \right) \right]$$

Cette fonction, appelée fonction de transition, est tracée sur la Figure 235.

La déformation correspondant à une valeur d'endommagement donnée peut donc être calculée ainsi :

$$\varepsilon_{eq} = \ln(1 + m D) / [m f(\varepsilon_{eq\_p}) \exp(q \times \sigma_I/\sigma_{eq})]$$

Dans le cas uniaxial, on obtient alors la courbe présentée sur la Figure 236. Naturellement, la déformation critique diminue lorsque la pré-déformation augmente. On constate également que la déformation d'initiation de l'endommagement ( $D = 0.2\%$ ) prévue par le modèle est voisine de la déformation de fin de stade secondaire de fluage des éprouvettes lisses en acier 316L(N) à l'état hypertrempé dont la vitesse de déformation stationnaire est inférieure à  $3.10^{-8} \text{ s}^{-1}$ . Le modèle identifié à partir des essais de fluage sur éprouvette entaillées rend donc bien compte des essais réalisés sur éprouvettes lisses.

Le cas des rapports  $\sigma_I/\sigma_{eq}$  constants mais différents de l'unité est illustré sur la Figure 237. Si on considère que la déformation de relaxation est de 0.2%, cette figure indique que le risque de fissuration en relaxation d'un acier écroui de 6% est faible tant que le rapport  $\sigma_I/\sigma_{eq}$  ne dépasse pas 2.3. Pour ce même niveau de triaxialité, le risque de fissuration en relaxation de l'acier écroui de 17.5% est revanche très élevé. Le niveau d'écrouissage des zones affectées par le soudage est donc déterminant pour le risque de fissuration en relaxation.

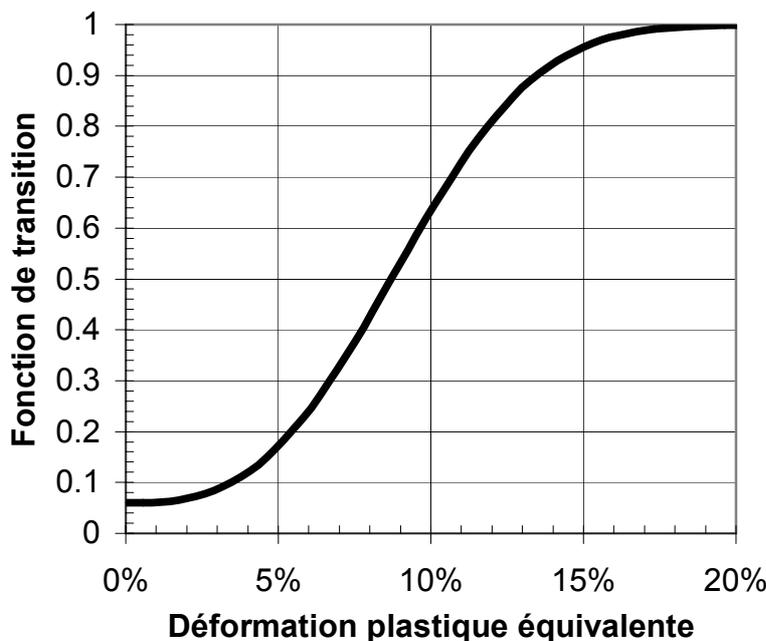


Figure 235 : Fonction de transition représentant l'effet de la pré-déformation plastique sur l'endommagement intergranulaire

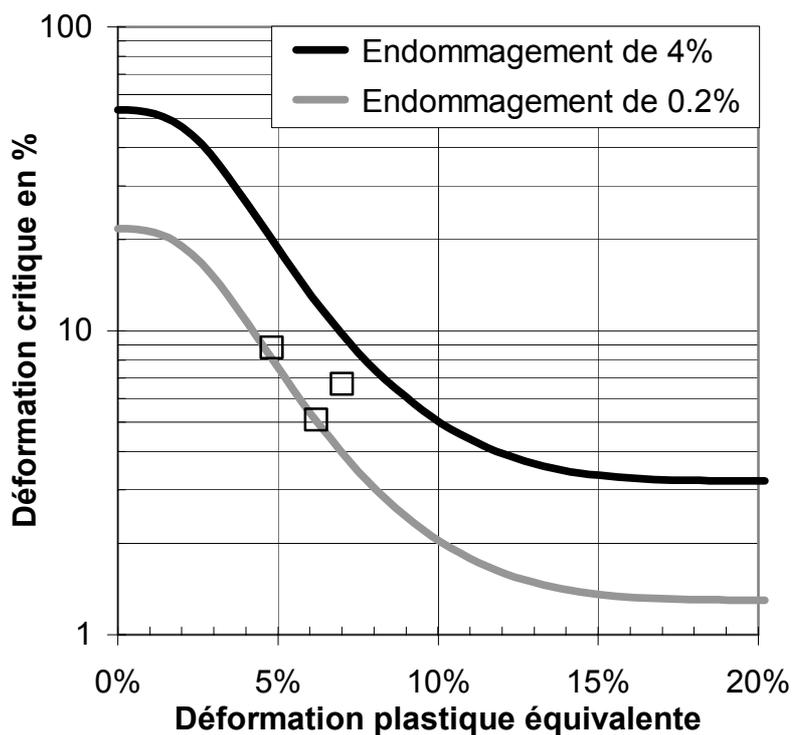


Figure 236 : Déformation viscoplastique pour des endommagements calculés de 0.2% et de 4%, en fonction de la pré-déformation plastique, cas uniaxial, les marques carrées représentent l'allongement de fin de stade secondaire en fonction de l'allongement de mise en charge des éprouvettes lisses en acier 316L(N) à l'état hypertrempé testées en fluage

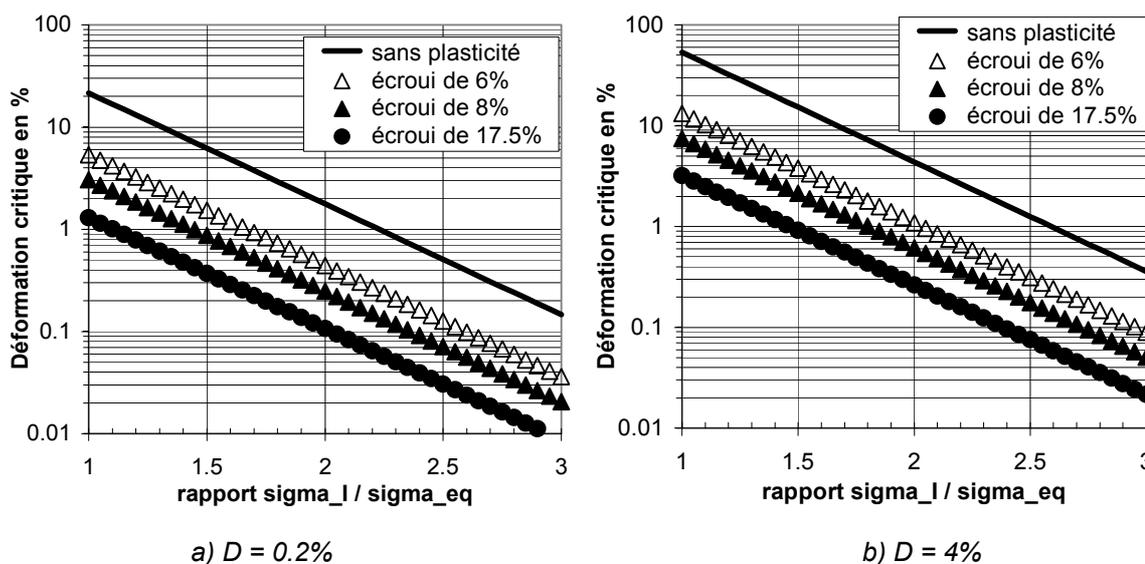


Figure 237 : Déformation viscoplastique pour des endommagements calculés de 0.2% et de 4%, en fonction de la pré-déformation plastique et du rapport entre la plus grande contrainte principale et la contrainte équivalente de Von Misès

### V.3.2 Essais sur éprouvette CT

Si l'application du modèle d'endommagement lorsque la pré-déformation plastique est homogène et que le rapport  $\sigma/\sigma_{eq}$  est constant peut s'effectuer analytiquement, ce n'est pas le cas des éprouvettes CT pré-fissurées. Des simulations par éléments finis à l'aide du code CASTEM2000 ont donc été réalisées. Le maillage 2D, présenté sur la Figure 238, est identique à celui utilisé par Bouche (2000). Comme les autres maillages utilisés au cours de l'étude, il est constitué d'éléments quadrangles à huit nœuds et neuf points de Gauss. Les simulations ont été effectuées avec l'hypothèse de déformation plane et l'option grands déplacements. Les efforts macroscopiques ont été calculés pour une épaisseur de 10 mm. Par raison de symétrie, le déplacement vertical du ligament est bloqué. L'ouverture de l'éprouvette correspond au déplacement vertical du centre de la goupille non représentée sur la Figure 238.

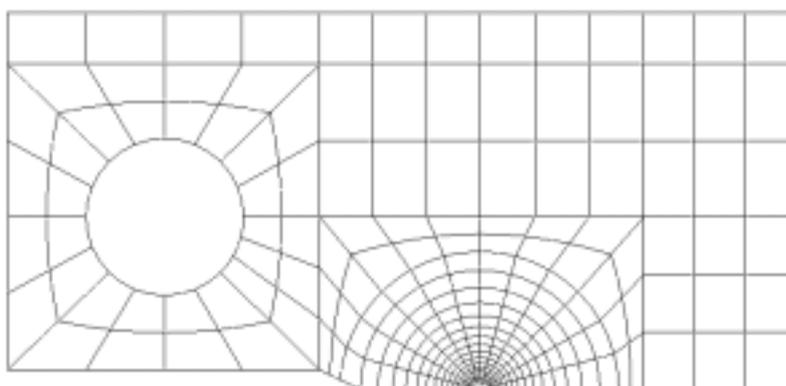
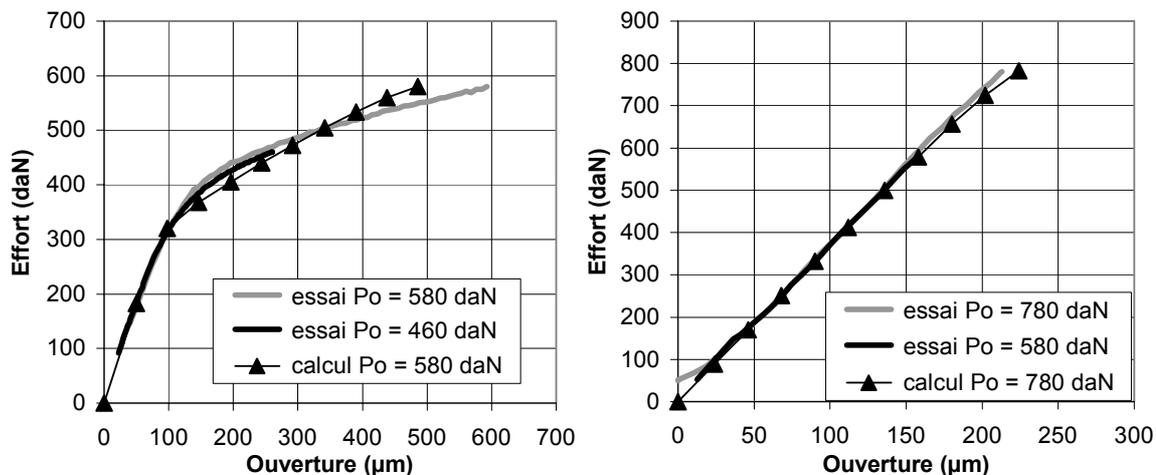


Figure 238 : Maillage 2D d'une demi-éprouvette CT utilisé pour la simulation des essais de relaxation et de traction lente à l'aide du code CASTEM2000

#### V.3.2.1 Essais de relaxation

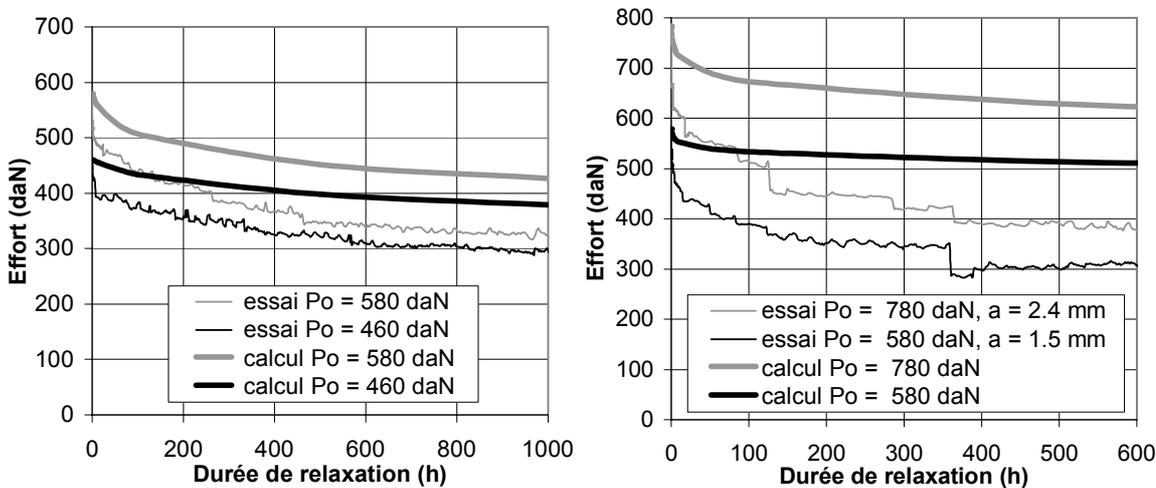
La Figure 239 montre que les simulations par éléments finis reproduisent de façon satisfaisante les courbes de mise en charge des essais de relaxation sur éprouvettes CT pré-fissurées. La Figure 240 montre qu'en ce qui concerne les courbes de relaxation, l'accord entre simulations et expérience est moins bon. Les simulations sont réalisées sans tenir compte de la propagation de fissure. Le modèle d'endommagement est simplement appliqué en post-traitement. Il est donc naturel que l'effort calculé soit plus important que l'effort mesuré dans le cas de l'acier à l'état écroui qui mène à la propagation de fissure. En revanche, dans le cas de l'acier à l'état hyperefforté, le décalage entre simulations et mesures est uniquement dû à la difficulté, mentionnée au paragraphe V.1.2.2, de bien rendre compte du comportement en relaxation à l'aide du modèle DDI identifié à partir des essais de fluage.



a) état hypertrempé

b) état écroui

Figure 239 : Courbes de mise en charge mesurées expérimentalement et simulées par éléments finis concernant les essais de relaxation sur éprouvettes CT pré-fissurées, acier 316L(N) à l'état écroui et à l'état hypertrempé, vitesse d'ouverture : 24 μm/min



a) état hypertrempé

b) état écroui

Figure 240 : Courbes de relaxation sur éprouvettes CT pré-fissurées mesurées expérimentalement et simulées par éléments finis, acier 316L(N) à l'état écroui et à l'état hypertrempé

La Figure 241 présente les contraintes calculées par éléments finis le long du ligament de l'éprouvette CT en acier 316L(N) à l'état écroui testée en relaxation avec une charge initiale de 580 daN. Le rapport entre la plus grande contrainte principale et la contrainte équivalente de Von Misès est maximal quelques dizaines de micromètres en avant de la fissure. La déformation et la vitesse de déformation en cours d'essai sont présentées sur la Figure 242. Conformément au calcul simplifié réalisé à l'aide de la longueur de référence, la vitesse de déformation en avant de la fissure vaut environ  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  lors de la mise en charge. Cette vitesse diminue rapidement lors de la relaxation proprement dite. La déformation plastique pendant la relaxation est de l'ordre de 0.2% dans la partie du ligament comprise entre la zone d'émoussement et la zone élastique.

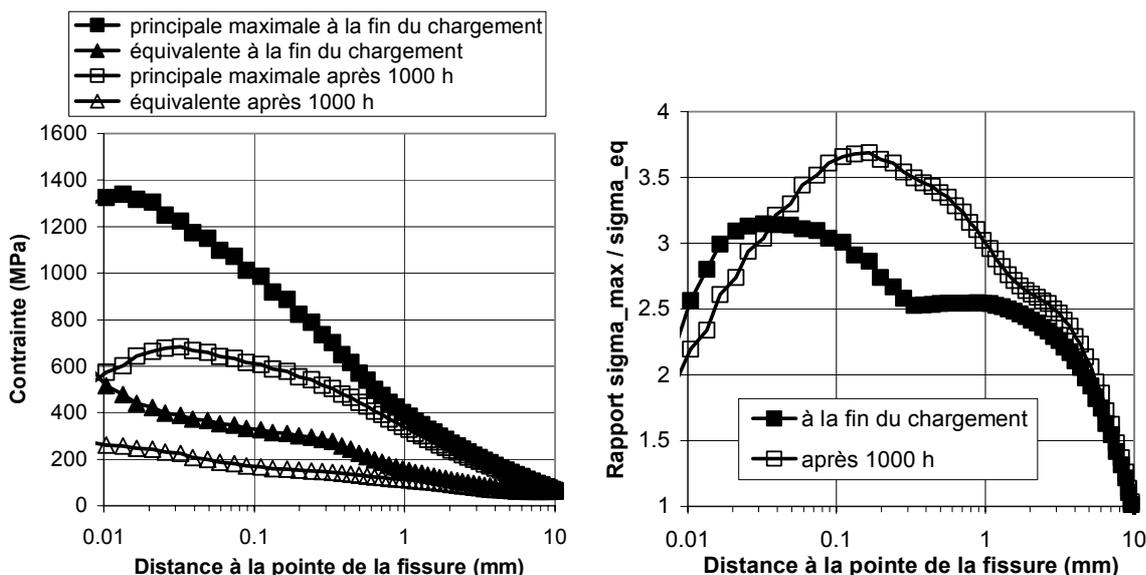


Figure 241 : Contrainte principale maximale et contrainte équivalente de Von Misès le long du ligament de l'éprouvette CT pré-fissurée en acier 316L(N) à l'état écroui testée en relaxation à 600°C,  $P_o = 580 \text{ daN}$ , simulation par éléments finis

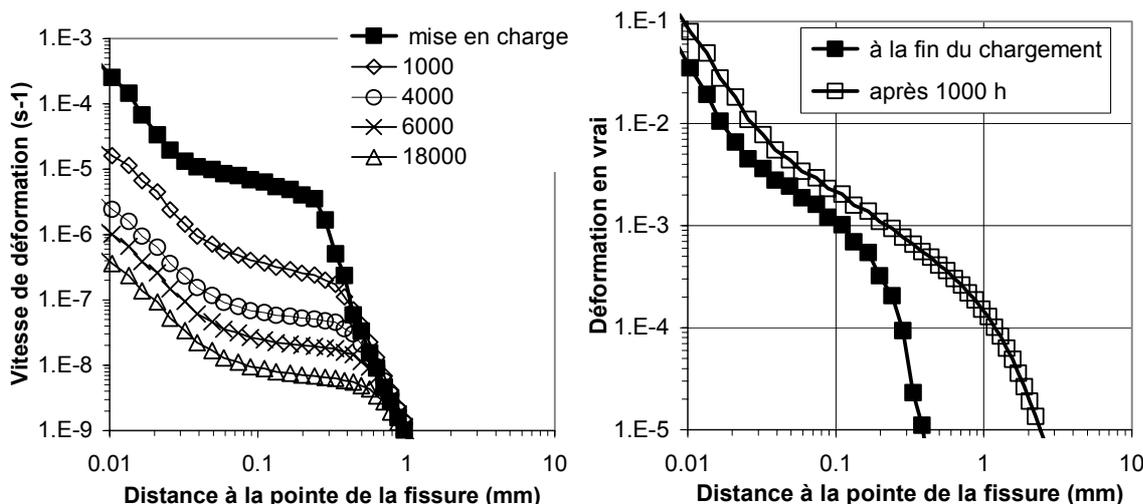


Figure 242 : Déformation et vitesse de déformation le long du ligament de l'éprouvette CT pré-fissurée en acier 316L(N) à l'état écroui testée en relaxation à 600°C,  $P_o = 580 \text{ daN}$ , simulation par éléments finis, les nombres en légendes indiquent le temps en secondes

L'application du modèle d'endommagement intergranulaire à cet essai de relaxation est présentée sur la Figure 243. On a volontairement limité l'endommagement à 4% pour visualiser plus facilement la répartition de l'endommagement. Le modèle prévoit bien le développement rapide de l'endommagement intergranulaire pendant la relaxation. On constate que l'endommagement calculé est non nul uniquement au voisinage de 80 µm de la pointe de la fissure. Au voisinage immédiat de la pointe de la fissure, l'acier se déforme davantage mais sa vitesse de déformation est trop élevée ce qui empêche l'endommagement intergranulaire de se développer. La zone plus éloignée de la pointe de la fissure se déforme suffisamment lentement mais pas en quantité suffisante pour que l'endommagement puisse se développer. Le fait que l'endommagement soit ainsi confiné est particulièrement intéressant car un critère de propagation pourrait alors être établi sans l'intervention d'une distance caractéristique (Poquillon et al. 1997). Cette distance caractéristique est fréquemment associée à la taille de grain, qui vaut dans le cas présent 60 µm. La Figure 243b montre que l'évolution de l'endommagement calculé à cette distance est similaire à celle du maximum de l'endommagement. Dans les deux cas, le modèle d'endommagement prévoit l'initiation de la fissure en relaxation en quelques heures seulement, ce qui est cohérent avec les observations expérimentales.

Des simulations par éléments finis d'essais de relaxation sur éprouvettes CT pré-fissurées moins chargées ont également été effectuées. Comme l'indique la Figure 244, le modèle prévoit, en accord avec l'expérience, que le début de propagation de la fissure en relaxation est relativement peu affectée lorsque la charge initiale est diminuée de 580 daN à 380 daN (Ko de 31 MPa√m et 20 MPa√m respectivement). Dans le cas d'une charge initiale de 180 daN (Ko de 10 MPa√m), le modèle prévoit que la propagation de la fissure est retardée mais se produit tout de même. L'application du modèle confirme donc le fait que s'il existe un facteur d'intensité des contraintes seuil en-dessous duquel la propagation de fissure en relaxation sur l'acier à l'état écroui n'intervient pas avant 600 heures, celui-ci est très faible : de l'ordre de 10 MPa√m.

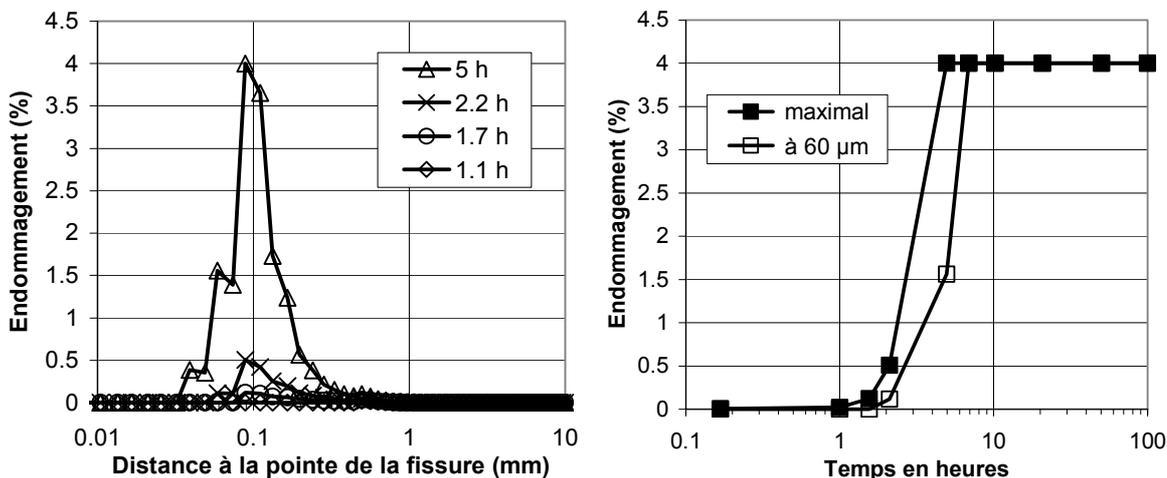


Figure 243 : Endommagement calculé le long du ligament de l'éprouvette CT pré-fissurée en acier 316L(N) à l'état écroui testée en relaxation à 600°C, Po = 580 daN

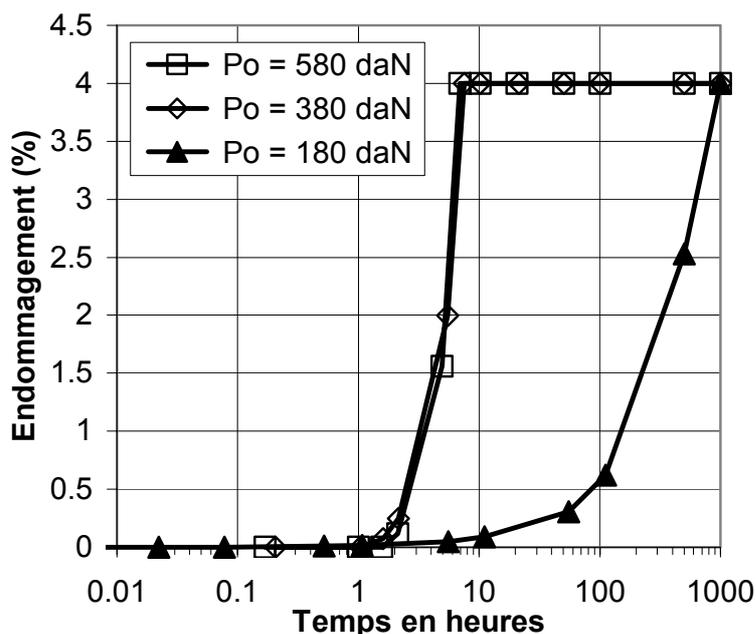


Figure 244 : Endommagement calculé à 60  $\mu\text{m}$  du fond d'entaille des éprouvettes CT pré-fissurée en acier 316L(N) à l'état **écroui** testée en **relaxation** à 600°C en fonction du temps et de la charge initiale notée  $P_o$

Le modèle a également été appliqué au cas des essais de relaxation réalisés sur éprouvettes CT en acier 316L(N) à l'état hyperecroui. Comme dans le cas de l'acier à l'état écroui, l'endommagement se développe lors des premières heures de l'essai dans une zone confinée au voisinage de 80  $\mu\text{m}$  de la pointe de la fissure (Figure 245a). Cependant l'endommagement n'atteint pas des valeurs élevées. Après 1000 heures de relaxation, il vaut à peine 0.7% au maximum et 0.24% à 60  $\mu\text{m}$  de la pointe de la fissure (Figure 245b). Ces résultats sont dans la gamme correspondant à la limite de détection de l'endommagement au microscope optique (cf. § V.2). L'observation du faciès de rupture des éprouvettes CT en acier 316L(N) à l'état hyperecroui testées en relaxation à 600°C avait justement révélé l'existence de quelques facettes intergranulaires (voir Figure 123, page 135). La prédiction du modèle est donc en bon accord avec l'expérience. Remarquons de plus que l'augmentation de la durée de l'essai jusqu'à 10000 heures ne modifie que très peu le niveau d'endommagement calculé.

Le modèle d'endommagement proposé, identifié à partir d'essais de fluage sur éprouvettes entaillées, rend donc bien compte de la propagation de fissure en relaxation sur éprouvettes CT en acier 316L(N) à 600°C et rend compte de l'importance de l'état d'écrouissage sur la cinétique d'endommagement.

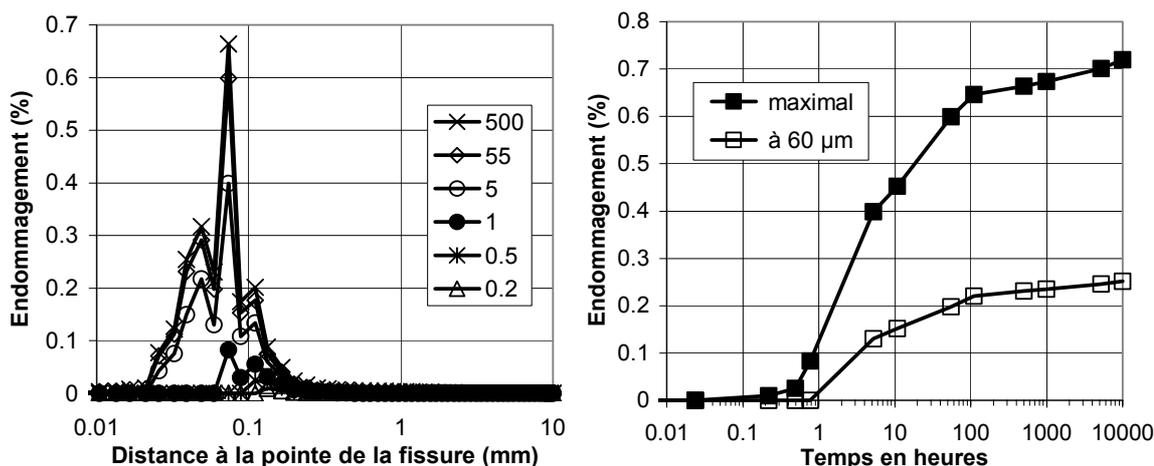


Figure 245 : Endommagement calculé le long du ligament de l'éprouvette CT pré-fissurée en acier 316L(N) à l'état **hypertrempé** testée en **relaxation** à 600°C,  $P_0 = 580$  daN, les nombres en légendes indiquent le temps en heures

### V.3.2.2 Essais de traction lente

Les essais de traction lente sur éprouvettes CT ont également été simulés par éléments finis. La Figure 246 présente les courbes charge-déplacement obtenues dans le cas de l'acier à l'état écroui. Le calcul par éléments finis est cohérent avec le calcul simplifié du chargement élastique limite (cf. § III.2.1) : de l'ordre de 1000 daN pour une vitesse d'ouverture de 9  $\mu\text{m}/\text{h}$  et de 850 daN pour une vitesse d'ouverture dix fois plus faible. Cependant, étant donné que la propagation de la fissure n'est pas prise en compte, le calcul surestime fortement l'effort appliqué à l'éprouvette pour une déformation donnée.

L'application en post-traitement du modèle d'endommagement intergranulaire ne prévoit aucun endommagement dans le cas de la vitesse d'ouverture de 9  $\mu\text{m}/\text{h}$  alors que, dans le cas de la vitesse d'ouverture de 0.9  $\mu\text{m}/\text{h}$ , l'endommagement calculé atteint la valeur de 4% très rapidement (dès que l'ouverture atteint 20  $\mu\text{m}$ ). La Figure 247 explique cet effet de vitesse sur l'endommagement calculé. En effet, dans le cas de la vitesse d'ouverture élevée, la vitesse de déformation en pointe de fissure est supérieure au seuil de  $3 \cdot 10^{-8} \text{ s}^{-1}$  alors que, dans le cas de la vitesse d'ouverture faible, la vitesse de déformation en pointe de fissure est inférieure à ce seuil. Ce résultat est cohérent avec l'aspect des faciès de rupture : intergranulaire fragile dans le cas de la vitesse d'ouverture faible et mixte dans le cas de la vitesse d'ouverture plus élevée (cf. Tableau 22, page 171). Cependant cette application du modèle d'endommagement indique qu'il ne prévoit correctement que la rupture purement intergranulaire. Dans le cas de la relaxation, cela n'importe pas, mais dans le cas des essais de traction, ce point constitue une limite du modèle. Afin d'étendre le domaine d'application du modèle, il faudrait affiner la dépendance de l'endommagement calculé à la vitesse de déformation. Le choix d'une modélisation de la transition de mécanisme de rupture par un simple seuil est trop simpliste.

Dans le cas de l'acier 316L(N) à l'état hypertrempé, la courbe charge-déplacement de l'essai de traction lente à 9  $\mu\text{m/h}$  calculé par éléments finis est cohérente avec la courbe expérimentale (Figure 248). En effet, dans ce cas, la fissure se propage plus lentement que dans le cas de l'acier écroui. Le fait de négliger la propagation de fissure dans le calcul produit donc un effet moindre.

A l'état hypertrempé, la vitesse de déformation, calculée à 60  $\mu\text{m}$  de la pointe de la fissure, est de l'ordre de  $10^{-8} \text{ s}^{-1}$ , alors qu'elle est de l'ordre de  $10^{-7} \text{ s}^{-1}$  à l'état écroui (pour une même vitesse d'ouverture : 9  $\mu\text{m/h}$ ). Les calculs par éléments finis indiquent donc la limite du calcul de la vitesse de déformation par la longueur de référence réalisés au paragraphe III.2.4.3 (Tableau 23, page 171). La correspondance entre les vitesses de référence et les faciès de rupture semblait alors décalée par l'écrouissage. En effet, le caractère intergranulaire du faciès de rupture des éprouvettes CT testées à cette vitesse est plus marqué pour l'état hypertrempé que pour l'état écroui. En utilisant les vitesses de déformation obtenues par simulation numérique, ce décalage disparaît. Le faciès de rupture de l'éprouvette CT à l'état hypertrempé sollicitée à 9  $\mu\text{m/h}$  (soit  $10^{-8} \text{ s}^{-1}$ ) est bien intergranulaire fragile, comme celui de l'éprouvette CT à l'état écroui sollicitée à 0.9  $\mu\text{m/h}$  (soit  $10^{-8} \text{ s}^{-1}$ ).

Comme le mode de rupture de l'éprouvette CT testée à 9  $\mu\text{m/h}$  est intergranulaire fragile, le calcul d'endommagement devrait bien prévoir la rupture. C'est bien ce que l'on constate : l'endommagement calculé atteint 4% pour une ouverture de 100  $\mu\text{m}$ , ce qui est cohérent avec l'amorçage détecté par le suivi électrique de fissure. Dans le cas de l'acier testé en traction lente à l'état hypertrempé, le modèle est donc en accord avec l'expérience.

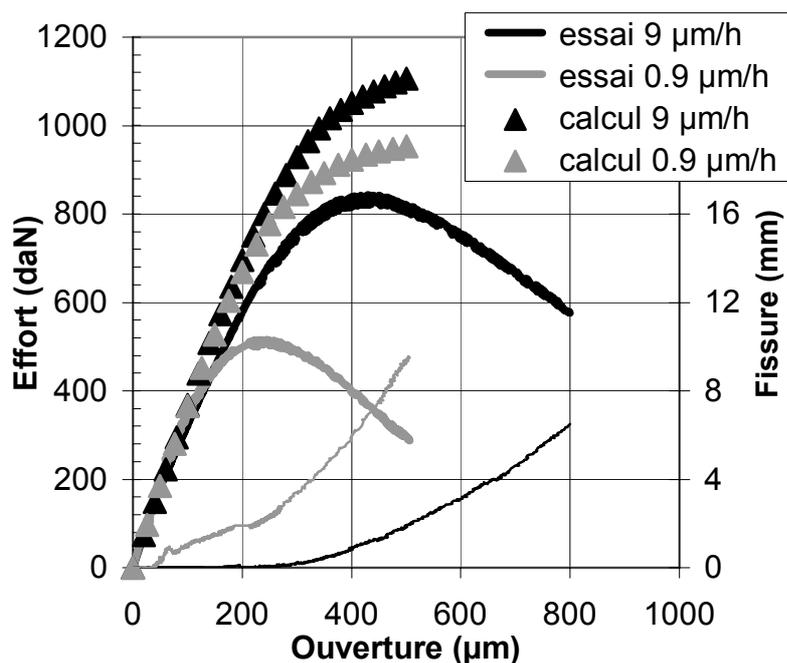


Figure 246 : Courbes charge-déplacement mesurées expérimentalement et simulées par éléments finis concernant des essais de traction lente sur éprouvettes CT pré-fissurées en acier 316L(N) à l'état écroui, vitesse d'ouverture : 9  $\mu\text{m/h}$  et 0.9  $\mu\text{m/h}$ , température d'essai : 600°C

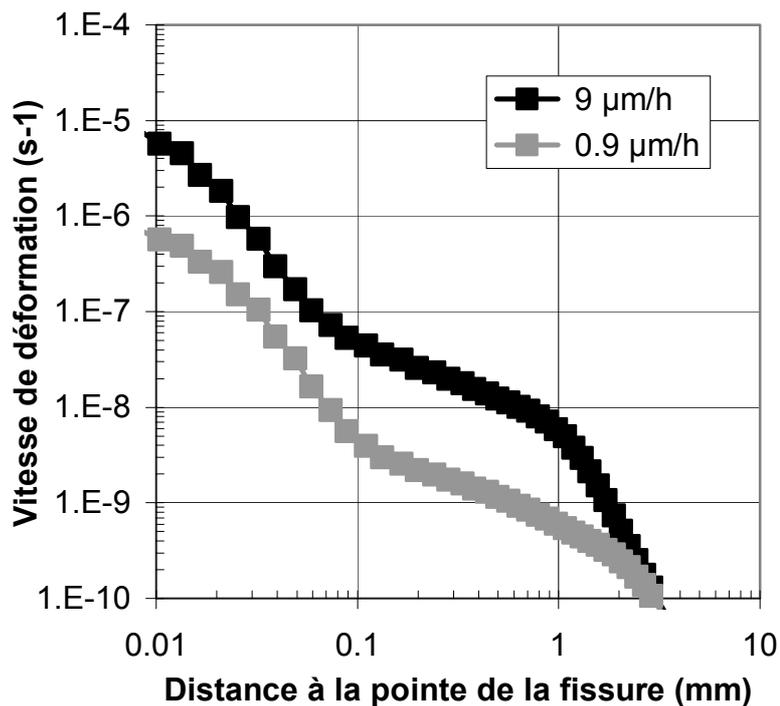


Figure 247 : Vitesse de déformation calculée par éléments finis lors des simulations de traction lente sur éprouvette CT pré-fissurée en acier 316L(N) à l'état écroui, vitesse d'ouverture : 9 μm/h et 0.9 μm/h

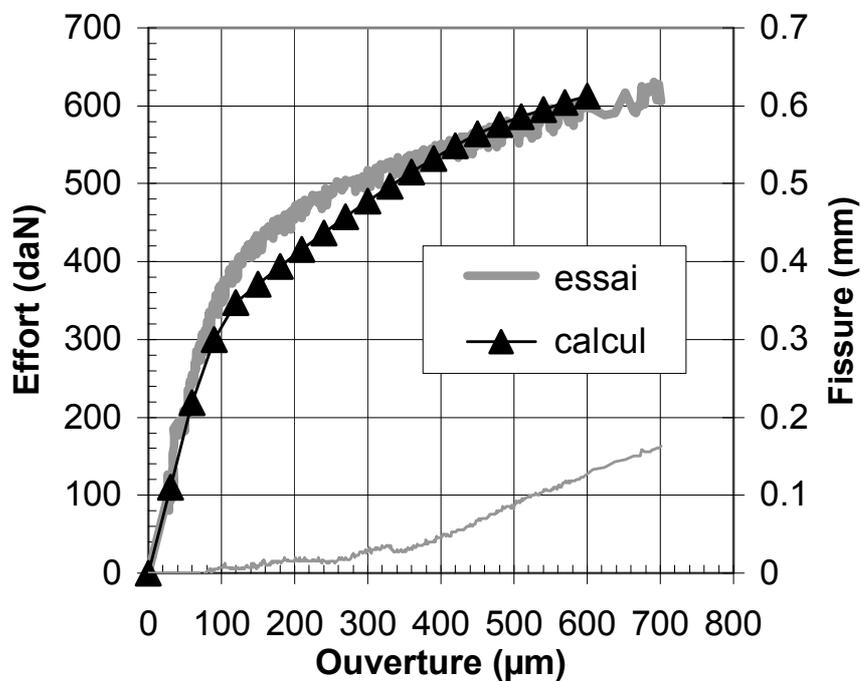


Figure 248 : Courbes charge-déplacement mesurées expérimentalement et simulées par éléments finis concernant un essai de traction lente sur éprouvette CT pré-fissurée en acier 316L(N) à l'état hypere trempé, vitesse d'ouverture : 9 μm/h, température : 600°C

### V.3.2.3 Conclusions

L'application du modèle d'endommagement intergranulaire aux essais réalisés sur éprouvettes CT pré-fissurées constitue une validation importante. En effet, le rapport  $\sigma_I/\sigma_{eq}$  vaut environ 3 en pointe de fissure, alors qu'il vaut environ 1.3 dans les éprouvettes entaillées qui ont servi à l'identification du modèle. L'accord entre les prédictions du modèle et les résultats expérimentaux n'était donc pas acquis a priori.

Le modèle rend bien compte des faits expérimentaux suivants :

- l'initiation de la fissuration en relaxation sur éprouvette CT à l'état écroui fortement chargées s'effectue en quelques heures
- la propagation de fissure en relaxation sur cet état peut être retardée en diminuant le chargement initial
- la propagation de fissure en relaxation sur l'état hypertrempé est à la limite de la détection en microscopie optique
- la vitesse d'ouverture critique correspondant au mode de rupture intergranulaire fragile est de 9  $\mu\text{m/h}$  dans le cas de l'état hypertrempé et de 0.9  $\mu\text{m/h}$  dans le cas de l'état écroui

L'application du modèle aux essais de traction lente sur éprouvette CT indique également que le modèle devrait être amélioré pour pouvoir rendre compte correctement de la rupture en mode mixte (intergranulaire et transgranulaire).

### V.3.3 Résumé du paragraphe V.3

#### *Application du modèle d'endommagement*

- *Le modèle d'endommagement identifié par approche locale au paragraphe précédent à partir d'essais de fluage sur éprouvette entaillées rend bien compte des résultats expérimentaux obtenus au cours de la thèse sur l'acier 316L(N) à 600°C :*
- *Il estime correctement les allongements de fin de stade secondaire en fluage sur éprouvettes lisses en acier à l'état écroui et à l'état hypertrempé*
- *Il prédit bien le temps d'initiation de la fissuration en relaxation sur éprouvettes CT à l'état écroui et l'évolution de ce temps avec la charge initiale*
- *Il prédit correctement la très faible propagation de fissure en relaxation sur éprouvette CT à l'état hypertrempé*
- *Il rend bien compte de la rupture purement intergranulaire lors des essais de traction lente sur éprouvette CT mais ne prédit pas la rupture en mode mixte*
- *L'intégration analytique du modèle dans le cas où le rapport  $\sigma_I/\sigma_{eq}$  est constant permet d'estimer rapidement le risque de fissuration en relaxation en fonction du niveau de pré-déformation et du rapport  $\sigma_I/\sigma_{eq}$*

## V.4 Conclusions

La modélisation de la fissuration intergranulaire en relaxation développée dans cette partie repose sur l'identification d'un nouveau modèle d'endommagement intergranulaire concernant l'acier 316L(N) à 600°C. Comme l'étude expérimentale a révélé l'importance de l'érouissage subi par les zones affectées lors du soudage sur la résistance à l'endommagement intergranulaire de façon générale et sur la résistance à la fissuration en relaxation en particulier, le modèle d'endommagement a été construit pour pouvoir rendre compte de cet effet. Il peut donc s'appliquer à l'acier 316L(N) à l'état hyperefféché comme à l'état éroué et ce quel que soit le niveau de la pré-déformation.

Après l'identification de lois de comportement, la réalisation de mesures d'endommagement local sur des coupes polies d'éprouvettes entaillées testées en fluage et la simulation par éléments finis de ces essais, le modèle a été identifié par approche locale. Il rend bien compte des essais à partir desquels il a été identifié mais aussi des essais réalisés sur éprouvettes lisses et les éprouvettes CT pré-fissurées. En particulier, il prédit correctement la différence de sensibilité à la propagation de fissure en relaxation sur éprouvette CT entre l'état hyperefféché et l'état éroué.

D'après ce modèle, l'érouissage des zones affectées par le soudage peut diminuer d'un ordre de grandeur la déformation correspondant à un niveau d'endommagement donné (déformation critique). Le modèle rend également compte de l'augmentation de la cinétique d'endommagement avec le rapport entre la plus grande contrainte principale et la contrainte équivalente de Von Mises. En effet, pour un niveau de pré-déformation donné, la déformation critique est divisée par 10 lorsque ce rapport augmente de 0.9. Cet effet nous apparaît donc également essentiel pour évaluer le risque de fissuration en relaxation.

La taille de grain, la répartition et la nature des phases intergranulaires, l'état de ségrégation d'impuretés aux joints de grains n'ont pas pu être introduits dans la démarche de modélisation par manque de données expérimentales. Ces paramètres sont certainement à l'origine des différences observées entre les trois aciers 316 étudiés. Néanmoins, à l'état non vieilli, ces différences sont apparemment faibles en comparaison des effets génériques de l'érouissage et du taux de triaxialité des contraintes.

## VI Conclusions et perspectives

### VI.1 Conclusions

La fissuration en relaxation au voisinage des soudures des aciers inoxydables austénitiques ne peut intervenir que dans la mesure où le soudage entraîne une certaine fragilisation des zones affectées.

Dans les années soixante, cette fragilisation a été attribuée à l'effet durcissant de la précipitation induite par écrouissage de fins carbo-nitrides intragranulaires dans les aciers inoxydables stabilisés.

Plus récemment, Chabaud-Reytier (1999), qui a étudié un acier stabilisé au titane, a contredit cette première interprétation. L'importance de l'écrouissage et l'effet de retard à la restauration causé par les interactions entre dislocations et solutés issus de la dissolution lors du soudage des carbo-nitrides primaires ont alors été mis en évidence.

Dans les aciers inoxydables austénitiques non stabilisés, ces précipités primaires n'existent pas car la limite de solubilité du carbone aux températures d'hypertrempe usuelles est suffisamment élevée. Cependant, la présente étude, conduite sur trois aciers non stabilisés de type 316, a confirmé l'existence :

- d'un retard à la restauration de l'écrouissage de deux aciers à forte teneur en carbone et en azote (316 L(N) et 316H) par rapport à un acier à faible teneur (316L)
- de l'effet durcissant de la précipitation induite par écrouissage de carbures intragranulaires dans l'acier 316H

Pourtant, ces deux phénomènes ne sont pas apparus comme essentiels à la fissuration en relaxation. En effet, après avoir reproduit par laminage une microstructure similaire à celle des zones affectées par le soudage :

- la propagation de fissure en relaxation sur éprouvettes CT pré-fissurées a été observée à 600°C en quelques centaines d'heures sur les aciers 316L et 316L(N) qui ne conduisent pas à la précipitation induite
- l'acier 316L, qui présente la teneur en solutés la plus faible des trois aciers étudiés – et donc la résistance à la déformation de fluage la plus faible – s'est révélé le plus sensible à la fissuration en relaxation sur éprouvette CT

Les essais réalisés à 550°C et à 600°C sur les trois aciers étudiés, menés sur éprouvettes lisses, entaillées et pré-fissurées en traction, fluage et relaxation, mettent en évidence les effets génériques de l'écrouissage :

- durcissement par effet direct de l'augmentation de la densité de dislocations
- chute de la ductilité par augmentation de la cinétique d'endommagement intergranulaire à vitesse de déformation donnée
- forte diminution de la résistance à la propagation de fissure en relaxation sur éprouvette CT
- pas de modification de la transition de mécanisme de rupture avec la vitesse de déformation

Ainsi, la fragilité des zones affectées par le soudage des aciers inoxydables austénitiques à l'origine de la fissuration en relaxation résulterait-elle de l'effet direct de l'écrouissage sur l'endommagement intergranulaire. Les hétérogénéités de déformation à l'intérieur des grains, et d'un grain à l'autre, seraient à l'origine de fortes contraintes résiduelles locales

favorisant la germination des cavités intergranulaires et donc, la croissance des microfissures intergranulaires.

L'importance de la fragilisation par écrouissage permet d'expliquer :

- l'apparition de fissures en relaxation dans les aciers non stabilisés, non seulement au voisinage des soudures, mais aussi sur des composants non soudés utilisés directement après mise en forme à température ambiante
- l'augmentation du risque de fissuration en relaxation avec l'épaisseur des composants. En effet, le nombre de passes augmente globalement avec l'épaisseur et notre étude a montré que cela engendrait un cumul de l'écrouissage dans les zones affectées

Rappelons cependant que l'écrouissage des zones affectées n'est pas le seul paramètre affectant le risque de fissuration en relaxation. Le taux de triaxialité des contraintes résiduelles est, lui aussi, déterminant car il augmente la cinétique de l'endommagement intergranulaire. Ce qui explique l'importance de la géométrie de la soudure et de la présence éventuelle de défauts de soudage.

Le rôle des éléments en solution apparaît secondaire par rapport à ceux de l'écrouissage et du taux de triaxialité des contraintes résiduelles.

Contrairement à ce que l'on pensait initialement, la nuance de l'acier ne constitue donc pas un bon critère de fissuration sur composant soudé. Une soudure arasée, d'épaisseur faible, réalisée sur un matériau réputé particulièrement sensible à la fissuration en relaxation, ne fissurera pas, alors qu'une soudure épaisse avec défaut en pied de cordon sur un matériau réputé peu sensible, fissurera.

Le risque de fissuration en relaxation dépend également de la température. Cette fissuration a été reproduite à 550°C et 600°C sur les trois aciers 316 étudiés. Les mécanismes d'endommagement intergranulaire étant liés à la diffusion intergranulaire, il existe certainement pour une durée d'utilisation donnée, une température seuil en dessous de laquelle la fissuration en relaxation ne peut se développer. L'expérience industrielle suggère que cette limite se situe à 450°C environ.

La modélisation développée au cours de la thèse ne s'appuie que sur les résultats concernant l'acier 316L(N) à 600°C. Cependant, elle rend compte de tendances observées sur les trois aciers étudiés (316L, 316L(N) et 316H) et présente donc un caractère générique.

Cette modélisation permet de calculer, lors de la relaxation, le niveau d'endommagement intergranulaire local en fonction du niveau d'écrouissage et du taux de triaxialité des contraintes. Ces deux paramètres peuvent être évalués dès l'étape de la conception (par simulation numérique du soudage) ou a posteriori (estimation du niveau d'écrouissage par mesure de la dureté, estimation des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X, diffraction de neutrons ou par la méthode du trou incrémental).

Par conséquent, le risque de fissuration en relaxation au voisinage des soudures peut désormais être évalué quantitativement à 600°C.

## VI.2 Perspectives

### VI.2.1 Perspectives d'application :

- confrontation des prédictions du modèle proposé avec des essais réalisés sur l'acier 316L(N) à d'autres niveaux de pré-écrouissage ou sur des éprouvettes d'autres géométries
- confrontation des prédictions du modèle à des essais concernant des soudures réelles (essais « Borland » par exemple) en utilisant la simulation numérique du soudage. Si l'accord entre modélisation et résultats expérimentaux était satisfaisant, on pourrait alors multiplier les simulations numériques pour identifier les géométries et les paramètres de soudage critiques pour la fissuration en relaxation
- essais « Borland » sur l'acier 316L afin de tester, sur de véritables soudures, la sensibilité à la fissuration en relaxation de cet acier. En effet, les essais réalisés au cours de la thèse ont montré que la fragilisation par écrouissage concerne les trois aciers étudiés (316H, 316L(N) et 316L). Cependant, aucun cas de fissuration en relaxation concernant des composants en acier 316L n'a encore été rapporté dans la littérature
- application du modèle à la propagation de fissure. En effet, dans le cas où une fissure en relaxation est découverte lors de l'inspection d'une structure soudée, la question de la vitesse de propagation et de l'arrêt de la fissure se pose. Afin de prévoir l'évolution de la fissure, des calculs de propagation pourraient être menés en utilisant le modèle d'endommagement proposé et une démarche similaire à celle employée par Poquillon et al. (1997). On pourrait alors évaluer la criticité du défaut en question. L'influence déterminante de la complaisance globale de la structure sur la propagation de fissure (évoquée au § III.2.1 en ce qui concerne les éprouvettes CT) serait ainsi estimée quantitativement.

### VI.2.2 Perspectives d'amélioration :

- mieux décrire l'effet de la vitesse de déformation, soit en modifiant le modèle proposé, soit en couplant ce modèle à un modèle de rupture ductile
- prendre en compte la taille de grain et l'état de précipitation intergranulaire car ils affectent le développement de l'endommagement intergranulaire

### VI.2.3 Nouvelles directions de recherche :

L'étude de la fissuration en relaxation à des températures plus faibles que celles explorées au cours de la thèse (550°C et 600°C) constitue une perspective importante sur le plan industriel. Des essais longs de relaxation sur éprouvettes CT à 450°C et 500°C sont d'ailleurs prévus au CEA afin d'établir la température seuil en dessous de laquelle le risque de fissuration en relaxation devient négligeable.

L'effet de l'écrouissage sur l'endommagement intergranulaire a été décrit par un mécanisme faisant intervenir les hétérogénéités de déformation à l'intérieur des grains et d'un grain à l'autre. La modélisation de l'effet de l'écrouissage sur l'endommagement devrait donc être entreprise à cette échelle. Les moyens sont d'ailleurs disponibles :

- essais menés sous vide sur des éprouvettes plates de fluage munies de micro-grilles de platine
- mesures des désorientations cristallines par EBSD
- calculs par éléments finis d'agrégats polycristallins tenant compte de ces orientations

Cette voie de recherche nous paraît importante dans la mesure où l'effet de fragilisation intergranulaire par écrouissage, déjà observé dans les alliages base nickel (cf. Annexe A § VIII.2.2), est sans doute commun à de nombreux alliages de structure cubique à faces centrées ou autres.

## VII Références

AJAJA O., ARDELL A.J., Microstructural parameters and steady state creep, Scripta metallurgica, 1977, 11, p. 1089-1093

ALDEN G., ARONSSON B., Some observations on the influence of carbon and nitrogen on the creep behaviour of AISI 316 type austenitic stainless steels, in: Creep strength in steel and high-temperature alloys, Sheffield, 1972, ed. The metals society, London, 1974, p. 67-70

ALLAIS A., BORNERT M., BRETHER T., CALDEMAISON D., Experimental characterization of the local strain field in an heterogeneous elastoplastic material, Acta metalurgica materialia, 1994, 42, 11, p. 3865-3880

ALLAIS A., AUZOUX Q., REYTIER M., PINEAU A., Fissuration en relaxation des jonctions soudées en aciers inoxydables austénitiques, Mécanique et industrie, publication prévue en 2004

ALMANZA E., MURR L.E., A comparison of sensitization kinetics in 304 and 316 stainless steels, Journal of materials science, 2000, 35, p. 3181-3188

APLIN P.F., D'ANGELO D., Dislocation-creep mechanisms in type 316 steel, in : Creep and fracture of engineering materials and structures, 4, ed. B. Wilshire, R.W. Evans, Institute of metals, London, 1990, p. 537-545

ASBURY F.E., Factors influencing long-term creep of type 316 steel at 600°C, Materials science and technology, 1986, 2, p. 1123-1130

ASHBY M.F., EASTERLING K.E., A first report on diagrams for grain growth in welds, Acta metallurgica, 1982, 30, p. 1969-1978

AUZOUX Q., Fragilisation intergranulaire en relaxation des aciers inoxydables austénitiques au voisinage des soudures, rapport de stage de DEA Mécanique et Matériaux, 2000, Ecole des Mines de Paris, Note technique CEA/SRMA n°2000-2379

AYRAULT D., BLANCHOT O., Maquettes instrumentées de soudage multi-passes, Base de données expérimentale destinée à la validation des calculs, 2002, rapport technique CEA, DECS/UTA/02-RT-07/Rév. 0

BARNBY J.T., Effect of strain aging on the high temperature tensile properties of an AISI 316 austenitic stainless steel, Journal of the iron and steel institute, 1965, p. 392-397

BARNBY J.T., Effect of strain aging on creep of an AISI 316 austenitic stainless steel, Journal of the iron and steel institute, 1966, p. 23-27

BAUP O., La simulation numérique du soudage - Développement et validation de méthodes simplifiées et de groupage de passes, Thèse université Aix-Marseille II, 23 janvier 2001

BERNARD L., CAMPO E., QUARANTA S., Creep behaviour of AISI 304 and 316 stainless steels and influence of cold working, in : Mechanical behaviour and nuclear applications of stainless steel at elevated temperatures, Varese, ed. Metals society, 1981, p. 88-93

BEVER B., Encyclopaedia of materials science and engineering, Vol. 5, Pergamon press 1986, oxidation of metals and alloys, p. 3356

BHARGAVA R. K., MOTEFF J., SWINDEMAN R.W., The dislocation substructure, carbides and the deformation mechanism map for AISI 304 stainless steel, Metallurgical transactions A, 1976, 7, p. 879-884

BIKA D., McMAHON C.J., A model for dynamic embrittlement, Acta metallurgica et materialia, 1995, 43, 5, p. 1909-1916

BIKA D., PFAENDTNER J.A., MENYHARD M., McMAHON C.J., Sulfur-induced dynamic embrittlement in a low-alloy steel, Acta metallurgica et materialia, 1995, 43, 5, p. 1895-1908

BLANC D., Effet de soluté et déformation plastique d'un acier inoxydable austénitique, Thèse Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 6 mars 1986

BOOTHBY R.M., WILLIAMS T.M., HARRIES D.R., Effects of grain size and niobium stabilisation on primary recrystallisation of austenitic steels, in: Stainless steels'84, Göteborg, 3-4 September 1984, Institute of metals, London, 1985, p. 29-36

BOUCHARD P.J., WITHERS P.J., McDONALD S.A., HEENAN R.K., Quantification of creep cavitation damage around a crack in a stainless steel pressure vessel, Acta Materialia, 2004, 52, p. 23-34

BOUCHE G., Etude de l'endommagement en fluage d'un joint soudé austénitique, , Thèse Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 18 mai 2000

CABRILLAT M.T., ALLEGRE P., PLUYETTE E., MICHEL B., Intergranular reheat cracking in 304H components. Experiment and damage evaluation, in : Structural mechanics in reactor technology 16, Washington, August 2001, paper LW4

CASARINI G., DUMINI W., VILLA L., LANA L., RIVOLTA G., MERCKLING G., High temperature damage of stainless alloys with formation of cracks that show the presence of a metallic phase surrounded by large amounts of oxides, in : Innovation stainless steel, Florence, Italy, october 1993, p. 3.71-3.76

CHABAUD-REYTIER M., Etude de la fissuration différée par relaxation d'un acier inoxydable austénitique stabilisé au titane, Thèse Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 10 juin 1999

CHABAUD-REYTIER M., ALLAIS L., POQUILLON D., CAËS-HOGREL C., MOTTOT M., PINEAU A., Modelling creep damage in heat affected zone in 321 stainless steel. Part 1 : Quantitative study of intergranular damage, Materials at high temperatures, 2001, 18, 2, p. 71-80

CHABAUD-REYTIER M., ALLAIS L., CAËS C., DUBUISSON P., PINEAU A., Mechanisms of stress relief cracking in titanium stabilised austenitic stainless steel, Journal of nuclear materials, 2003, 323, p.123-137

CHALLENGER K.D., MOTEFF J., Quantitative characterization of the substructure of AISI 316 stainless steel resulting from creep, Metallurgical transactions, 1973, 4, p. 749-755

CHEN I-W., ARGON A.S., Creep cavitation in 304 stainless steel, Acta Metallurgica, 1981, 29, p. 1321-1333

CHRISTOFFEL R.J., Notch-rupture strength of type 347 heat-affected zone, Research Supplement to the Welding Journal, 1960, July, p. 315-320

CHRISTOFFEL R.J., Cracking in type 347 heat-affected zone during stress relaxation, Research Supplement to the Welding Journal, 1962, June, p. 251-256

CHRISTOFFEL R.J., Notch sensitivity of heat affected zone in type 316 material, Research Supplement to the Welding Journal, 1963, January, p. 15-28

COLEMAN M.C., MILLER D.A., STEVENS R.A., Reheat cracking and strategies to assure integrity of type 316 welded components, in : Integrity of High-Temperature Welds, International Conference, Nottingham, 1998, November. Bury St Edmunds, Professional Engineering Pub., 1998. p.169-179

CONTESTI E., Description de l'interaction plasticité-viscoplasticité par un modèle phénoménologique à deux déformations inélastiques. Application à l'acier inoxydable de type 17-12 SPH. Thèse Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 10 mai 1988

CONTESTI E., CAILLETAUD G., Description of creep-plasticity interaction with non-unified constitutive equations: Application to an austenitic stainless steel, Nuclear engineering and design, 1989, 116, 3, p. 265-280

COTTREL A.H., Effect of solute atoms on the behaviour of dislocations, in : Rep. conference on strength of solids, Bristol 1947, ed. Physical society, London, 1948, pp. 30-38

CURRAN R.M., RANKIN A.W., Austenitic steels in high temperature steam piping, Transactions of the ASME, 1957, August, p. 1398-1409

DAVANAS K., SOLOMON A.A., Theory of intergranular creep cavity nucleation, growth and interaction, Acta metallurgica, 1990, 38, 10, p. 1905-1916

DEGALLAIX S., FOCT J., L'azote dans les aciers inoxydables austénitiques, 1<sup>ère</sup> partie : influence sur les caractéristiques métallurgiques, Mémoires et Etudes Scientifiques, Revue de Métallurgie, décembre 1987, p. 645-653

DEHOFF R.T., RHINES F.N., Microscopie quantitative, Masson, Paris, 1972

DELOBELLE P., Synthesis of the elastoviscoplastic behavior and modelization of an austenitic stainless steel over a large temperature range, under uniaxial and biaxial loadings, International journal of plasticity, 1993, 9, p. 65-85 et 87-118

DEIGHTON M., Solubility of  $M_{23}C_6$  in type 316 stainless steel, Journal of the iron and steel institute, 1970, November, p. 1012-1014

DELEURY M.J., Fluage et évolutions structurales d'aciers inoxydables austénitiques, Thèse Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2 juillet 1980

DELONG W.T., Ferrite in austenitic stainless steel weld metal, Welding journal, 1974, July, p. 273s-286s

DETERT K., KANBACH H., POHL M., SCHMIDTMANN E.H., Creep ductility and fracture in austenitic steels, in: Advances in Fracture Research (Fracture 81), Cannes, France, 29 March-3 April 1981, ed. D. François, 1981, vol 4, p. 1603-1612

DHOOGHE A., Survey on reheat cracking in austenitic stainless steels and Ni base alloys, Welding in the world, 1998, 41, p. 206-219

DIARD O., LECLERCQ S., ROUSSELIER G., CAILLETAUD G., Distribution of normal stress at grain boundaries in multicrystals: application to an intergranular damage modeling, Computational materials science, 2002, 25, p. 73-84

DOUMALIN P., Microextensométrie locale par corrélation d'images numériques, Thèse Ecole Polytechnique, 29 juin 2000

DYSON B.F., Constraints on diffusional cavity growth rates, 1976, Metal science, October, p. 349-353

DYSON B.F., LOVEDAY M.S., Low ductility creep fracture in 316 stainless steel, in : Engineering aspects of creep, International conference, Sheffield, 15-19 septembre 1980, Institution of Mechanical Engineers, Londres, 1980, Vol 1, p. 61-66

DYSON B.F., HENN D.E., The effect of room temperature pre-strain on grain boundary cavitation in Nimonic 80A, Journal of microscopy, 1973, 97, p. 165-170

DYSON B.F., LOVEDAY M.S., RODGERS M.J., Grain boundary cavitation under various states of applied stress, Proceedings of the royal society of London A, 1976, 349, p. 245-259

DYSON B.F., McLEAN D., Creep of Nimonic 80 in torsion and tension, Metal science, 1977, February, p. 37-45

DYSON B.F., RODGERS M.J., Prestrain, cavitation and creep ductility, Metal science, 1974, 8, p. 261-266

EISELSTEIN, Metallurgy of a columbium hardened nickel chromium iron alloy advances in the technology of stainless steels and related alloys, American Society for Testing Materials, Special Technical Publication, 1965, #369, p. 62

EMERSON R.W., JACKSON R.W., The plastic ductility of austenitic piping containing welded joints at 1200°F, Research Supplement to the Welding Journal, 1957, February, p. 89-104

ERVE M., WESSELING U., KILIAN R., et al., Cracking in stabilized austenitic stainless steel piping of German boiling water reactors – characteristic features and root cause, Nuclear engineering and design, 1997, 171, p. 113-123

ETIENNE C.F., VAN ROSSUM O., ROODE F., Creep of welded joints in AISI 316, in : Engineering aspects of creep, International conference, Sheffield, 15-19 septembre 1980, Vol 2, p. 113-121, Institution of Mechanical Engineers, 1980, Londres

FAUVET P., RITTI D., LE GARRERES I., Durée de vie Phénix, Etat de sensibilisation à la corrosion intergranulaire, Synthèse des resultants sur tôle soudée en acier 316 L VIRGO 14 SSB, 1996, Note technique CEA, NT-SCECF/LECR 96-136

FIELDS R.J., WEERASOORIYA T., ASHBY M.F., Fracture mechanisms in pure iron, two austenitic steels and one ferritic steel, Metallurgical transactions A, 1980, 11, p. 333-347

FAULKNER R.G., MEADE D., HALES R., Modelling of grain boundary segregation in austenitic steel weld heat-affected zones, in: Integrity of high-temperature welds, International conference, Nottingham, 3-4 novembre 1998, Professional Engineering Publishing Ltd., 1998, Bury St Edmunds, 1998

FOLKHARD E., Welding metallurgy of stainless steels, Springer, 1988

FRANCOIS D., PINEAU A., ZAOUI A., Comportement mécanique des matériaux, Hermès, Paris, 1993

FUJITA M., KANEKO Y., NOHARA A., SAKA H., ZAUTER R., MUGHRABI H., Temperature dependence of the dissociation width of dislocations in a commercial 304L stainless steel, Iron and Steel Institute of Japan, 1994, 34, 8, p. 697-703

FUJIWARA M., UCHIDA H., OHTA S., Effect of boron and carbon on creep strength of cold worked type 316 stainless steel, Journal of materials science letters, 1994, 13, p. 557-559

GAROFALO F., WHITMORE R.W., DOMIS W.F., VON GEMMINGEN F., Creep and creep rupture relationships in an austenitic stainless steel, Transactions of the metallurgical society of AIME, 1961, 221, p. 310-319

GIROUX G., BLOCH H., Résultats des essais de caractérisation effectués sur la tôle en acier ICN 164 BC SP Coulée E 2357 épaisseur 15 mm, 1978, Note d'essai CEA/SRMA (78) 481

GOLD M., LEYDA W.E., ZEISLOFT R.H., The effect of varying degrees of cold work on the stress rupture properties of type 304 stainless steel, Journal of engineering materials and technology, 1975, p. 305-312

GOODS S.H., NIEH T.G., Mechanisms of intergranular cavity nucleation and growth during creep, Scripta metallurgica, 1983, 17, p. 23-30

GRANT N.J., BUCKLIN A.G., ROWLAND W., Creep rupture properties of cold-worked type 347 stainless steel, Transactions of the american society for metals, 1956, 48, p. 446-455

GRONG Ø., Metallurgical modelling of welding, The Institute of Materials, London, 1994

GROT A.S., SPRUIELL J.E., Microstructural stability of titanium-modified type 316 and type 321 stainless steel, Metallurgical transactions A, 1975, 6A, p. 2023-2030

GURSON A., Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth : Part 1 – Yield criteria and flow rules for porous ductile media, J.Mech.mat.Technol., 1988, 99, p.2-15

GUTTMANN V., TIMM J., Relationship between structure and creep properties of a predeformed austenitic steel, in : Mechanical behaviour and nuclear applications of stainless steel at elevated temperatures, Varese, 1981, p. 106-112

HADDRILL D.M., BACKER R.G., Heat affected zone cracking in thick section austenitic steels during post-weld heat treatment, in : 2<sup>nd</sup> Commonwealth Welding Conference, London, 1965, p. 103-108

HAIGH J.R., RICHARDS C.E., Yield points and compliance functions of fracture mechanics specimens, 1974, Central electricity research laboratories, Internal report n° RD/L/M461

HALES R., The role of cavity growth mechanisms in determining creep-rupture under multiaxial stresses, Fatigue & fracture of engineering materials & structure, 1994, 17, 5, p. 579-591

HAM R.K., The determination of dislocation densities in thin films, Philosophical Magazine, 1961, 6, p. 1183-1184

HARRIES D.R., Physical metallurgy of Fe-Cr-Ni austenitic steels, in : Mechanical behaviour and nuclear applications of stainless steel at elevated temperatures, Varese, May 1981, p. 1/1-1/25

HE J., HAN G., FUKUYAMA S., YOKOGAWA K., Influence of carbide on intergranular creep rupture of type 304 stainless steel, Materials science and technology, 1998, 14, p. 1249-1256

HENRY G., MICHAUT B., ROFES-VERNIS J., Traitements thermomécaniques à haute température d'aciers inoxydables austénitiques du type Z6 CND 17-13 B, Revue de métallurgie, 1974, p. 897-904

HERAUD S., Du polycristal au multicristal : élaboration d'un mésoscope numérique pour une analyse locale en élastoviscoplasticité, Thèse de l'Ecole Polytechnique, 17 décembre 1998, rapport CEA-R-5925, 2000

HOLT P.J., SPINDLER M.W., A practical application of continuum damage mechanics to plant integrity assessment, in : Symposium on inelasticity and damage in solids subject to microstructural change, Faculty of engineering & applied science, Memorial university of Newfoundland, Canada, 25-27 sept. 1996

HOPKIN L.M.T., TAYLOR L.H., Creep properties of Cr-Ni-Mo austenitic steel in relation to structure, Journal of the iron and steel institute, 1967, p. 17-27

HULL D., RIMMER D.E., The growth of grain boundary voids under stress, Philosophical magazine, 1959, 4, p. 673-687

IRVINE K.J., MURRAY J.D., PICKERING F.B., The effect of heat-treatment and microstructure on high-temperature ductility of 18%Cr-12%Ni-1%Nb steels, Journal of Iron and Steel Institute, 1960, October, p. 166-179

KANEKO Y., KANEKO K., NOHARA A., SAKA H., Evidence for Suzuki effect in Fe-Ni-Cr austenitic stainless steel, Philosophical magazine A, 1995, 71, 2, p.399-407

KASSNER M.E., HAYES T.A., Creep cavitation in metals, International journal of plasticity, 2003, 19, 10, p. 1715-1748

KEOWN S.R., PICKERING F.B., Effect of niobium carbide on the creep-rupture properties of austenitic stainless steels, in : International conference on creep strength in steel and high temperature alloy, Sheffield, 1972, ed. The metals society, London, 1974, p. 134-143

KESTENBACH H.J., KRAUSE W., Da SILVEIRA T.L. , Creep of 316 stainless steel under high stresses, Acta metallurgica, 1978, 26, p. 661-670

KESTENBACH H.J., On the effect of carbide precipitation during creep of 304 and 316 type stainless steels, Metallurgical transactions A, 1988, 19, p. 387-389

KIKUCHI M., SHIOZAWA K., WEERTMAN J.R., Void nucleation in austenite : theory and experiments, Acta metallurgica, 1981, 29, p. 1747-1758

KIKUCHI S., ILSCHNER B., Effects of a small prestrain at high temperatures on the creep behaviour of AISI 304 stainless steel, Scripta metallurgica, 1986, 20, p. 159-162

KOKAWA H., KUWANA T., Relationship between grain boundary structure and intergranular corrosion in heat-affected zone of type 304 stainless steel weldments, Transactions of the Japan welding society, 1992, 23, p. 11-19

LACOMBE P., BAROUX B., BERANGER G., Les aciers inoxydables, Les éditions de physique, 1990

LAGNEBORG R., A modified recovery-creep model and its evaluation, Metal science journal, 1972, 6, p.127-133

LEMAITRE J., CHABOCHE J.-L., Mécanique des matériaux solides, Dunod, 1996

MARSHALL P., Austenitic stainless steels : microstructure and mechanical properties, Elsevier, 1984

MATHEW M.D., SUNDARARAMAN M., MANNAN S.L., Dislocation substructure and precipitation in type 316 stainless steel deformed in creep, Materials transactions JIM, 1997, 38, p. 37-42

McMAHON C.J., DOBBS R.J., GENTNER D.H., Stress relief cracking in MnMoNi and MnMoNiCr pressure vessels steels, Materials science and engineering, 1979, 37, p. 179-186

MEITZNER C.F., Stress relief cracking in steel weldments, Welding Research Council Bulletin, 1975, 211, p. 1-17

MICHEL B., Formulation of a new intergranular damage model for austenitic stainless steels, Nuclear engineering and design, 2003, actuellement sous presse

MICHEL D.J., MOTEFF J., LOVELL A.J., Substructure of type 316 stainless steel deformed in slow tension at temperatures between 21°C and 816°C, Acta metallurgica, 1973, 21, p. 1269-1277

MOEN R.A., SMITH G.V., A consideration on limits of cold working in nuclear construction, Journal of engineering materials and technology, 1975, avril, p. 162-171

MOORE N.E., GRIFFITHS J.A., Microstructural causes of heat-affected zone cracking in heavy section 18-12-Nb austenitic stainless steel welded joints, Journal of Iron and Steel Institute, 1961, january, p. 29-39

- MORRIS D.G., Creep in type 316 stainless steel, Acta metallurgica, 1978, 26, p. 1143-1151
- MORRIS D.G., Creep failure in type 316 austenitic steel, Metal science, 1978, p. 20-29
- MORRIS D.G., HARRIES D.R., Creep and rupture in type 316 stainless steel at temperatures between 525 and 900°C, part I : creep rate, Metal science, 1978, p. 525-531
- MORRIS D.G., HARRIES D.R., Creep and rupture in type 316 stainless steel at temperatures between 525 and 900°C, part II : rupture and ductility, Metal science, 1978, p. 532-541
- MURR L.E., ADVANI S., SHANKAR S., ATTERIDGE D.G., Effects of deformation (strain) and heat treatment on grain boundary sensitization and precipitation in austenitic stainless steels, Materials characterization, 1990, 24, p.135-158
- MYHR O.R., GRONG Ø., Dimensionless maps for heat flow analyses in fusion welding, Acta metallurgica et materialia, 1990, 38, 3, p.449-460
- NAKAO Y., Study on reheat cracking of nickel-base superalloy, Transactions of the Japan welding society, April 1988, 19, p. 66-74
- NAM S.W., Assessment of damage and life prediction of austenitic stainless steel under high temperature creep-fatigue interaction condition, Material science and engineering A, 2002, A322, p. 64-72
- NEEDHAM N.G., GLADMAN T., Nucleation and growth of creep cavities in a Type 347 steel, Metal science, 1980, February, p. 64-72
- ORR J., COLLINS M.J., The effect of cold work on the creep strength and microstructure of esshete 1250, in : Creep and fracture of engineering materials and structures, 2, ed. B. Wilshire, D.R.J. Owen, 1984, Pineridge press, p. 775-788
- ORTNER S.R., HIPPSLEY C.A., High temperature brittle intergranular failure in austenitic stainless steels, Materials Science and Technology, 1992, 8, October, p. 883-895
- ORTNER S.R., HIPPSLEY C.A., Effect of aging on high temperature brittle intergranular fracture in austenitic stainless steels, Materials Science and Technology, 1995, 11, October, p. 998-1005
- PARKER J.D., WILSHIRE B., The effects of prestrain on the creep and fracture behaviour of polycrystalline copper, Materials science and engineering, 1980, 43, p. 271-280
- PICKERING F.B., Physical metallurgy of stainless steel developments, International metals reviews, 1976, December, p. 227-268

PIQUES R., Mécanique et mécanismes de l'amorçage et de la propagation de fissures en viscoplasticité dans un acier inoxydable austénitique, Thèse Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 15 février 1989

POQUILLON D., CABRILLAT M-T., PINEAU A., Local approach : numerical simulations of creep and creep fatigue crack initiation and growth in 316 L SPH austenitic stainless steel, in: Local approach to fracture, Euromech-mecamat 96, 9-11 septembre 1996, Fontainebleau, France, Les éditions de physique, 1997, p. 421-430

POQUILLON D., CHABAUD-REYTIER M., ALLAIS L., PINEAU A., Modelling creep damage in heat affected zone in 321 stainless steel. Part 2 :Application to creep crack initiation simulations, Materials at high temperatures, 2001, 18, 2, p. 82-90

RCC-M, Règles de conception et de construction des matériels mécaniques des îlots nucléaires PWR, tome II – Matériaux (2<sup>ème</sup> partie), association française pour les règles de conception et de construction des matériels des chaudières électro-nucléaires, juin 1988

RCC-MR, Règles de conception et de construction des matériels mécaniques des îlots RNR, association française pour les règles de conception et de construction des matériels des chaudières électro-nucléaires, 1993

RICE J.R., TRACEY D.M., On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields, J.Mech.Phys.Solids, 1969, 17, p.201-217

RIEDEL H., Fracture at high temperatures, Springer-Verlag, 1987, Heidelberg

ROSENTHAL D., Welding journal, 1941, 20, p. 220s

RUSSELL B., HAM R.K., SILCOCK J.M., WILLOUGHBY G., Creep mechanisms in niobium-stabilized austenitic steels, Metal science journal, 1968, 2, p. 201-209

SADANANDA K., SHAHINIAN P., Effect of environment on crack growth behavior in austenitic stainless steels under creep and fatigue conditions, Metallurgical transactions A, 1980, 11, p. 267-276

SAEGUSA T., UEMURA M., WEERTMAN J.R., Grain boundary void nucleation in austenite produced by room temperature deformation and anneal, Metallurgical transactions A, 1980, 11, p. 1453-1458

SAMUEL K.G., BHANU SANKARA RAO K., MANNAN S.L., et al., Influence of prior cold work on the creep behaviour of an AISI 316 LN austenitic stainless steel at 948K, Transactions of the Indian Institute of metals, 1996, 49, p. 407-412

SASIKALA G., MATHEW M.D., BHANU SANKARA RAO K., MANNAN S.L., Creep deformation and fracture behavior of types 316 and 316L(N) stainless steels and their weld metals, Metallurgical and materials transactions A, 2000, 31, p. 1175-1185

SOLOMON H.D., Variables influencing weld sensitization of austenitic stainless steel, in : Weldments : physical metallurgy and failure phenomena, 5<sup>th</sup> Bolton Landing conference, R.J. Christoffel, E.F. Nippes, H.D. Solomon, August 1978, General electric company, p. 149-163

SOURMAIL T., Precipitation in creep resistant austenitic stainless steels, Materials science and technology, 2001, 17, p. 1-14

SPINDLER M.W., 2000, communication privée du 18 janvier à M.T. Cabrillat

SPINDLER M.W., 2001, communication privée du 28 mars à Q. Auzoux

SPINDLER M.W., The multiaxial creep ductility of austenitic stainless steels, in : High Temperature Mechanical Testing Committee Meeting on Multiaxial Creep Testing and Interpretation, Institute of metals, London, 2001

SPRUIELL J.E., SCOTT J.A., ARY C.S., HARDIN R.L., Microstructural stability of thermal-mechanically pretreated type 316 austenitic stainless steel, Metallurgical transactions, 1973, 4, p. 1533-1544

THOMAS R.D., HAZ cracking in thick sections of austenitic stainless steels - part I, Welding Journal, 1984, december, p. 24-32

THOMAS R.D., HAZ cracking in thick sections of austenitic stainless steels - part II, Research Supplement to the Welding Journal, 1984, december, p. 355-368

THOMAS R.G., KEOWN S.R., Stress relief of austenitic weldments: microstructural and mechanical property effects, in : Mechanical behaviour and nuclear applications of stainless steel at elevated temperatures, Varese, 1981, p. 29-38

TRILLO E.A., MURR L.E., Effects of carbon content, deformation, and interfacial energetics on carbide precipitation and corrosion sensitization in 304 stainless steel, Acta materialia, 1999, 47, p. 235-245

TRUMAN R.J., KIRKBY H.W., Some ductility aspects of 18-12-1Nb steel, Journal of Iron and Steel Institute, 1960, October, p. 180-188

TVERGAARD V., NEEDLEMAN A., Analysis of cup-cone fracture in a round tensile bar, Acta metallurgica, 1984, 32, p. 157-169

VAN WORTEL J.C., Relaxation cracking in the process industry, an underestimated problem, Maintenance for managing life and performance, 1998, p. 637-647

VASUDEVAN M., VENKADESAN S., SIVAPRASAD P.V., Influence of Ti/(C+6/7N) ratio on the recrystallization behaviour of a cold worked 15Cr-15Ni-2.2Mo-Ti modified austenitic stainless steel, Journal of nuclear materials, 1996, 231, p. 231-241

WADSWORTH J., WOODHEAD J.H., KEOWN S.R., The influence of stoichiometry upon carbide precipitation, Metal science, 1976, October, p. 342-348

WEISS B., STICKLER R., Phase instabilities during high temperature exposure of 316 austenitic stainless steel, Metallurgical transactions, 1972, 3, p. 851-866

WEISS J., Endommagement en viscoplasticité cyclique sous chargement multiaxial à haute température d'un acier inoxydable austénitique, Thèse Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 16 septembre 1992

WEISS J., PINEAU A., Fatigue and creep-fatigue damage of austenitic stainless steels under multiaxial loading, Metallurgical transactions A, 1993, 24A., p. 2247-2261

WHITE C.L., PADGETT R.A., SWINDEMAN R.W., Sulphur and phosphorus segregation to creep cavities and grain boundaries in 304 stainless steel, Scripta metallurgica, 1981, 15, p. 777-782

WILLIAMS T.M., HARRIES D.R., Creep strength of 17%Cr-11%Ni-2.5%Mo austenitic steel stabilized by titanium, in : International conference on creep strength in steel and high temperature alloy, Sheffield, 1972, p. 152-158

WILLIAMS T.M., Recovery and recrystallisation in type 316 and FV548 austenitic stainless steels, in : Recrystallization and grain growth of multi-phase and particle containing materials, 1<sup>st</sup> Risø, ed. N. Hansen, A.R. Jones, T. Leffers, 1980, p. 263-268

WILSHIRE B., WILLIS M.R., Creep and creep fracture of prestrained type 316H stainless steel, in : Creep'01, Proceedings of the 10<sup>th</sup> international conference on creep and fracture of engineering materials and structures, Prague, 8-11 avril 2001, p. 6-15

YOSHIDA M., LEVAILLANT C., PIQUES R., PINEAU A., Quantitative study of intergranular damage in an austenitic stainless steel on smooth and notched bars, in : High temperature fracture mechanisms and mechanics, MECAMAT international seminar 1987, Mechanical Engineering Publications, London, 1990, p. 3-21

YOUNGER R.N., BACKER R.G., Heat affected zone cracking in welded high-temperature austenitic steels, Journal of Iron and Steel Institute, 1960, october, p. 188-194

YOUNGER R.N., BACKER R.G., Heat affected zone cracking in welded austenitic steels during heat treatment, Report B5/11/61 of the British Welding Research Association, 1961, December, p. 672-687

YOUNGER R.N., HADDRILL D.M., BACKER R.G., Post-weld heat treatment of high-temperature austenitic steels, Journal of Iron and Steel Institute, 1963, August, p. 693-698

## VIII Annexe A : Compléments de bibliographie

Afin d'apporter au lecteur le maximum d'informations sur la métallurgie et la déformation des aciers inoxydables austénitiques ainsi que sur la fissuration en relaxation, sans pour autant alourdir la partie Bibliographie, nous avons choisi de placer en annexe un certain nombre d'éléments complémentaires. Il s'agit tout d'abord de données expérimentales concernant les cinétiques de précipitation et la restauration de l'écroissage. Ensuite, nous évoquerons la fissuration en relaxation dans d'autres alliages métalliques : les aciers faiblement alliés et les alliages base nickel. Puis nous analyserons dans le détail les mécanismes de déformation en fluage des aciers inoxydables non stabilisés. Enfin, nous décrirons l'effet d'écroissage sur l'endommagement intergranulaire des alliages base nickel.

### VIII.1 Données expérimentales complémentaires

#### VIII.1.1 Cinétique de précipitation

##### VIII.1.1.1 Précipitation dans les aciers non stabilisés

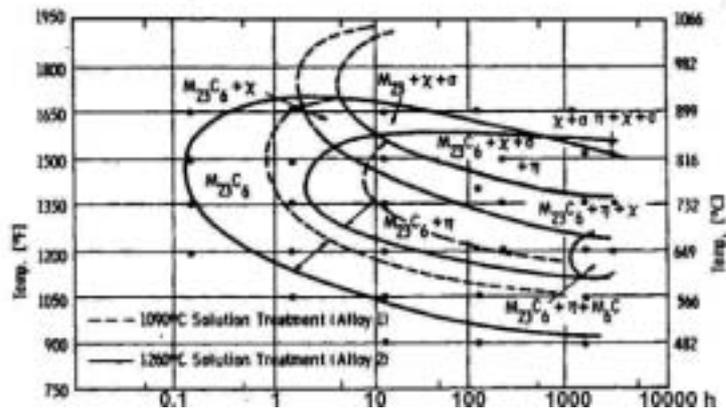
La Figure 249, tirée de Weiss et Stickler (1972), montre l'effet de la teneur en carbone et de l'écroissage sur la précipitation dans des aciers 316. Plus récemment, Parvathavarthini et Dayal (2002) ont étudié la cinétique de sensibilisation à la corrosion intergranulaire dans des aciers 316 à teneur en azote contrôlée. Rappelons que ce type de corrosion est directement lié à la teneur en chrome au voisinage des joints et donc à la précipitation intergranulaire. Comme on peut le voir sur la Figure 250, les mesures confirment le rôle important de la teneur en carbone ainsi que celui de l'écroissage.

##### VIII.1.1.2 Précipitation dans les aciers stabilisés

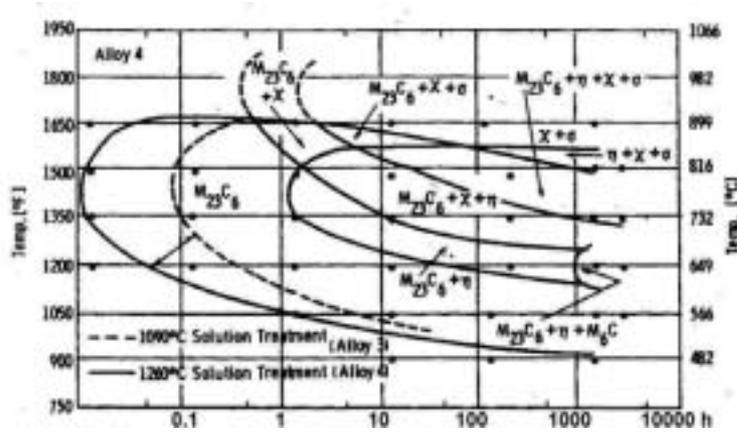
Grot et Spruiell ont publié en 1975 une étude de la cinétique de précipitation dans un acier 316 modifié par l'ajout de titane ( $Ti=0.29\%$ ) et un acier 321 ( $Ti=0.50\%$ ). La température d'hypertrempe de  $1200^{\circ}C$  n'était pas suffisamment élevée pour remettre en solution tous les carbo-nitrides primaires et les carbo-sulfures ( $Ti_4C_2S_2$ ), il n'y a donc pas d'étude de la précipitation de ces phases. Les auteurs insistent sur le fait que ces précipités ne semblent pas se redissoudre pour former les autres phases. Leur existence est donc étendue à tout le domaine exploré. La précipitation de carbures  $M_{23}C_6$  et des phases intermétalliques  $\sigma$  ( $FeCr$ ) et  $\chi$  ( $Fe_xCr_yMo_z$ ) est, en revanche, décrite de manière quantitative sur la Figure 251.

Par rapport au 316 sans titane de Weiss et Stickler (1972), le 316 stabilisé, qui a la même teneur en carbone, présente une cinétique de précipitation de carbures  $M_{23}C_6$  bien moins rapide. Cela paraît naturel, puisqu'une partie du carbone est piégé par les carbures de titane. Comme on peut le voir sur la Figure 252, l'effet est encore plus important pour l'acier 321 qui contient davantage de titane.

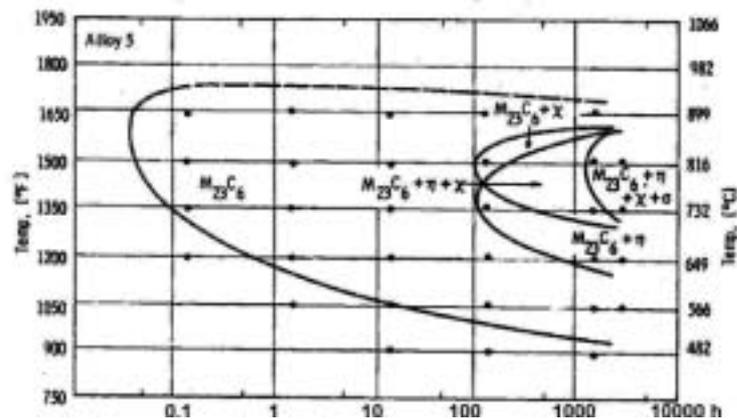
Ici encore, il a été constaté qu'un écroissage à froid préalable au vieillissement accélère la précipitation des carbures de chrome et favorise l'apparition de la phase  $\sigma$ . Les auteurs donnent la même explication à ce phénomène que Weiss et Stickler pour les températures qui ne conduisent pas à une recristallisation rapide. Mais ils proposent un autre mécanisme pour les températures plus élevées : la recristallisation, lorsqu'elle intervient pendant le vieillissement, augmente le nombre de sites de germination en créant de nouveaux et nombreux joints de grains. Les auteurs discutent également de la tendance des alliages à former des composés intermétalliques en fonction du pourcentage de chrome équivalent effectif (ie. après précipitation des carbures).



a) Acier 316 à 0.023% de carbone, états hypertrempés à 1090°C et 1260°C



b) Acier 316 à 0.023% de carbone, états hypertrempés à 1090°C et 1260°C puis écroui 20% à température ambiante



c) Acier 316 à 0.066% de carbone, état hypertrempé à 1260°C

Figure 249 : Cinétique de précipitation dans des aciers 316, d'après Weiss et Stickler (1972)

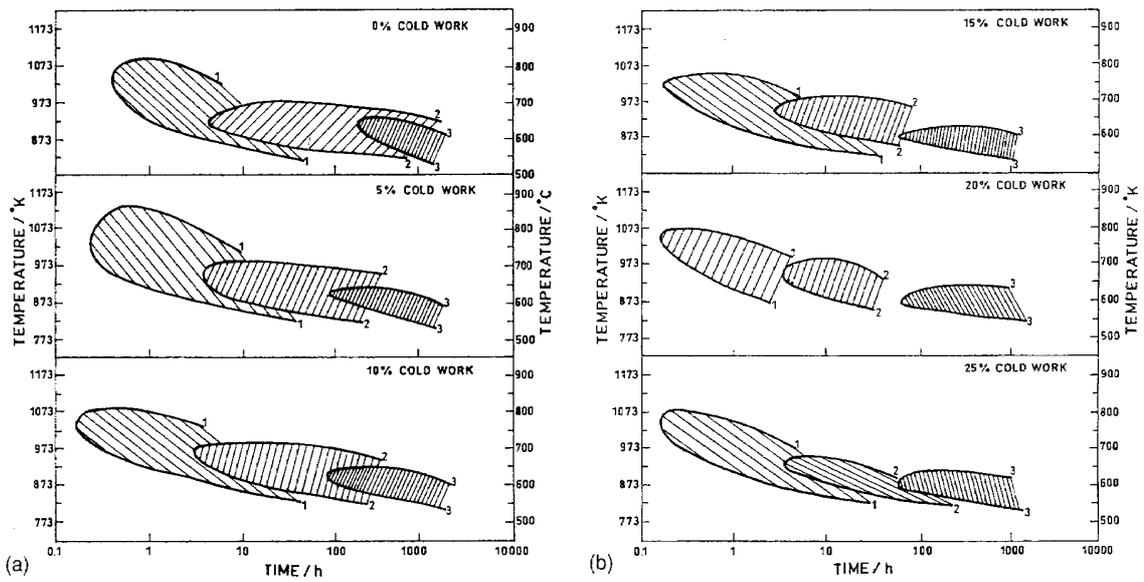
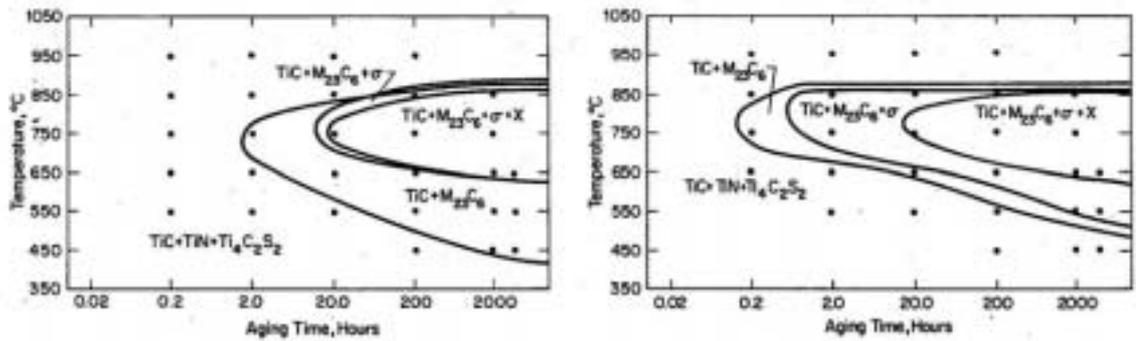


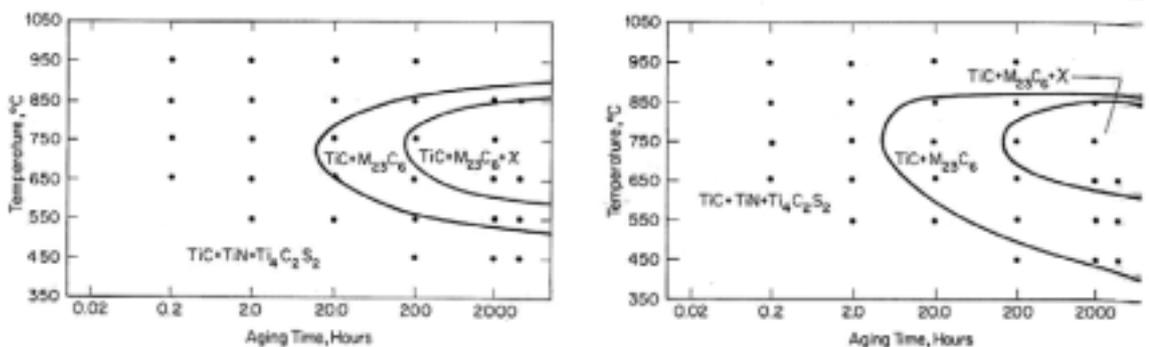
Figure 250 : Domaine de sensibilisation à la corrosion intergranulaire pour des aciers 316 en fonction du degré d'écrouissage, acier 1 : 0.054% C, 0.053% N,  $Cr_{eff} = 12.57\%$ , acier 2 : 0.043% C, 0.075% N,  $Cr_{eff} = 14.36\%$ , acier 3 : 0.030% C, 0.086% N,  $Cr_{eff} = 16.03\%$ , d'après Parvathavarthini et Dayal (2002)



a) sans pré-écrouissage

b) avec 20% de pré-écrouissage

Figure 251 : Cinétiques de précipitation dans un acier 316 stabilisé au titane à 0.06% de carbone, d'après Grot et Spruiell (1975)



a) sans pré-écrouissage

b) avec 20% de pré-écrouissage

Figure 252 : Cinétiques de précipitation dans un acier 321 stabilisé au titane à 0.06% de carbone, d'après Grot et Spruiell (1975)

### **VIII.1.2 Restauration de l'écrouissage**

#### **VIII.1.2.1 Restauration des aciers non stabilisés**

La Figure 253 tirée de Weiss et Stickler (1972) montre que même après plusieurs milliers d'heures à 650°C ou 815°C, la dureté d'aciers 316 à 0.02% de carbone écrouis n'est pas totalement restaurée. S'appuyant sur des observations par microscopie électronique en transmission, ils expliquent ce phénomène par la précipitation de fins carbures intragranulaires qui stabilisent la microstructure de dislocations issue de l'écrouissage. Ils attribuent également aux carbures intragranulaires l'augmentation de la dureté observée dans les aciers hypereutectés puis vieillis. On constate également sur la Figure 253 que les aciers hypereutectés à 1260°C sont moins durs que ceux hypereutectés à 1090°C. Ceci est certainement lié à un effet de taille de grains (100 µm en moyenne pour 1090°C et 250 µm pour 1260°C).

Spruiell et al. (1973) montrent des mesures similaires sur un acier 316 à 0.05% de carbone écroui puis vieilli à 710°C. On peut voir sur la Figure 254 que la dureté chute dès la première heure, puis qu'elle reste relativement élevée même après 1000 heures à 710°C. Le plus surprenant est que les examens en microscopie électronique en transmission révèlent que l'acier écroui de 40% débute sa recristallisation dès 1 heure à cette température. Les auteurs expliquent ce résultat par l'effet de la précipitation qui intervient pendant le vieillissement. Par ailleurs, les examens en MET montrent que l'état écroui de 20% n'a pas commencé à recristalliser avant 3250 heures à 710°C. En revanche, la recristallisation de l'acier à l'état pré-vieilli puis écroui 20% débute dès 168 heures à 710°C. Le pré-vieillessement cause la précipitation des carbures avant écrouissage, il n'y a donc plus beaucoup de carbone disponible pour précipiter sur la structure de dislocations créée par l'écrouissage. D'après les auteurs, ce résultat indique que la précipitation en cours de vieillissement après écrouissage retarde la cinétique de restauration et de recristallisation. Cependant, on pourrait aussi imaginer que ce sont les atomes de carbone en solution qui retardent la restauration et la recristallisation. Le pré-vieillessement causant la diminution de cette teneur en solutés accélérerait la cinétique de recristallisation.

#### **VIII.1.2.2 Restauration des aciers stabilisés**

Vasudevan et al. (1996) qui ont étudié des aciers stabilisés au titane écrouis de 20% pensent que ce sont les carbures secondaires qui contrôlent la cinétique de restauration. Ils évoquent notamment l'effet du rapport de stabilisation Ti/C. On voit sur la Figure 255 a) que la quantité de carbures primaires augmente avec le rapport Ti/C pour des compositions hyper-stœchiométriques. De même, la quantité de carbone disponible pour la précipitation secondaire diminue. Pour ces deux raisons, l'alliage le plus proche de la stœchiométrie résiste mieux à la restauration et à la recristallisation. Ce résultat est illustré Figure 255 b). De plus, contrairement aux autres nuances testées, cet acier présente une précipitation intergranulaire de carbures de chrome. D'après les auteurs ces précipités sont à même d'épingler les joints de grains et ainsi de retarder la recristallisation. Vasudevan et Palanichamy (2003) ont complété cette étude par des mesures de vitesse de propagation d'ondes ultra-sonores, qui permettent de distinguer les stades de restauration et de recristallisation. Ils peuvent ainsi associer la chute de dureté observée vers 973 K à la restauration de l'écrouissage et celle observée vers 1123 K à la recristallisation.

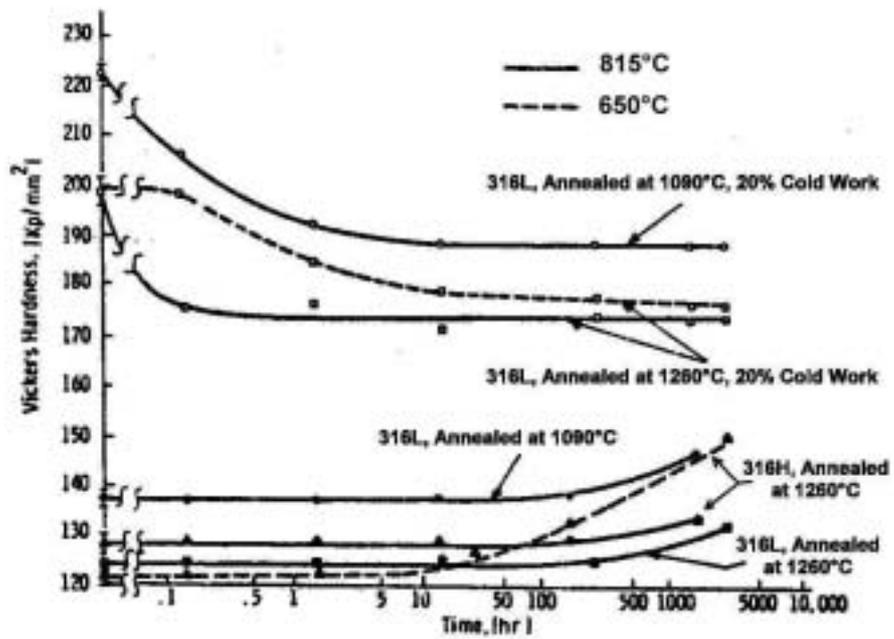


Figure 253 : Evolution de la dureté lors de vieillissements d'aciers 316, d'après Weiss et Stickler (1972)

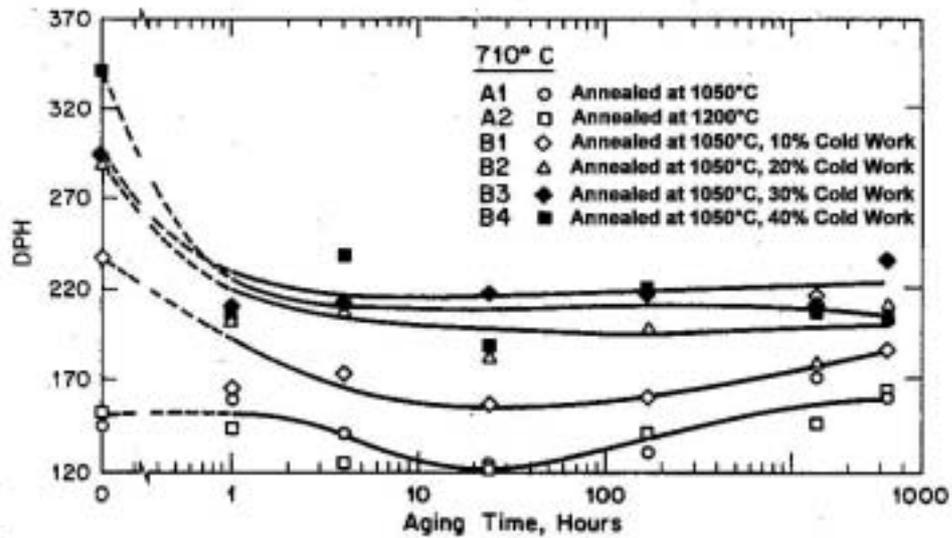


Figure 254 : Evolution de la dureté Vickers lors de vieillissement d'un acier 316 à 0.05% de carbone, d'après Spruiell et al. (1973)

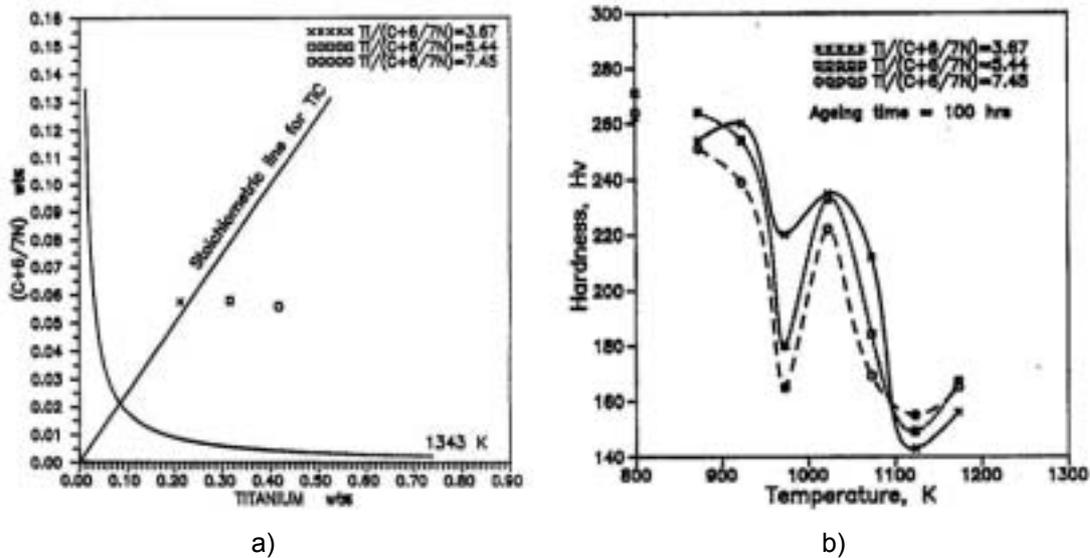


Figure 255 : a) Diagramme de solubilité pour des aciers stabilisés au titane hypertrempés à 1070°C puis écrouis de 20%, b) Evolution de la dureté de ces aciers, en fonction de la température de vieillissement, et du rapport de stabilisation  $Ti/(C + 6/7 N)$ , d'après Vasudevan et al. (1996)

## VIII.2 Fissuration en relaxation d'autres alliages

### VIII.2.1 Fissuration en relaxation des aciers faiblement alliés

Contrairement au cas des aciers inoxydables austénitiques, la fragilité des anciens joints de grains austénitiques constatée lors de la fissuration en relaxation des aciers faiblement alliés, a depuis longtemps été associée à la ségrégation d'impuretés (McMahon et al. 1979). Ces auteurs pensent notamment que des sulfures de chrome sont remis en solution lors du soudage et qu'ils ne reprécipitent pas au refroidissement. A l'état de solutés, le soufre peut alors ségréger au niveau des joints de grains. Des corrélations ont même été établies entre la composition chimique et la sensibilité de ces aciers à la fissuration en relaxation mesurée par exemple lors d'essais de flexion sur éprouvettes entaillées ayant subi un traitement thermique à haute température. McMahon et al. (1979) montrent que pour les aciers qu'ils ont testés, l'ouverture de l'entaille mesurée pour une longueur de fissure donnée diminue linéairement lorsque le paramètre suivant augmente :

$$0.2 \text{ Cu} + 0.44 \text{ S} + 1.0 \text{ P} + 1.8 \text{ As} + 1.9 \text{ Sn} + 2.7 \text{ Sb} + 1.0 \text{ Cr} \quad (\text{en \% massiques})$$

Les auteurs fournissent deux explications à l'effet néfaste du chrome. Celui-ci augmente d'une part la résistance de l'acier à la déformation et limite donc le taux de relaxation des contraintes ce qui favorise l'endommagement intergranulaire. D'autre part, l'augmentation de la teneur en chrome déplace certainement l'équilibre entre sulfures de chrome et sulfures de manganèse. Or les sulfures de chrome sont moins stables que les sulfures de manganèse. L'augmentation de la teneur en chrome permet donc sans doute de libérer davantage de soufre lors d'un cycle thermique donné.

Deux articles plus récents de Bika et al. (1995) montrent comment on peut interpréter par un modèle de diffusion intergranulaire du soufre assisté par la contrainte, les expériences de fissuration en fluage ou en traction lente réalisées sur ce type de matériau. Ils expliquent notamment par ce modèle la formation de stries à l'échelle sub-micronique que l'on peut observer sur les facettes intergranulaires.

### VIII.2.2 Fissuration en relaxation des alliages à base nickel

Nous n'avons pas réalisé d'étude bibliographique approfondie de la fissuration en relaxation des alliages base nickel. Cependant, l'article de Nakao (1988) montre que de nombreuses similitudes semblent exister entre la sensibilité du Waspaloy et celle des aciers inoxydables austénitiques stabilisés. Il propose deux mécanismes différents pour expliquer la fissuration qui peut se développer lors des traitements de détensionnement. Il ne développe que peu le premier mécanisme qui implique la fusion d'un eutectique qui peut se former à partir de composés intergranulaires, tels que les carbures de titane, lorsque la température excède 1265°C. Il se concentre en revanche sur le deuxième mécanisme qui concerne le durcissement intragranulaire par précipitation de la phase  $\gamma'$   $\text{Ni}_3(\text{Ti},\text{Al})$ . Comme dans le cas des aciers stabilisés, il obtient, Figure 256, une corrélation entre la dureté et la « ductilité » mesurée sur éprouvette entaillée. Comme dans le cas des aciers stabilisés, le domaine de sensibilité maximale correspond à celui de la précipitation intragranulaire soit environ 800°C-900°C. A dureté égale, il constate également l'effet néfaste de l'augmentation de la taille de grains. Il parvient à reproduire la fissuration au voisinage de soudures sur des éprouvettes réchauffées sous charge constante. La Figure 257 montre que, si la charge appliquée est suffisamment faible et la vitesse de chauffage suffisamment élevée, le matériau peut traverser la zone de sensibilité sans fissurer. En revanche, si la charge est trop élevée ou la vitesse de chauffage trop lente, l'auteur constate la propagation intergranulaire de la fissure.

L'alliage Inconel 718 a justement été développé pour limiter les risques de fissuration en relaxation (Eiselstein 1965). La précipitation de  $\gamma'$  et  $\gamma''(\text{Ni}_3\text{Nb})$  est plus lente que dans le waspaloy, par conséquent elle n'intervient pas lors des traitements de détensionnement, les zones affectées ne durcissent donc pas, et la fissuration en relaxation est évitée.

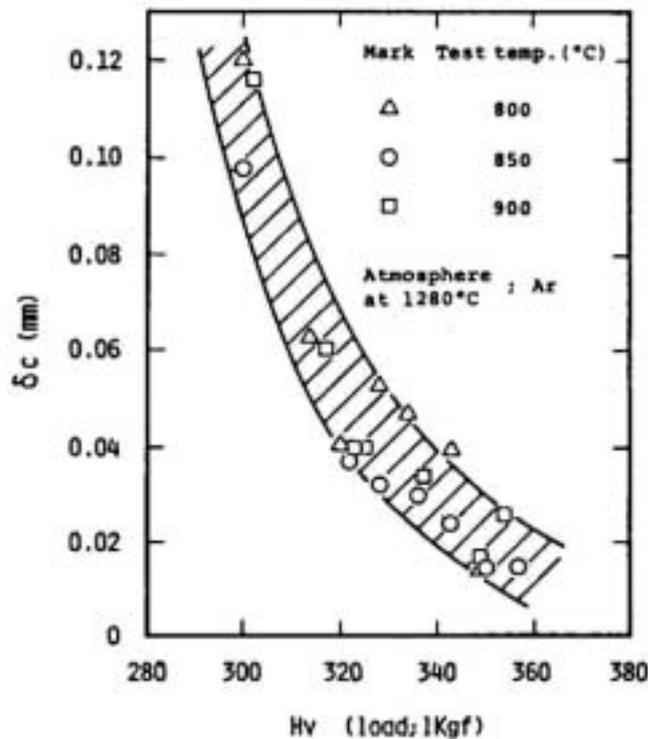


Figure 256 : Variation de la ductilité critique d'un alliage Waspaloy, mesurée en traction sur éprouvette entaillée, rayon d'entaille : 0.1 mm, en fonction de la dureté et de la température de l'essai, d'après Nakao (1988)

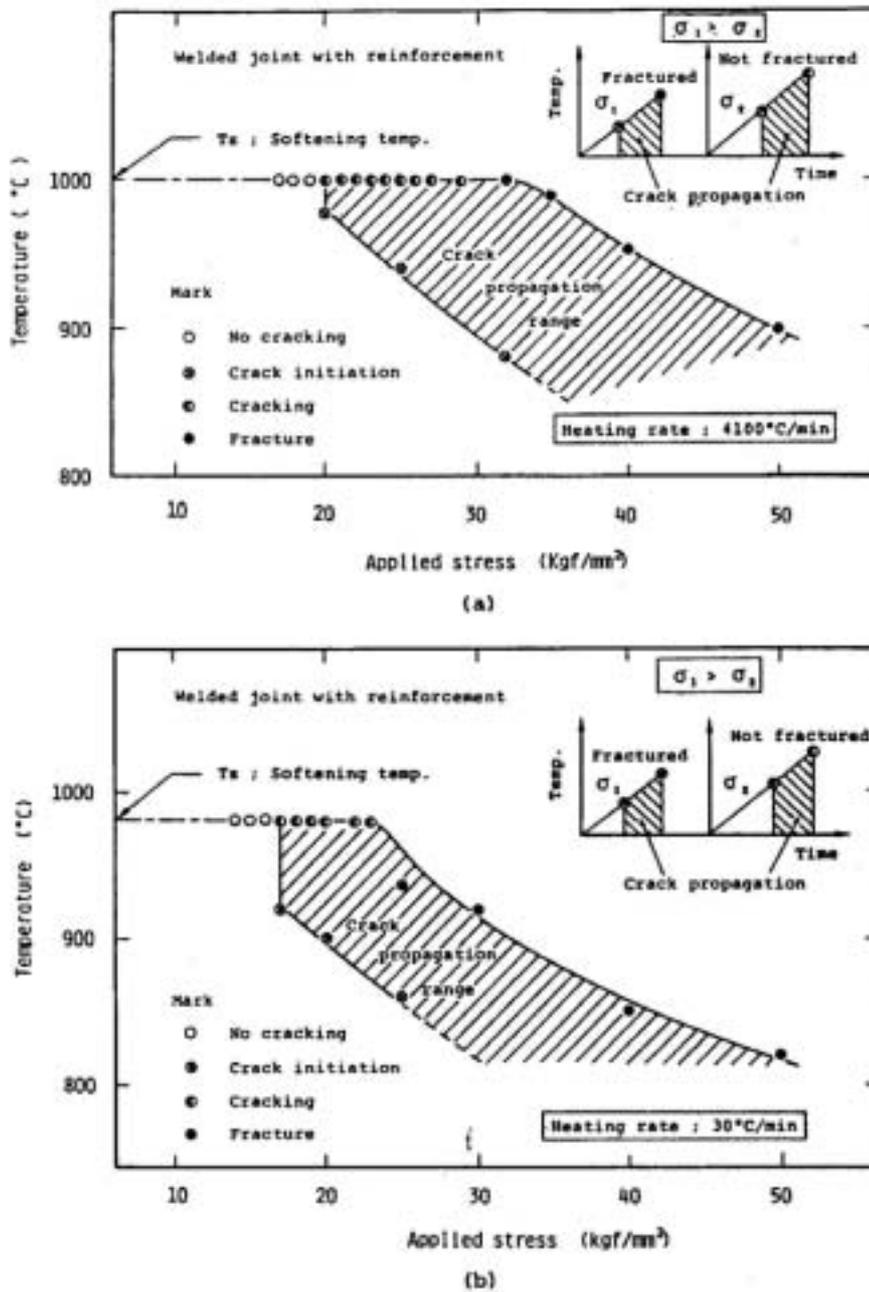


Figure 257 : Diagramme de fissuration au réchauffage d'un alliage Waspaloy au cours d'essais à contrainte constante réalisés sur éprouvette contenant des soudures réelles, en fonction de la contrainte imposée et de la vitesse de chauffage, d'après Nakao (1988)

### VIII.3 Mécanismes de fluage des aciers inoxydables austénitiques non stabilisés

#### VIII.3.1 Effet de solution solide

Un certain nombre d'observations expérimentales mettent en évidence le rôle des solutés dans le contrôle de la déformation viscoplastique des aciers inoxydables austénitiques non stabilisés.

Nous citerons premièrement le vieillissement dynamique de type Portevin-Le Chatelier. Cet effet se traduit par des oscillations sur la courbe charge-déplacement lorsque la machine est contrôlée en déplacement, ou des incréments brutaux de déformation lorsque la machine est contrôlée en charge (Blanc 1986). Ce comportement est lié à l'existence de deux régimes d'interaction entre dislocations et solutés. Lorsque la vitesse moyenne des dislocations est supérieure à la vitesse de diffusion des solutés, on parle du régime de friction. Dans le cas contraire, il s'agit du régime de traînage, les dislocations se déplacent en traînant les solutés. Pour une même force sur la dislocation, il existe donc deux vitesses de déplacement suivant le régime. Dans un domaine où les vitesses des dislocations sont voisines de la vitesse de diffusion des solutés, le passage d'un régime à l'autre cause des instabilités. Barnby (1965) observe cet effet sur un acier 316 lors d'essais de traction à  $1.3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  entre  $300^\circ\text{C}$  et  $700^\circ\text{C}$ . Cette gamme de température correspond approximativement à celle proposée dans la Figure 258 par Blanc (1986). Dans ce domaine, la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation est perturbée par le vieillissement dynamique et l'on observe souvent un adoucissement du matériau lorsque la vitesse de sollicitation augmente.

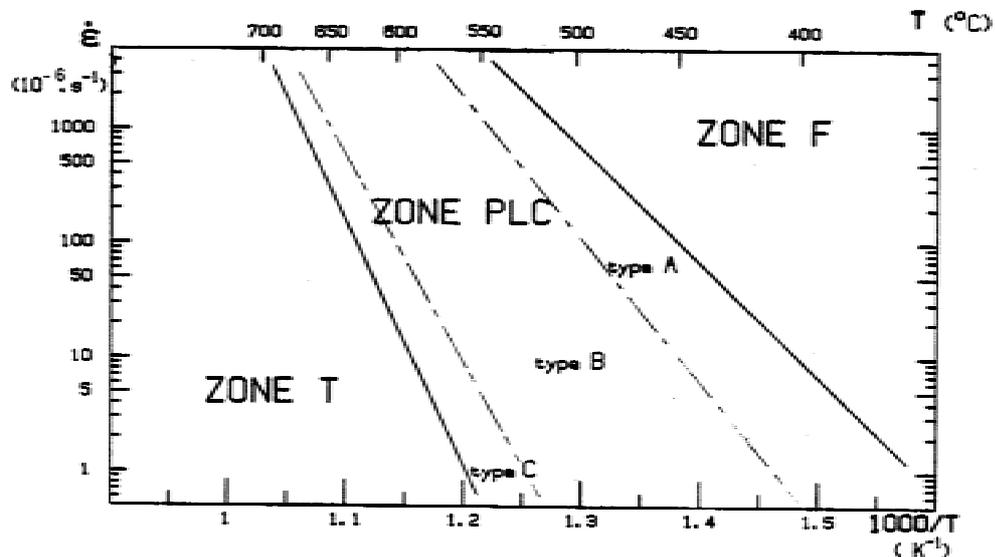


Figure 258 : Domaine d'existence de l'effet Portevin-LeChatelier (PLC) pour un acier 316 testé en traction sur une machine « dure », F signifie Friction, T signifie Traînage, d'après Blanc (1986)

Une deuxième manifestation de l'effet de solution solide est l'existence d'un crochet de traction à température ambiante lorsque le matériau a été vieilli de telle sorte que les solutés ont pu diffuser et ségréger sur des dislocations introduites préalablement. La Figure 259 illustre ce phénomène lors d'un essai de traction interrompu. Le crochet de traction peut également s'observer à température ambiante sur un matériau préalablement testé en fluage à 500°C ou 525°C. Barnby (1966) ainsi que Morris et Harries (1978) rapportent cette expérience. Ces derniers indiquent également qu'un vieillissement à 625°C avant l'essai de fluage à 525°C permet de précipiter suffisamment de carbone pour éliminer le crochet de traction.

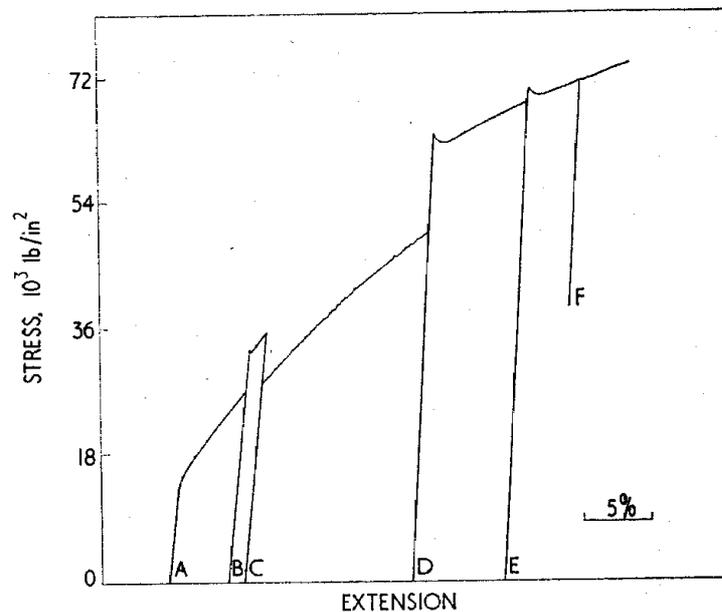


Figure 259 : Courbe charge-déplacement obtenue en traction sur un acier 316, A : essai à 300°C, B : essai à 20°C, C : essai à 300°C, D : essai à 20°C, E : essai à 20°C après vieillissement de 1 heure à 350°C, F : essai à 20°C après décharge partielle, d'après Barnby (1965)

Un autre effet de solution solide a été rapporté par Barnby (1966), Morris et Harries (1978), Deleury (1980) et Asbury (1986). Il s'agit de l'allure des courbes de fluage obtenues à 500°C, 525°C, 550°C et pour des faibles contraintes à 600°C. En plus des trois stades habituels, les auteurs ont constaté une anomalie dans la vitesse de déformation (Figure 260). Cette anomalie intervient à un temps donné dépendant de la température mais pas de la contrainte. En se basant sur des observations de microscopie en transmission, ainsi que sur des mesures d'énergie d'activation, Deleury (1980) a associé ce phénomène à l'interaction entre dislocations et éléments carburigènes. En début d'essai, ces éléments ségrègent sur les dislocations et freinent ainsi leur mouvement. La vitesse de diffusion du chrome et du molybdène contrôle alors le fluage. Ensuite, la précipitation intervient et déclenche la fin de l'anomalie de fluage. Asbury (1986) parvient aux mêmes conclusions en associant aux observations MET, le suivi de la teneur en solutés par analyse chimique et par des mesures du paramètre de maille. D'après lui ce sont le carbone et le molybdène qui contrôlent le fluage dans ce régime. Comme pour le crochet de traction, un pré-

vieillessement permettant la précipitation du carbone conduit à la suppression de cette anomalie.

La dernière manifestation de l'effet de solution solide que nous évoquerons est la corrélation entre la tenue au fluage et la teneur en solutés. D'une part, les nuances à bas carbone résistent moins bien au fluage que celles à haut carbone, y compris dans les domaines où la précipitation intragranulaire n'intervient pas pendant l'essai (en dessous de 550°C et au-dessus de 700°C). Sur la Figure 261 on peut observer cet effet pour des aciers 304 testés à différentes températures. A 550°C, la Figure 262b indique la même tendance. D'autre part, cette figure indique également qu'un pré-vieillessement diminue la durée de vie alors qu'elle améliore la ductilité, ce qui implique que le pré-vieillessement augmente la vitesse de fluage. Barnby (1966) fait la même observation sur un acier 316 testé à 600°C après vieillissement. Cependant, le carbone n'intervient pas seul dans le contrôle de la vitesse de fluage. Le molybdène est également fortement durcissant. Les nuances 316 résistent bien mieux au fluage que les nuances 304. En revanche, Asbury (1986) ne constate pas d'effet adoucissant de la chute de la teneur en molybdène dissous liée à la précipitation de phases de Laves. Il explique ce phénomène en supposant que le durcissement lié au molybdène est dû en réalité à l'interaction de paires Mo-N avec les dislocations, et qu'il est donc contrôlé par l'élément en défaut, qui est dans ce cas l'azote. Il faut d'ailleurs noter l'effet important de la teneur en azote sur la tenue au fluage. La nuance L(N) a justement été développée pour compenser par l'ajout d'azote l'adoucissement lié à la baisse de la teneur en carbone. Or l'azote, lorsque sa teneur ne dépasse pas 0.15% ne conduit pas rapidement à la formation de nitrures (Alden et Aronsson 1974). Il s'agit donc bien d'un durcissement par solution solide. Remarquons à titre d'exemple que Sasikala et al. (2000) ont observé une tenue au fluage à 600°C d'un 316 L(N) (0.02%C et 0.08%N) bien meilleure que celle d'un 316 H (0.05%C et 0.03%N).

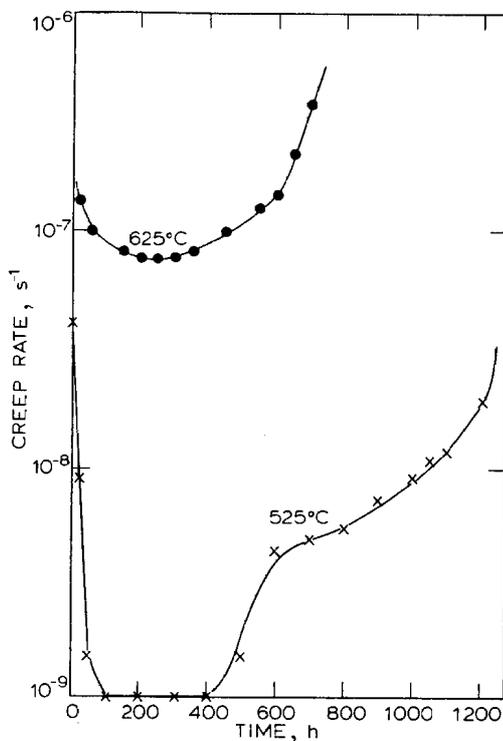


Figure 260 : Vitesse de fluage instantanée en fonction du temps lors d'essais de fluage sur un acier 316 testé à 625°C sous 220 MPa, et à 525°C sous 470 MPa, d'après Morris et Harries (1978)

Figure 261 : Vitesse de fluage stationnaire corrigée par l'énergie d'activation afin de pouvoir superposer les résultats obtenus de 500°C à 816°C en fonction de la contrainte appliquée, d'après Kestenbach (1988)

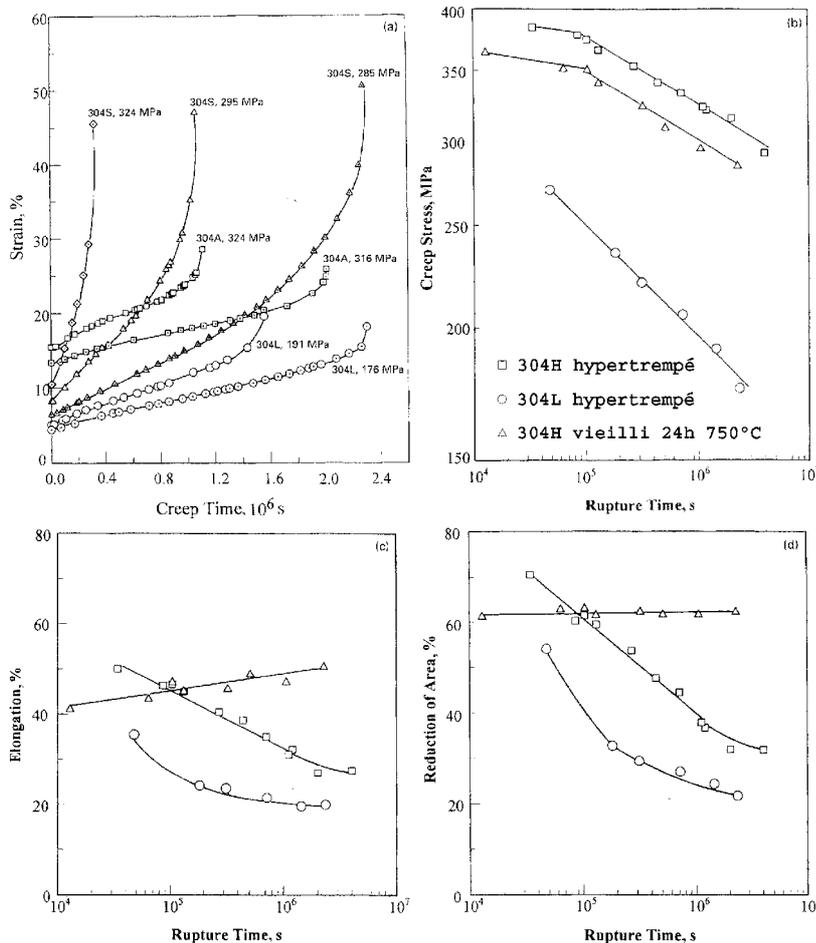
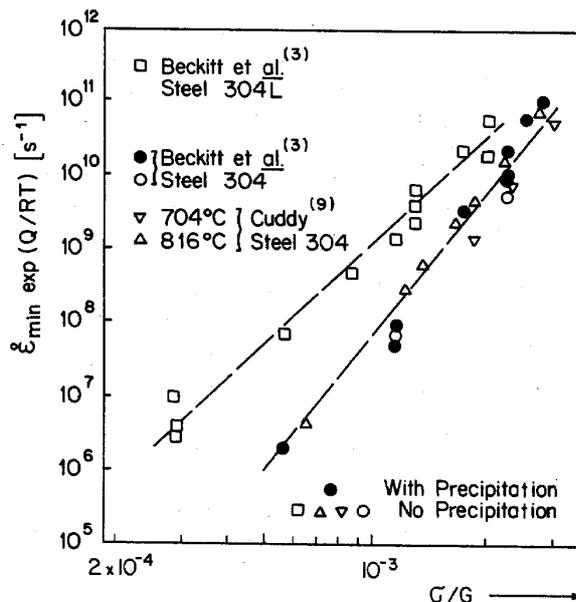


Figure 262 : Fluage de deux aciers 304 a) courbes de fluage, b) courbes contrainte-temps à rupture, c) allongement à rupture en fonction du temps à rupture, d) striction à rupture en fonction du temps à rupture, d'après He et al. (1998)

### VIII.3.2 Effet des précipités

La comparaison de la microstructure d'un acier 316 à l'état hypertrempé avant et après fluage met en évidence la précipitation en cours d'essai de carbures  $M_{23}C_6$  intragranulaires. La Figure 263 illustre ce phénomène. Comme en témoigne le Tableau 4, page 43, la répartition de ces précipités dépend de la température et de la durée de l'essai. Naturellement, la précipitation est d'autant plus rapide que la température est élevée. A 550°C, il faut attendre quelques milliers d'heures pour pouvoir les observer, alors qu'à 625°C quelques heures suffisent. Au dessus de 700°C les précipités croissent et coalescent rapidement au cours de l'essai, leur rôle intrinsèque dans le contrôle de la vitesse de fluage peut alors être considéré comme négligeable. Le domaine de température abordé dans ce paragraphe sera donc compris entre 550°C et 700°C. La plupart des études disponibles dans la littérature concerne des aciers 316 H. Cependant Deleury (1980) a comparé la microstructure de fluage d'un acier 316 L et d'un acier 316 H. Elle montre ainsi que l'augmentation de la teneur en carbone rend la précipitation plus rapide et plus abondante.

Hopkin et Taylor (1967) ont comparé l'état de précipitation dans la zone utile et dans les têtes d'éprouvettes fluées. Ils obtiennent pour 600 heures de fluage à 600°C une distance entre précipités de l'ordre de 0.2  $\mu\text{m}$  dans la zone utile alors que les têtes sont exemptes de précipités. Cela correspond à l'effet de précipitation induite par écrouissage, décrit au paragraphe I.1.2.2. Morris et Harries (1978) ont mesuré la distance moyenne entre précipités après 400 heures de fluage à 625°C pour six essais de fluage réalisés à différentes contraintes. Ils constatent que cette distance diminue proportionnellement à la longueur moyenne des segments de dislocations ( $\rho^{-0.5}$ ) lorsque la déformation de mise en charge augmente avec la contrainte. Ils suggèrent donc que c'est la densité de dislocations qui contrôle la germination des carbures intragranulaires et que ces carbures stabilisent en retour le réseau de dislocations introduit pendant la mise en charge. L'interaction entre dislocations et précipités s'effectuerait donc à double sens. D'une part les dislocations introduites par la mise en charge – ou par un pré-écrouissage – permettent la précipitation induite de fins carbures intragranulaires. D'autre part, ces fins carbures constituent des obstacles au mouvement des dislocations et retardent ainsi la restauration (voir § VIII.1.2.2)

Si on cherche à identifier la sensibilité à la contrainte du fluage secondaire dans les aciers à 625°C par exemple, pour des essais de quelques heures à quelques milliers d'heures (contrainte de l'ordre de 300 MPa) on obtient une loi puissance avec un exposant supérieur à 10. Certains auteurs ont voulu justifier ces exposants élevés en introduisant une contrainte interne liée aux précipités. On peut alors obtenir des lois de fluage du type  $\dot{\epsilon} = (\sigma - \sigma_i)^4$  avec une contrainte interne de l'ordre de la contrainte d'Orowan associée aux précipités (de l'ordre de 200 MPa). Cela ne signifie pas pour autant que les précipités contrôlent le fluage. En effet, si les précipités ne pouvaient être franchis que pour une contrainte supérieure à 200 MPa, alors on n'observerait pas de fluage en-dessous de cette contrainte, ce qui n'est pas le cas. De plus, la distance moyenne entre nœuds du réseau de dislocations est d'environ un tiers de la distance moyenne entre précipités (Morris 1978), les obstacles principaux au mouvement des dislocations seraient donc plutôt les autres dislocations. Le paragraphe suivant est consacré à l'étude de cette hypothèse.

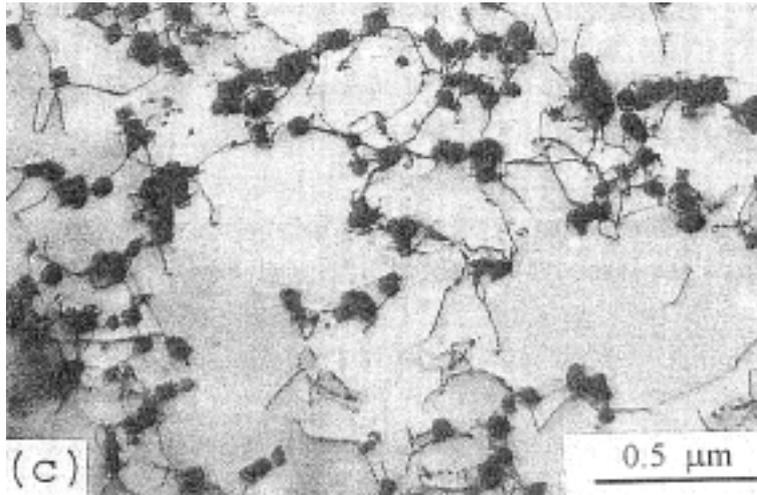


Figure 263 : Observation en microscopie électronique en transmission d'un acier 316 après 9800 heures de fluage à 600°C sous 215 MPa, d'après Mathew et al. (1997)

### VIII.3.3 Effet de la densité de dislocations

Morris (1978) a mesuré la distribution des segments de dislocations après fluage à 625°C sous différentes charges. On voit sur la Figure 264 que si la longueur moyenne de ces segments varie peu avec la contrainte, la longueur maximale de ces segments diminue fortement lorsque la contrainte augmente. Ces distributions lui permettent d'estimer l'effet d'un saut de contrainte sur la vitesse de déformation par application du modèle de Lagneborg (1972) :

$$\dot{\varepsilon} \propto \int_{\mu b / \sigma}^{\infty} \frac{1}{\ell} \left( \sigma - \frac{\mu b}{\ell} \right)^4 \theta(\ell) d\ell$$

avec  $\theta(\ell)$  la distribution des longueurs segments de dislocations

Dans ce modèle, les obstacles au mouvement des dislocations sont les autres dislocations, et seuls les segments suffisamment longs peuvent se déplacer. Par ailleurs, la contrainte appliquée sur la dislocation est la contrainte macroscopique ce qui est très discutable. L'accord avec les résultats expérimentaux est cependant très bon. Morris en conclut que dans ce domaine de température et de contrainte, la vitesse de fluage est contrôlée par les interactions dislocations-dislocations. D'après lui l'effet des précipités est indirect : ils limitent la restauration du réseau de dislocations et imposent la longueur maximale des segments de dislocations, ce qui réduit la vitesse de fluage.

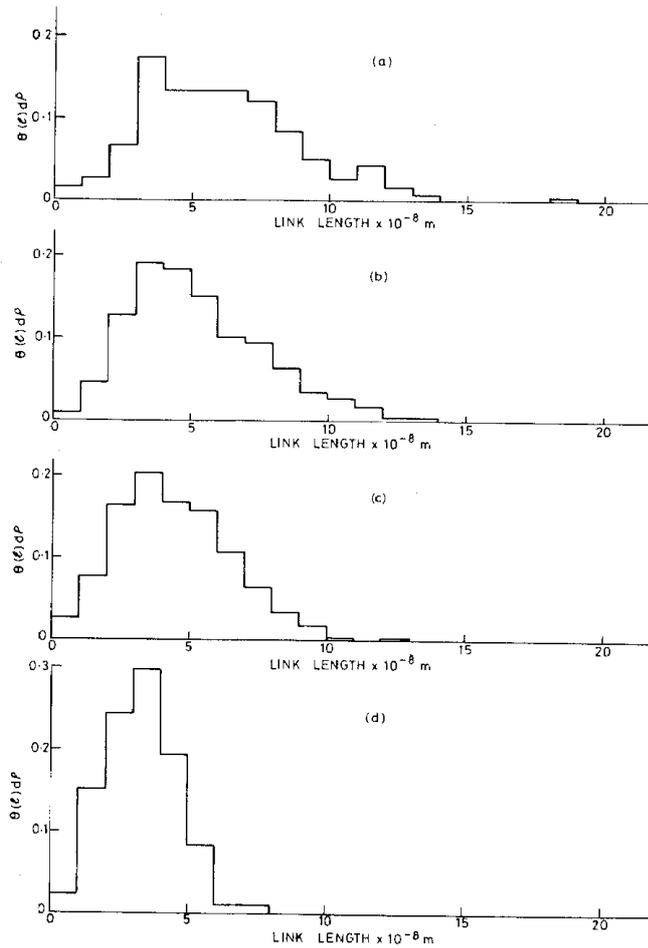


Figure 264 : Distribution de longueurs des segments de dislocations après fluage jusqu'au stade secondaire à 625°C sous a) 183 MPa , b) 200 MPa , c) 200 MPa , d) 290 MPa , d'après Morris (1978)

## VIII.4 Effet d'écrouissage dans les alliages à base nickel

Afin de mieux comprendre les mécanismes par l'intermédiaire desquels le pré-écrouissage modifie le comportement et l'endommagement de fluage des aciers inoxydables austénitiques, nous allons évoquer le cas de deux alliages à base nickel durcis par précipitation : le Nimonic 80 et l'Astroloy.

Dans ces alliages, la vitesse de fluage est contrôlée par les interactions entre les dislocations et les fins précipités  $\gamma'$ . L'écrouissage augmentant la densité de dislocations mobiles, il augmente aussi la vitesse de fluage. La situation de ces alliages en ce qui concerne l'effet de l'écrouissage sur le comportement en fluage est donc différente de celle des aciers inoxydables austénitiques décrits dans la partie Bibliographie. Cependant, en ce qui concerne l'effet de l'écrouissage sur la ductilité en fluage, certaines similitudes existent.

### VIII.4.1 Nimonic 80

Le Nimonic 80 est un alliage base nickel possédant environ 20% de chrome ainsi que 4% de titane et d'aluminium. Dyson et Henn (1973) ont mis en évidence de nombreuses cavités intergranulaires dans cet alliage, lorsque celui-ci est déformé de 11% en traction à température ambiante, puis réchauffé à 750°C pendant ½ heure **sans contrainte externe**. Ces cavités, détectées en microscopie électronique à haute tension (1 MeV), mesurent entre 0.1 et 0.3  $\mu\text{m}$  de diamètre. Aucune cavité n'est visible dans le matériau à l'état non écroui puis réchauffé, ni à l'état écroui non réchauffé.

Dyson et Rodgers (1974) réalisent alors des essais de fluage sur Nimonic 80 à différents taux de pré-écrouissage. Ils montrent qu'à même contrainte nominale, lorsque le taux de pré-écrouissage augmente, la vitesse de fluage augmente elle aussi, alors que la ductilité et le temps à rupture diminuent. Les auteurs ont observé au microscope optique des coupes polies d'éprouvettes rompues et non rompues et ont mesuré la taille et le nombre de cavités intergranulaires. Ils remarquent alors que le nombre de cavités croît avec le taux de pré-écrouissage, en début de fluage comme après rupture. Ils attribuent par conséquent l'effet néfaste de l'écrouissage sur la ductilité à l'existence de ces cavités dès le début du fluage. Ils rappellent que lorsque cet alliage n'est pas pré-déformé, l'apparition des cavités s'effectue progressivement lors du fluage (Dyson et McLean 1972).

Dyson, Loveday et Rodgers (1976) ont également étudié l'effet du niveau et du mode de pré-déformation sur l'apparition des cavités intergranulaires après réchauffage de 2 heures à 750°C. Ils remarquent alors que le mode de pré-déformation (traction, torsion ou compression) ne modifie pas la taille des cavités qui est toujours voisine de 0.3 $\mu\text{m}$ . Ce mode de pré-déformation ne modifie pas non plus la quantité de cavités, qui est toujours proportionnelle à la déformation équivalente au sens de Von Mises. Les cavités semblent apparaître à l'intersection des bandes de glissement avec les joints de grains (Figure 265). Le fait que leur nombre augmente avec le niveau de pré-déformation paraît donc assez naturel. Les auteurs ont aussi reporté la distribution des orientations des joints de grains contenant des cavités par rapport aux directions de sollicitation. Ils constatent alors que les joints orientés parallèlement à la plus grande contrainte principale sont endommagés préférentiellement. En revanche, ils constatent que la croissance des cavités lors du fluage s'effectue préférentiellement sur les joints perpendiculaires à la plus grande contrainte principale. Les auteurs réalisent alors des essais de fluage en torsion après avoir déformé l'éprouvette soit dans le sens du fluage soit dans le sens inverse. Comme on pouvait s'y attendre la ductilité à rupture est plus faible lorsque le sens du fluage et celui de la pré-déformation sont opposés. En effet, dans ce cas, les facettes préférentiellement endommagées par l'écrouissage se situent perpendiculairement à la plus grande contrainte principale lors du fluage.

L'apparition des cavités intergranulaires serait alors due à l'existence de contraintes internes liées à l'écrouissage. En effet, comme les grains présentent des orientations cristallines différentes, il existe une certaine hétérogénéité de déformation plastique d'un grain à l'autre.

Même lorsque la contrainte macroscopique est relâchée, une contrainte interne à l'échelle du polycristal subsiste. Les auteurs appellent grains « mous » les grains plus fortement déformés que leurs voisins et grains « durs » les grains moins déformés que leurs voisins. Les joints des grains « mous » perpendiculaires à la plus grande contrainte principale seront par conséquent en compression, alors que ceux parallèles à la plus grande contrainte principale seront en traction. A l'opposé, les grains « durs » auront des joints perpendiculaires à la plus grande contrainte principale en traction et ceux parallèles à cette direction en compression. En faisant l'hypothèse que ce sont les joints des grains les plus déformés qui s'endommagent préférentiellement, les auteurs parviennent à expliquer l'endommagement préférentiel des facettes parallèles à la plus grande contrainte principale.

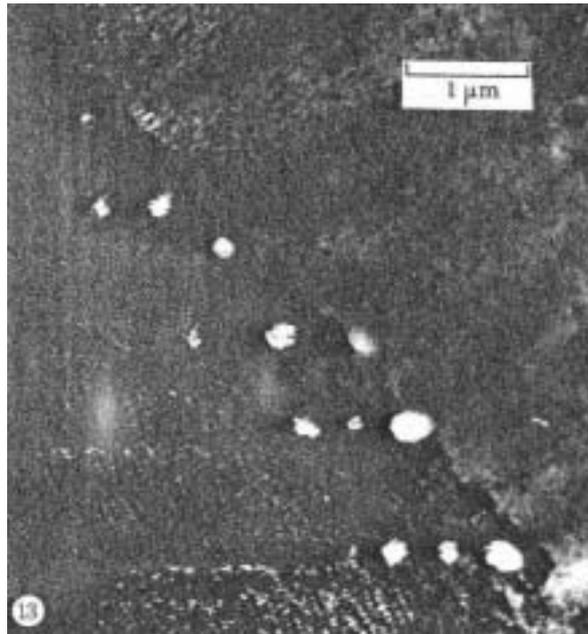


Figure 265 : Cavités intergranulaires observées en microscopie électronique en transmission (1MeV) dans un Nimonic 80 pré-déformé puis réchauffé pendant 2 heures à 750°C, d'après Dyson, Loveday et Rodgers (1976). On devine la trace de bandes de glissement horizontales dans le grain de gauche.

#### VIII.4.2 Astroloy

L'Astroloy est un autre alliage base nickel durci par  $\gamma'$ . Il contient environ 4% de titane et 4% d'aluminium ainsi qu'environ 17% de cobalt, 15% de chrome et 5% de molybdène. Saegusa et al. (1980) puis Kikuchi et al. (1981) ont pu mettre en évidence la présence de cavités intergranulaires sur cet alliage, lorsque que celui-ci est déformé de 10% en traction à température ambiante, puis réchauffé à 810°C sous vide pendant 2 heures sans contrainte externe. Ces auteurs observent les cavités en réalisant des répliques sur la surface des éprouvettes après un léger polissage électrolytique. Ils peuvent ainsi observer à la fois les cavités, les carbures intergranulaires (du type  $M_{23}C_6$ ), et les bandes de glissement (Figure 266). En faisant varier les traitements thermiques avant la pré-déformation, les auteurs ont pu modifier la densité des carbures intergranulaires. Ils montrent alors que la distance moyenne entre cavités est proportionnelle à la distance moyenne entre carbures. Par ailleurs, ils montrent que les cavités sont quasiment toujours liées à la présence de bandes de glissement, et qu'elles se situent préférentiellement au bout des carbures. De plus, ils remarquent que les cavités se répartissent principalement sur les joints parallèles à la direction de pré-déformation, comme dans le Nimonic 80.

Ces auteurs proposent cependant une autre interprétation que celle fournie par Dyson et ses collègues. Pour eux, ce ne sont pas les contraintes résiduelles à l'échelle du polycristal qui sont déterminantes mais les contraintes résiduelles liées aux incompatibilités de déformation entre les carbures et la matrice. Ils reprennent les calculs d'Eshelby pour une inclusion elliptique en deux dimensions et montrent que la région proche du bout des inclusions est en traction si leur grand axe est parallèle à la direction de traction. A l'opposé, cette région est en compression si le grand axe est perpendiculaire à cette direction. Ils expliquent ainsi le fait que les joints de grains parallèles à la direction de traction s'endommagent préférentiellement.

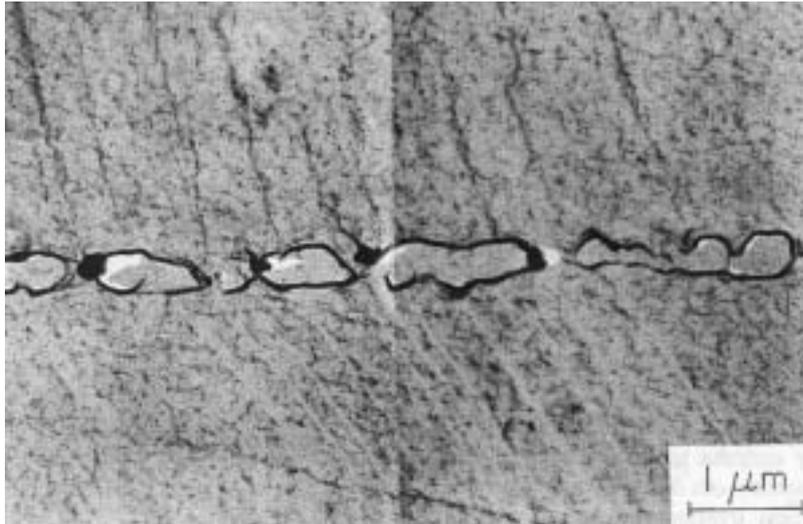


Figure 266 : Réplique réalisée sur un Astroloy, pré-déformé de 10% à température ambiante, puis réchauffé pendant deux heures à 810°C, les cavités intergranulaires se remarquent à leur panache blanc, d'après Kikuchi et al. (1981)

### VIII.4.3 Conclusions

Dans le Nimonic 80, et l'Astroloy, des cavités intergranulaires se développent lorsque l'érouissage à froid est suivi d'un simple réchauffage. L'érouissage engendre des contraintes résiduelles locales élevées, sinon on n'observerait pas de cavités stables après le réchauffage. Les auteurs cités précédemment proposent deux mécanismes pour le développement de ces contraintes résiduelles locales. Le premier repose sur l'hétérogénéité de déformation liée au caractère polycristallin des matériaux. Le deuxième repose sur l'hétérogénéité de déformation liée à la présence de particules intergranulaires. Ces deux mécanismes ne sont pas exclusifs, et on peut imaginer que le champ de contrainte résiduelle possède deux longueurs caractéristiques : la taille de grains et la distance entre particules intergranulaires.

Dans les aciers inoxydables austénitiques, des cavités intergranulaires engendrées par un simple érouissage puis réchauffage n'ont jamais été mises en évidence. Cependant, les mécanismes proposés pour les alliages à base nickel pourraient s'appliquer également à ces aciers. Ces deux types d'alliage possèdent notamment une faible énergie de faute d'empilement et présentent donc un glissement planaire susceptible de créer de fortes concentrations de contraintes au niveau des joints de grains.

## IX Annexe B : Méthode de mesure de la densité de dislocations

Cette annexe a pour objectif de décrire et de discuter la méthode de mesure de la densité de dislocations.

La procédure de mesure est la suivante :

- Photographie au grandissement  $\times 42500$  des microstructures de dislocations par microscopie électronique en transmission en mode axe de zone. Indexation du cliché de diffraction.
- Tirage sur papier (agrandissement  $\times 3$ )
- Comptage du nombre d'intersections ( $N_i$ ) entre les dislocations et  $N_s$  (ici 3) segments de longueur  $L$  (ici 15 cm) sur quatre photographies par état métallurgique étudié
- Calcul de la densité de dislocation par la formule de Ham (1961) :

$$R = 2 N_i / [N_s \times L \times e]$$

- Correction liée à l'extinction des dislocations ( $\times 2$  pour les clichés en axe de zone [111] et  $\times 3/2$  pour les clichés en axe de zone [200])

L'épaisseur des lames n'est pas mesurée mais estimée à 300 nm. Cela introduit un facteur d'incertitude d'environ 2 sur la densité de dislocations mesurée. Cependant, d'autres facteurs d'incertitude nous semblent encore plus importants :

- seuls quelques grains sont analysés pour chaque état métallurgique, or la densité de dislocations varie fortement d'un grain à l'autre du fait de l'orientation cristalline vis-à-vis de la direction de sollicitation
- certaines microstructures de dislocations sont très denses, les enchevêtrements ne permettent plus de dissocier les dislocations les unes des autres, la mesure sous-estime donc la densité de dislocations
- lorsque des cellules de dislocations apparaissent, la méthode employée fournit une valeur moyenne de la densité de dislocations alors que les données pertinentes seraient plutôt la densité de dislocations dans les parois ou dans les cellules ou encore la taille des cellules

En conclusion, il doit être souligné que les mesures de densités de dislocations présentées dans la partie Matériaux sont très approximatives. A l'état non vieilli, les aciers étudiés ne présentent pas de précipités intragranulaires, la dureté est alors un indicateur plus précis du niveau d'écrouissage que la mesure de la densité de dislocations telle qu'on l'a réalisée.

## X Annexe C : Formation d'un filament métallique par oxydoréduction

Dans la partie Matériaux nous avons évoqué le caractère particulier de l'oxydation des fissures en relaxation observées sur l'acier 316H. Cette annexe est consacrée à l'étude détaillée de cette oxydation.

Le composant en question a travaillé à 500°C pendant 50000 heures environ. La fissure que nous allons étudier débouche à la surface extérieure de ce composant. Le milieu environnant est donc de l'air. Dans ces conditions, ce type d'acier doit son caractère inoxydable à la formation, sous une couche externe de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , d'une couche interne de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  (Lacombe et al. 1990). Cette couche constitue une barrière pour les éléments diffusants et croît par conséquent en suivant une loi parabolique. Pour des températures inférieures à 600°C, la cinétique de croissance est très lente. En extrapolant les données de Lacombe et al., on prévoit une épaisseur d'oxyde de l'ordre de 1.5  $\mu\text{m}$  pour 10000 heures à 600°C. Par ailleurs, on a pu remarquer qu'après quelques heures à 600°C la surface des aciers inoxydables prend un aspect irisé à cause des interférences lumineuses, ce qui indique que l'épaisseur de l'oxyde est alors de l'ordre du dixième de micromètre.

Cependant, la déformation plastique accompagnant la fissuration est susceptible de modifier les cinétiques d'oxydation. D'une part, la déformation endommage la couche d'oxyde protectrice et d'autre part les bandes de glissement servent de court-circuit de diffusion. Weiss (1992), qui a étudié la fissuration en fatigue d'un acier 316 L(N) à 600°C, montre qu'il se forme alors deux épaisses couches d'oxyde : une couche de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  qui croît de manière externe (diffusion d'ions  $\text{Fe}^{2+}$  vers l'extérieur), et une couche de  $(\text{Fe,Cr})_3\text{O}_4$  qui croît en interne (diffusion d'ions  $\text{O}^{2-}$  vers l'intérieur). Weiss a mesuré sur ces éprouvettes une épaisseur pouvant atteindre 25  $\mu\text{m}$  pour seulement 50 heures à 600°C.

A l'endroit où la fissure que nous étudions débouche à la surface du composant, nous avons pu constater une situation similaire à celle décrite par Weiss (1992). La seule différence résidant dans le fait que l'oxydation s'est développée davantage dans notre cas, à tel point que les oxydes obstruent complètement la fissure.

La Figure 267 est une photographie de cette zone réalisée par microscopie à balayage en électrons retrodiffusés. Sur cette figure, nous avons indiqué par une flèche la ligne selon laquelle nous avons réalisé l'analyse chimique locale par microsonde électronique de Castaing. Les résultats de cette analyse sont présentés sur la Figure 268. Nous avons également réalisé à l'aide de la microsonde les cartographies présentées sur la Figure 269. Ces analyses montrent que le centre de la fissure est occupé par une couche d'oxyde riche en fer alors que les bords de la fissure sont constitués d'oxydes appauvris en fer. La composition moyenne de ces deux couches d'oxydes présentées dans le Tableau 29 confirme que l'oxyde riche en fer croît en externe car il est constitué presque exclusivement de fer et d'oxygène, alors que l'oxyde présent sur les bords croît en interne et rassemble donc tous les éléments d'alliage (Fe, Cr, Ni, Mo, Mn, Si).

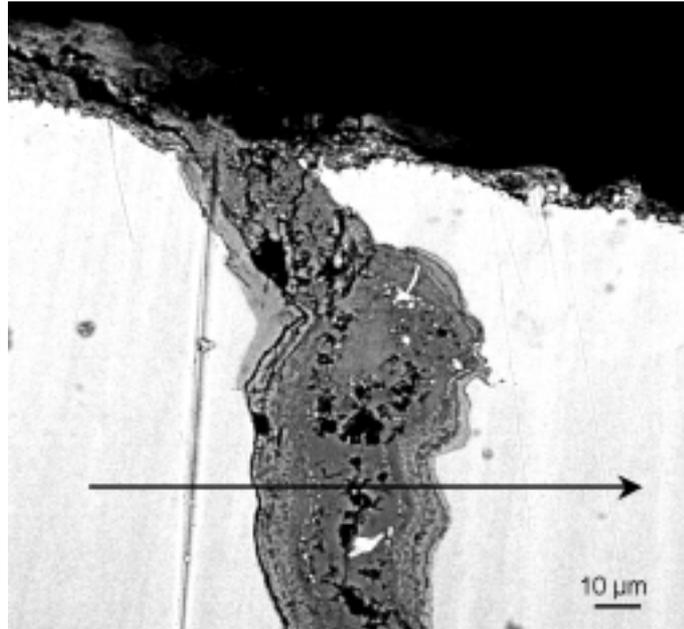


Figure 267 : Débouchure de la fissure en relaxation oxydée observée sur coupe polie de l'acier 316H à l'état de réception, la surface extérieure est en haut de cette image obtenue par microscopie électronique à balayage en électrons rétrodiffusés, la flèche indique la ligne selon laquelle ont été réalisées les analyses chimiques de la Figure 268

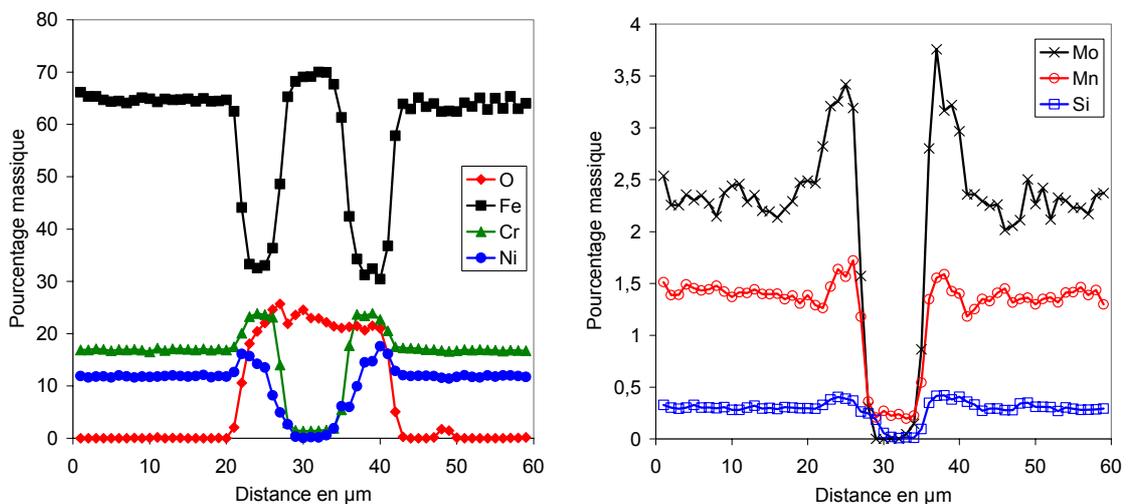


Figure 268 : Analyse chimique locale réalisée à la microsonde électronique en sélection de longueur d'onde des rayons X, suivant la ligne désignée par une flèche sur la Figure 267

	O	Fe	Cr	Ni	Mo	Mn	Si
Oxyde central	51	47	1.2	0.6	0.0	0.2	0.0
Oxydes latéraux	48	23	17	9.5	1.3	1.0	0.5

Tableau 29 : Composition moyenne en pourcentage atomique des deux couches d'oxydes observées au niveau de la débouchure de la fissure dans l'acier 316H à l'état de réception (voir Figure 267), résultats obtenus à la microsonde électronique en sélection de longueur d'onde des rayons X

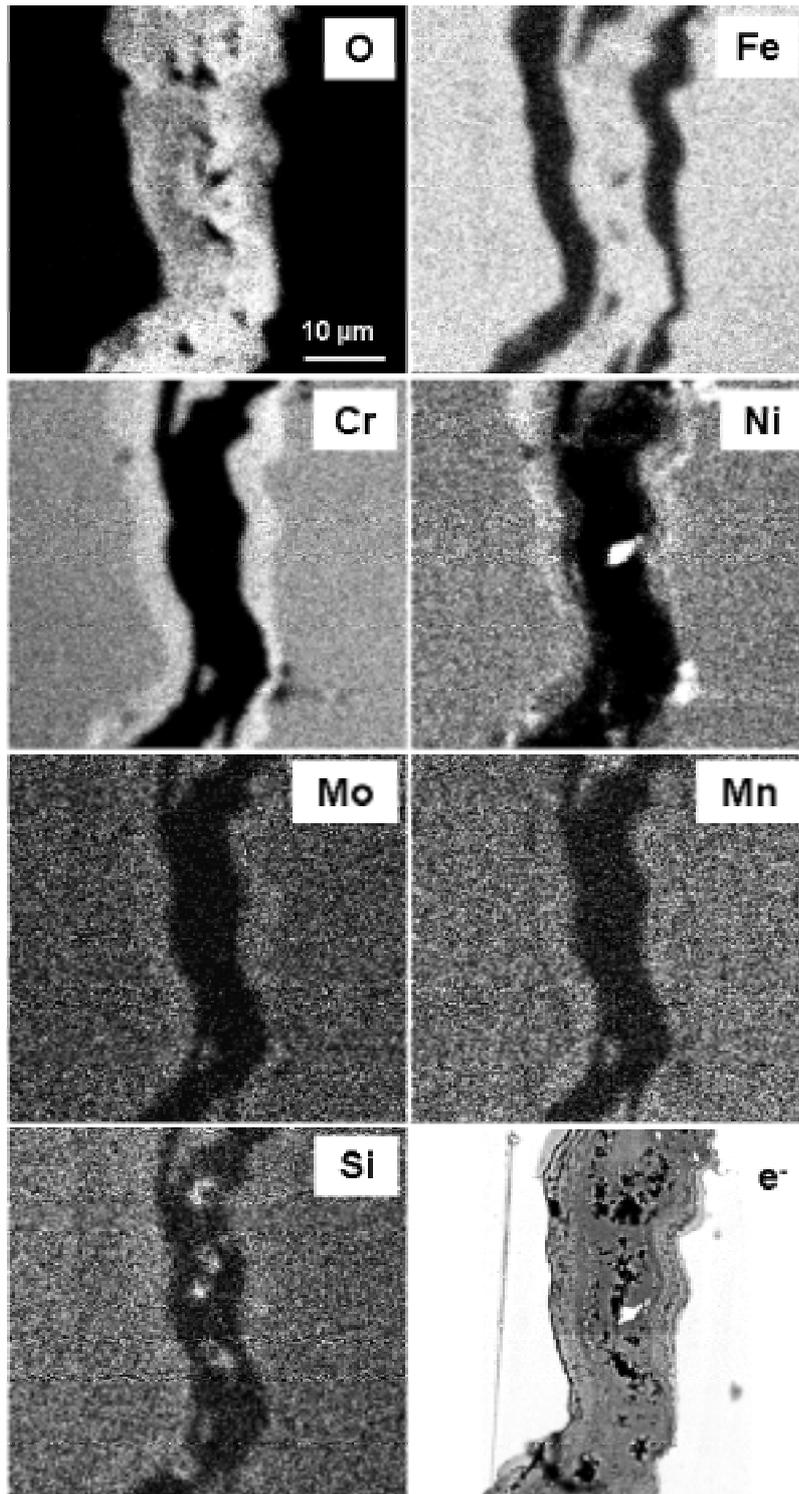


Figure 269 : Cartographies réalisées à la microsonde électronique en sélection de longueur d'onde des rayons X et par microscopie électronique à balayage en électrons retrodiffusés, sur coupe polie de l'acier 316H à l'état de réception, au niveau de la débouchure de la fissure (voir Figure 267 et Figure 268), dans les cartographies de spectrométrie la teneur en élément correspondant est d'autant plus élevée que la teinte est claire

A 0.3 mm de profondeur, on a réalisé à l'aide de la microsonde les cartographies présentées sur la Figure 270. Dans la partie inférieure de cette zone, la situation est similaire à celle observée à l'embouchure de la fissure : Une épaisse couche d'oxyde de fer entourée par deux fines couches d'oxyde appauvri en fer obstrue la fissure. Mais dans la partie supérieure de la zone, on observe à la place de l'oxyde de fer des îlots métalliques de fer non oxydé. Dans cette partie, on observe également une couche d'oxyde appauvri en fer plus épaisse que dans la partie inférieure de la zone.

Les cartographies de la Figure 271 correspondent à la photographie de la Figure 272 que nous avons réalisée à 0.6 mm de profondeur. La flèche indique la ligne selon laquelle ont été tracés les analyses chimiques de la Figure 273. Sur ces figures, on constate que le centre de la fissure est occupé principalement par du fer non oxydé et que les couches latérales d'oxydes pauvres en fer sont particulièrement épaisses. Ces figures montrent également que les couches d'oxydes pauvres en fer semblent plus riches en chrome dans la partie centrale, et plus riches en nickel du côté de la matrice. La composition moyenne de ces oxydes est donnée dans le Tableau 30. Elle est similaire à celle déterminée à l'embouchure de la fissure (Tableau 29, page 299), là où l'on n'observait pas de fer métallique au centre de la fissure. Dans ce tableau figure également la composition moyenne de ce filament métallique. Il s'agit bien de fer quasiment pur.

Casarini et al.(1993) ont réalisé l'expertise de certains cas de fissuration intergranulaire dans des aciers inoxydables austénitiques et des alliages à base nickel pré-déformés ou soudés puis réchauffés au-dessus de 560°C. Ces fissures intergranulaires oxydées présentant un filament métallique qui apparaît en blanc lorsqu'il est observé par microscopie optique, les auteurs les ont nommées « white phase fracture ». Les observations qu'ils rapportent sont tout à fait conformes aux nôtres : existence dans certaines zones de deux couches d'oxydes de natures différentes (riche en fer vers l'extérieur et riche en chrome du côté du métal) et existence dans d'autres zones d'un filament métallique riche en fer à la place de l'oxyde de fer.

Casarini et al.(1993) suggèrent que la faible longueur des fissures et la fermeture de celles-ci par l'oxydation entraîne une modification de l'équilibre oxydo-réducteur du fer. En nous inspirant de cette remarque et des réflexions de M.W. Spindler (2001), nous expliquons l'apparition de zones métalliques non oxydées au cœur de la fissure de la façon suivante: les oxydes latéraux, plus riches en chrome, sont d'après les données thermodynamiques (Bever 1986) plus stables que l'oxyde de fer central. Quand l'oxygène vient à manquer car la fissure est obstruée, l'oxyde central est réduit au profit des oxydes latéraux qui continuent de croître de manière interne. Cela explique que le filament métallique soit constitué presque exclusivement de fer, et que les couches d'oxydes latérales soient davantage développées là où l'on constate la présence du filament métallique.

Le schéma de la Figure 274 synthétise ce mécanisme qui est tout à fait cohérent avec les observations que nous avons réalisées. Soulignons le fait que ce mécanisme repose sur l'hypothèse implicite qu'au bout d'un certain temps, la vitesse de propagation de fissure intergranulaire devient négligeable devant celle de la croissance des oxydes.

D'après Casarini et al.(1993) la diffusion intergranulaire de l'oxygène en avant de la fissure serait responsable de la fragilité intergranulaire à l'origine de la rupture. Comme nous l'avons dit au paragraphe II.2.1.1, nous ne partageons pas ce point de vue. D'après nous, la fissuration en relaxation des alliages de structure cubique à faces centrées écrouis ou soudés n'apparaît pas systématiquement sous forme de fissures débouchantes car elle résulte du même mécanisme que l'endommagement de fluage qui se développe dans le volume des composants.

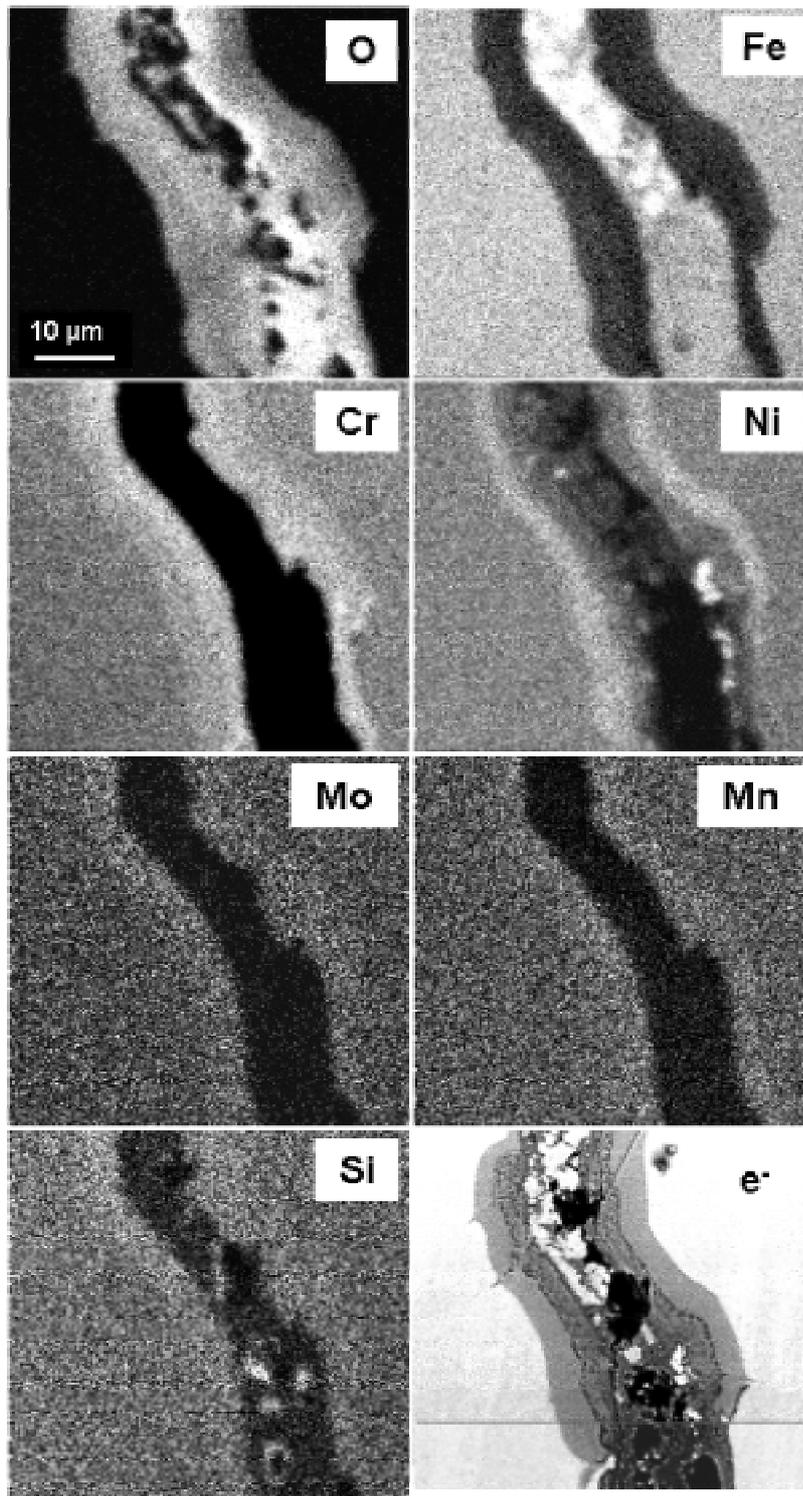


Figure 270 : Cartographies à la microsonde électronique en sélection de longueur d'onde des rayons X et par microscopie électronique à balayage en électrons retrodiffusés, sur coupe polie de l'acier 316H à l'état de réception, à 0.3 mm de profondeur en suivant la fissure oxydée, dans les cartographies de spectrométrie la teneur en élément correspondant est d'autant plus élevée que la teinte est claire

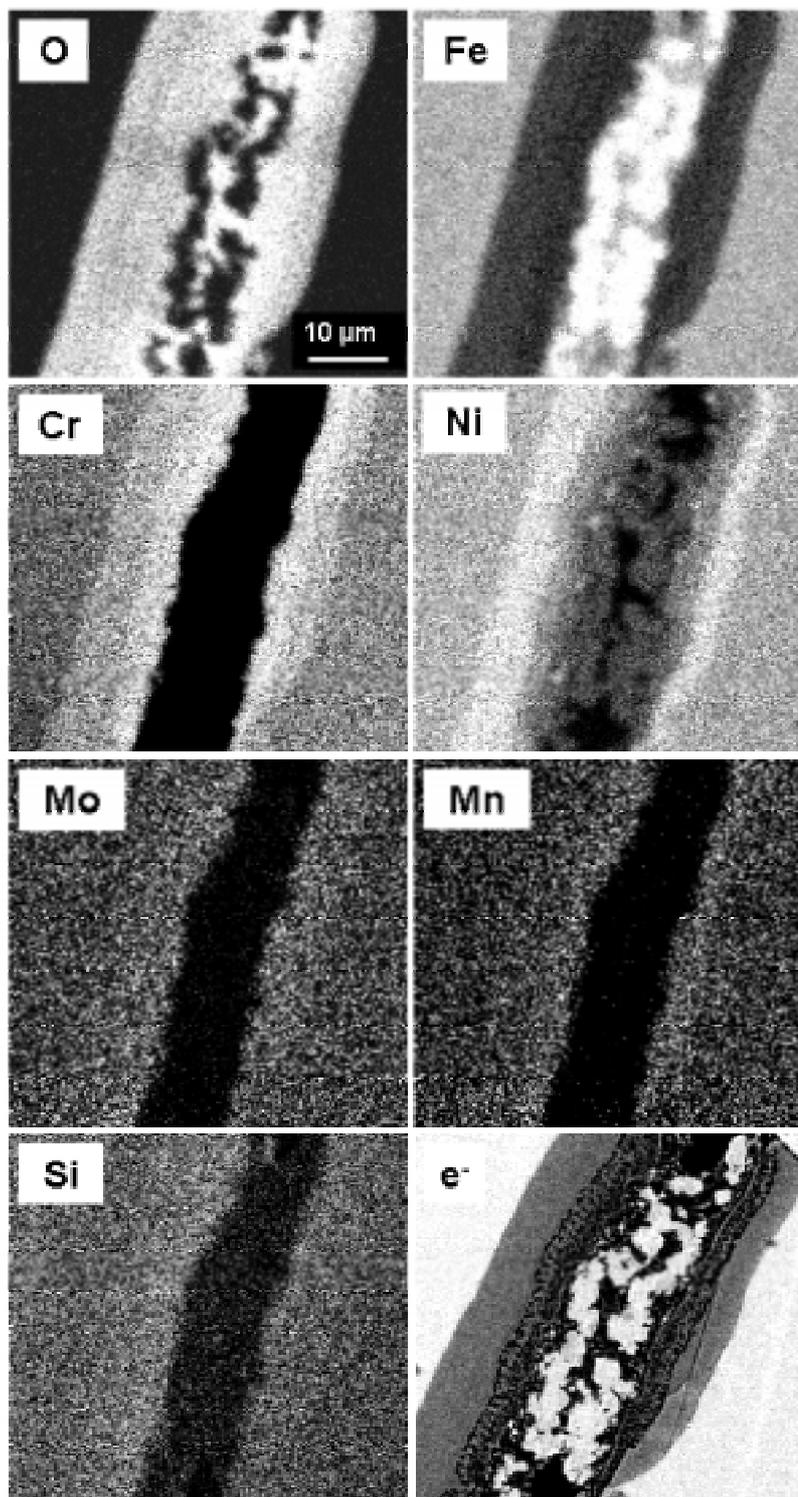


Figure 271 : Cartographies réalisées à la microsonde électronique en sélection de longueur d'onde des rayons X et par microscopie électronique à balayage en électrons retrodiffusés, sur coupe polie de l'acier 316H à l'état de réception, à 0.6 mm de profondeur en suivant la fissure oxydée, dans les cartographies de spectrométrie la teneur en élément correspondant est d'autant plus élevée que la teinte est claire

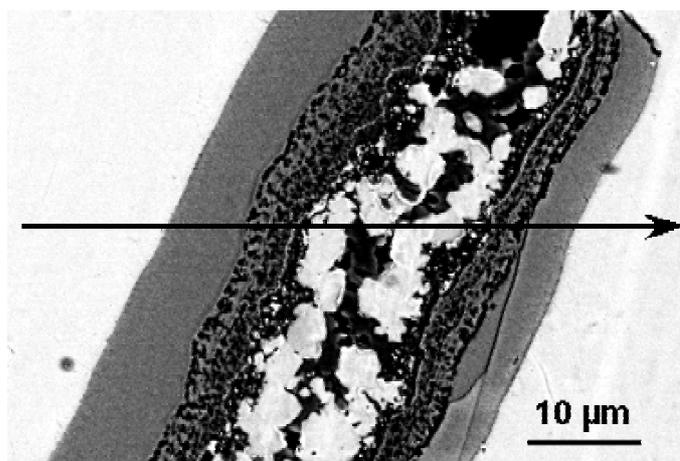


Figure 272 : Image obtenue par microscopie électronique à balayage en électrons retrodiffusés, sur coupe polie de l'acier 316H à l'état de réception, à 0.6 mm de profondeur en suivant la fissure oxydée

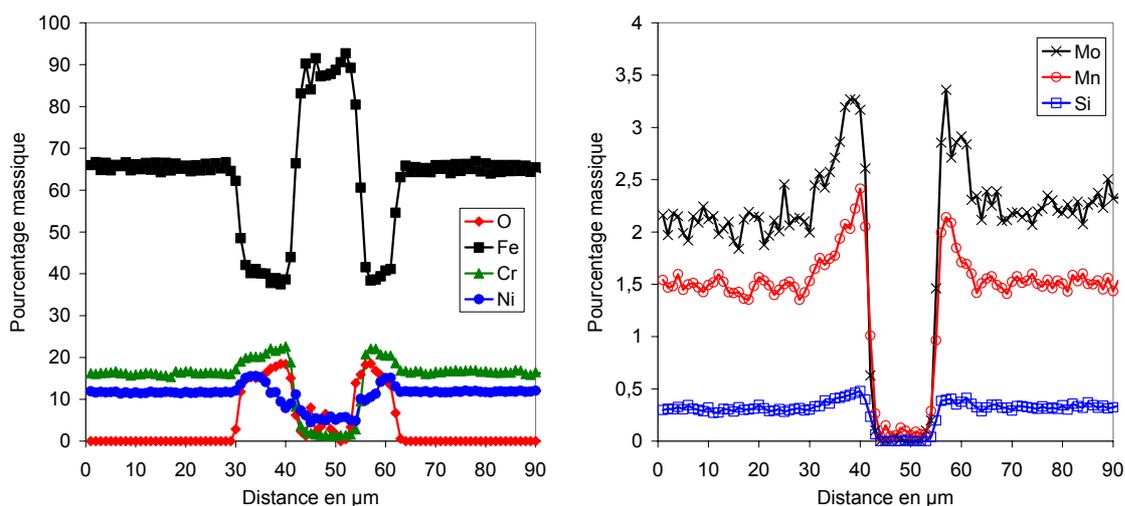


Figure 273 : Analyse chimique locale réalisée à la microsonde électronique en sélection de longueur d'onde des rayons X, suivant la ligne désignée par une flèche sur la Figure 272

	O	Fe	Cr	Ni	Mo	Mn	Si
<b>Filament central</b>	4.5	88	2	5.5	0.0	0.1	0.0
<b>Oxydes latéraux</b>	42	29	17	9	1.2	1.5	0.6

Tableau 30 : Composition moyenne en pourcentage atomique des deux couches observées à 0.6 mm de profondeur en suivant la fissure dans l'acier 316H à l'état de réception (voir Figure 272), résultats obtenus à la microsonde électronique en sélection de longueur d'onde des rayons X,

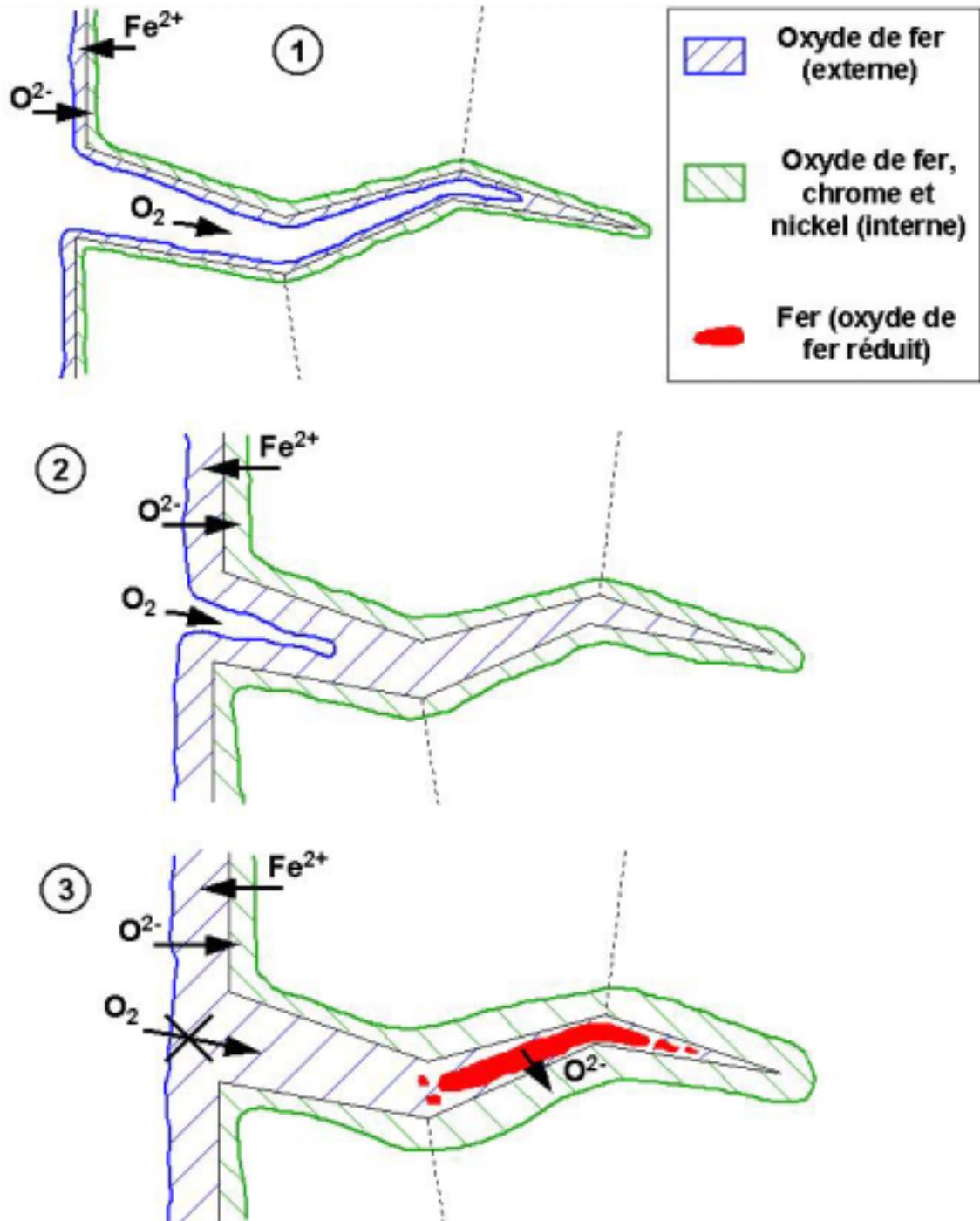


Figure 274 : Schéma représentant le mécanisme de formation du filament de fer au centre des fissures en relaxation, 1: l'oxydation de la surface et des lèvres de la fissure s'effectue en deux couches, 2: l'oxyde de fer comble progressivement le centre de la fissure, 3: la fissure est complètement obstruée, l'oxyde de fer est réduit par l'oxyde de fer, chrome et nickel plus stable thermodynamiquement

## XI Annexe D : Plans des éprouvettes

### XI.1 Eprouvettes lisses de traction et de fluage

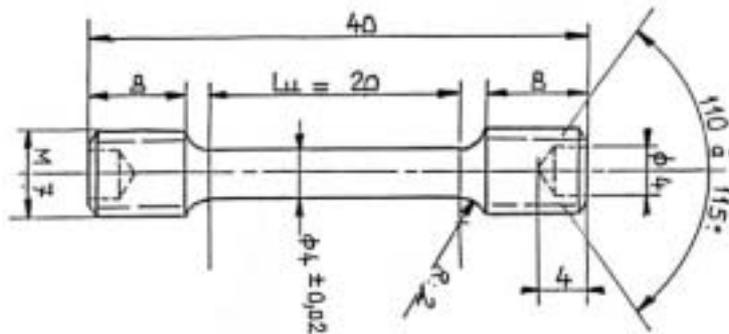


Figure 275 : Plan des éprouvettes lisses utilisées pour les essais de traction et de fluage

### XI.2 Eprouvettes lisses de relaxation

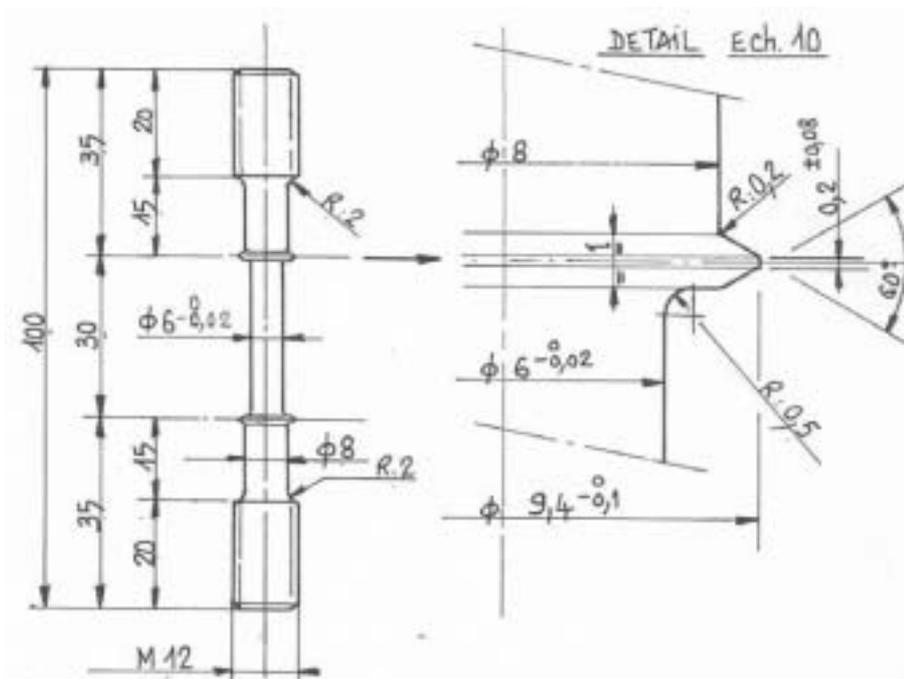


Figure 276 : Plan des éprouvettes lisses utilisées pour les essais de relaxation

### XI.3 Eprouvettes de fluage entaillées

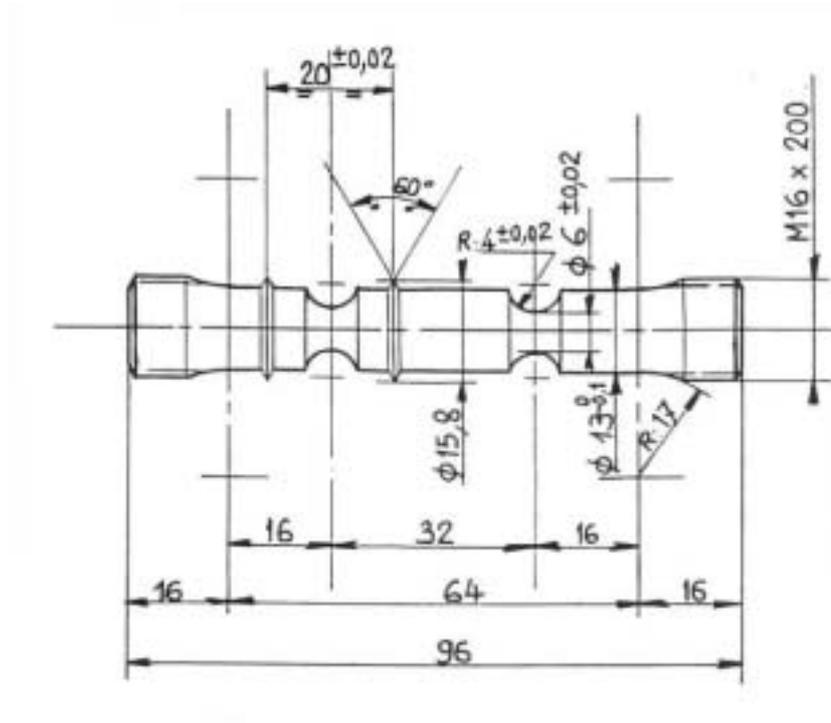


Figure 277 : Plan des éprouvettes entaillées FLE 4-6 utilisées pour les essais de fluage

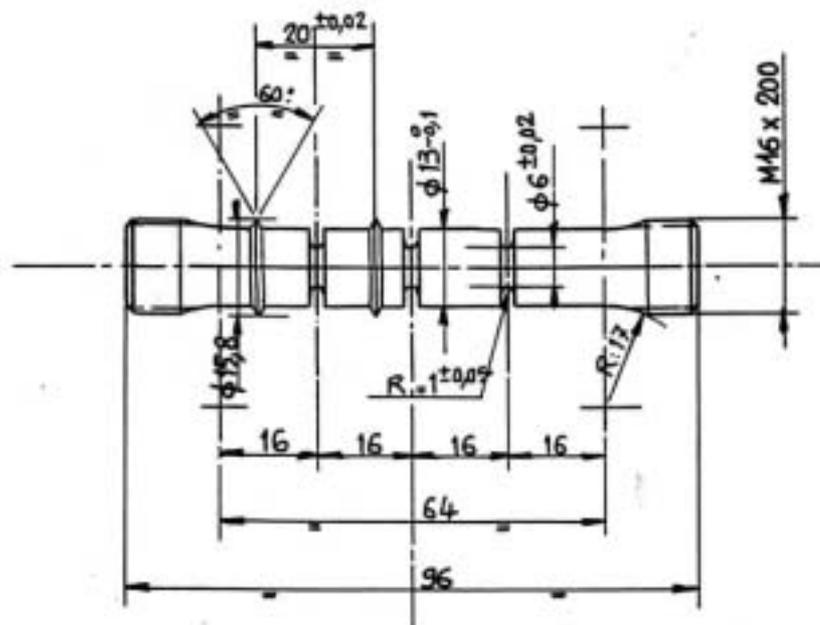


Figure 278 : Plan des éprouvettes entaillées FLE 1-6 utilisées pour les essais de fluage

### XI.4 Eprouvettes CT pré-fissurées

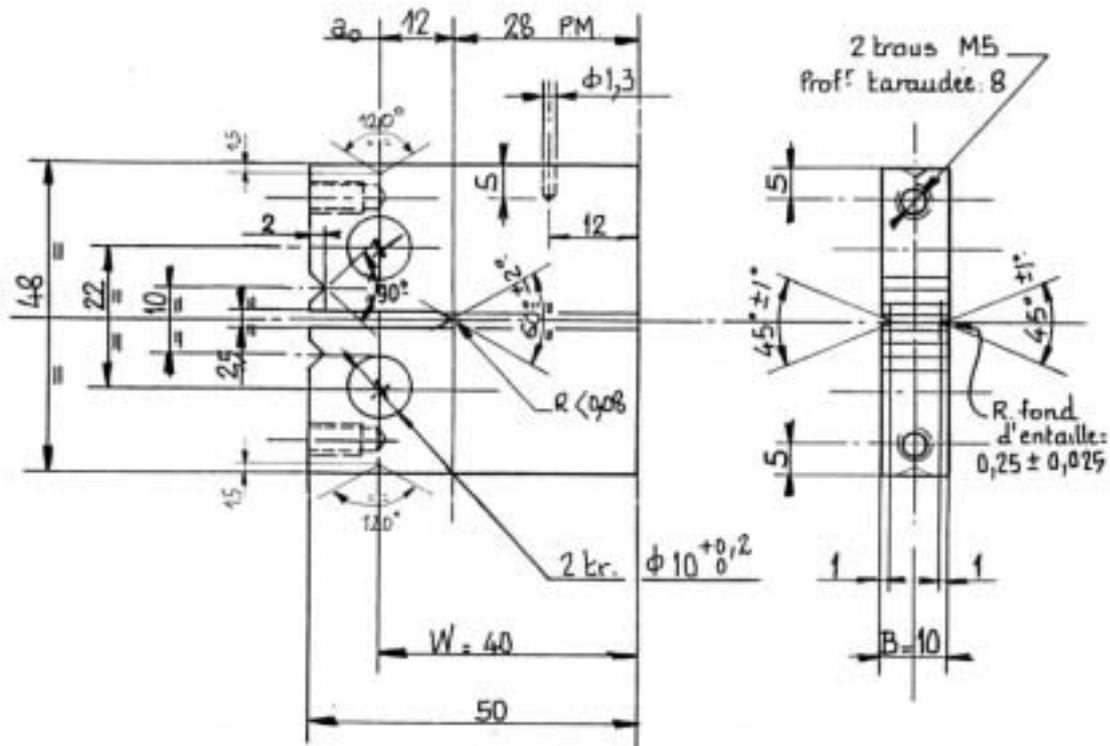


Figure 279 : Plan des éprouvettes CT pré-fissurées utilisées pour les essais de traction lente et de relaxation

### XI.5 Eprouvettes plates entaillées

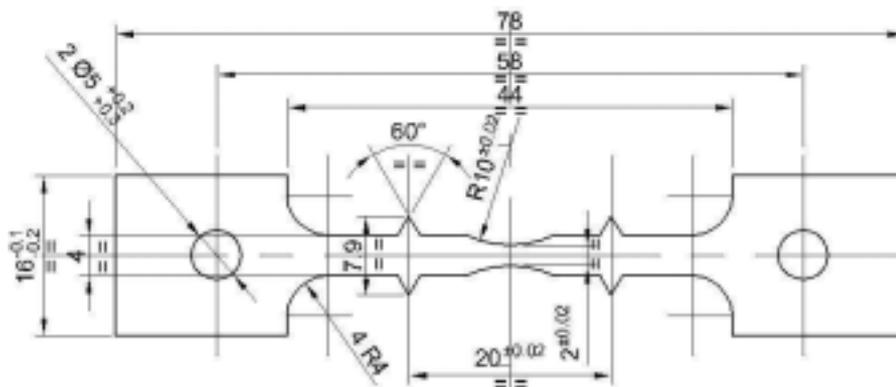


Figure 280 : Plan des éprouvettes plates entaillées utilisées pour les essais de fluage sous vide avec microgrilles

## XII Annexe E : Tableaux récapitulatifs des résultats d'essais mécaniques

### XII.1 Essais sur éprouvettes lisses

#### XII.1.1 Essais de traction

Numéro d'essai	Numéro d'éprouvette	Etat	Sens et lieu de prélèvement	Vitesse en s <sup>-1</sup>	Allong. reparti en %	Allong. total en %	Rp0.2 % en MPa	Rm en MPa	PLC	Striction à rupture en %
2023	161	HT	travers quart épaisseur	1.10-3	35.6	49.3	118	406	oui	53
2024	162	HT	travers quart épaisseur	1.10-4	33.4	48.0	122	394	oui	55
2025	163	HT	travers quart épaisseur	5.10-5	27.0	58.4	105	357	non	59
2268	169	HT	travers quart épaisseur	1.10-4	19.0	19.1	130	366	oui	non rompu
2269		HT	travers quart épaisseur	1.10-4	15.0 + 19.1	27.3 + 19.1	334	395	oui	62
2043	181	HT	travers mi-épaisseur	5.10-4	33.7	54.7	130	382	oui	-
2046	192	HT	long quart épaisseur	5.10-4	38.7	52.7	114	400	oui	-
2030	241	écroui	travers quart épaisseur	5.10-4	5.5	27.5	418	466	oui	62
2045	244	écroui	travers quart épaisseur	1.10-5	1.7	22.3	378	444	non	-
1885	262	écroui	travers mi-épaisseur	5.10-4	11.4	22.5	358	460	oui	65
2031	271	écroui	long quart épaisseur	5.10-4	5.1	29.7	436	480	oui	40

Tableau 31 : Résultats des essais de traction à 600°C sur éprouvettes lisses en acier **316L(N)** (code SRMA 464), HT signifie hypertempé

Numéro d'essai	Numéro d'éprouvette	Etat	Vitesse de déformation en s <sup>-1</sup>	Allong. reparti en %	Allong. total en %	Rp <sub>0.2%</sub> en MPa	Rm en MPa	PLC	Striction à rupture en %
2677	013	écroui	5.10-4	9.3	24.1	373	442	oui	56
2678	012	écroui	5.10-4	7.0	20.0	346	416	oui	55

Tableau 32 : Résultats des essais de traction à 600°C sur éprouvettes lisses en acier **316L** (code SRMA 064) prélevées en sens travers à mi-épaisseur des coupons

Numéro d'essai	Numéro d'éprouvette	Etat	Vitesse de déformation en s <sup>-1</sup>	Allong. reparti en %	Allong. total en %	Rp <sub>0.2%</sub> en MPa	Rm en MPa	PLC	Striction à rupture en %
2311	21	hypertrempé	1.10-3	36.5	46.8	134	393	oui	58
2313	22	hypertrempé	1.10-4	37.0	53.5	134	386	oui	56
2315	23	hypertrempé	3.10-5	26.1	47.0	128	369	non	54
2318	25	hypertrempé	1.10-4	18.2	18.2	126	348	oui	non rompu
2319		hypertrempé	1.10-4	16.2	32.8	316	382	oui	53
2310	51	écroui	1.10-4	4.7	23.2	398	432	oui	40
2312	52	écroui	1.10-3	7.7	22.0	388	448	oui	54
2314	53	écroui	3.10-5	4.5	21.2	361	438	non	46

Tableau 33 : Résultats des essais de traction à 600°C sur éprouvettes lisses en acier **316H** (code SRMA 941) prélevées en sens long au quart épaisseur des coupons

### XII.1.2 Essais de fluage

Numéro d'essai	Numéro d'éprouvette	Etat	Contrainte nominale (MPa)	Temps à rupture (h)	Vitesse minimale (s-1)	Allongement de mise en charge (%)	Temps de fin de primaire (h)	Allongement de fin de primaire (%)	Temps de fin de secondaire (h)	Allongement de fin de secondaire (%)	Striction (S/S0 en %)	Allongement de fluage à rupture (%)
1437	168	HT	210	9184	3.0.10-9	4.8	3200	5.4	6400	8.8	14	(11.7) non rompu
1449	170	HT	240	479	5.3.10-8	6.8	80	2.6	380	8.3	21	(10.3) non rompu
1415	166	HT	230	2993	7.9.10-9	6.2	400	1.9	1500	5.1	35	17.2
1438	167	HT	240	1455	2.6.10-8	7.0	150	2.4	600	6.7	46	31.2
1411	164	HT	250	380	6.9.10-8	7.5	30	1.5	210	6.0	60	19.1
1413	165	HT	270	13	5.0.10-6	9.0	0.8	2.3	7	13.2	52	38.7
1393	246	écroui	270	14471	1.7.10-10	0.2	3000	0.53	7000	0.77	26	10.2
1392	245	écroui	290	3760	9.7.10-10	0.2	500	0.40	1500	0.75	24	6.0
1377	243	écroui	310	847	5.1.10-9	-	100	0.31	300	0.67	13	7.0
1376	242	écroui	350	125	3.1.10-8	0.3	5	0.12	20	0.31	39	12.3
1478	248	écroui	390	16.6	4.7.10-7	-	0.5	0.09	3	0.56	47	13.6
1418	247	écroui	250	9311	2.0.10-11	0.2	3000	0.32	-	-	-	(0.36) non rompu

Tableau 34 : Résultats des essais de fluage à 600°C sur éprouvettes lisses en acier **316L(N)** (code SRMA 464) prélevées en sens travers au quart épaisseur des coupons, HT signifie hypertrempé

Numéro d'essai	Numéro d'éprouvette	Etat	Contrainte nominale (MPa)	Temps à rupture (h)	Vitesse minimale (s-1)	Allongement de mise en charge (%)	Temps de fin de primaire (h)	Allongement de fin de primaire (%)	Temps de fin de secondaire (h)	Allongement de fin de secondaire (%)	Striction (S/S0 en %)	Allongement de fluage à rupture (%)
1624	011	écroui	250	1272	3.2.10-9	0.3	150	0.45	250	0.57	27	8.6
1608	014	écroui	270	494	1.0.10-8	0.3	50	0.37	100	0.55	23	8.7
1618	015	écroui	290	142	4.0.10-8	0.3	8	0.17	20	0.34	26	10.5

Tableau 35 : Résultats des essais de fluage à 600°C sur éprouvettes lisses en acier 316L (code SRMA 064) prélevées en sens travers à mi-épaisseur des coupons

Numéro d'essai	Numéro d'éprouvette	Etat	Contrainte nominale (MPa)	Temps à rupture (h)	Vitesse minimale (s-1)	Allongement de mise en charge (%)	Temps de fin de primaire (h)	Allongement de fin de primaire (%)	Temps de fin de secondaire (h)	Allongement de fin de secondaire (%)	Striction (S/S0 en %)	Allongement de fluage à rupture (%)
1472	26	HT	240	476	2.1.10-8	6.7	75	1.2	250	2.5	16	6.7
1477	27	HT	250	204	4.2.10-8	8.4	40	1.8	150	3.5	18	5
1497	30	HT	260	101	1.0.10-7	10.5	20	2.0	80	4.2	24	5.4
1503	71	HT	280	82	2.2.10-7	11.9	15	2.2	50	5.0	21	10
1542	72	HT	220	1749	7.2.10-9	6.5	300	1.6	500	2.1	34	18.9
1544	73	HT	200	6189	2.3.10-9	4.6	725	1.5	-	-	8	(6) non rompu
1473	56	écroui	310	193	6.7.10-9	0.2	50	0.2	150	0.4	6	0.9
1475	57	écroui	290	460	2.3.10-9	0.2	50	0.2	250	0.3	4	1.4
1493	54	écroui	340	86	1.2.10-8	0.2	20	0.8	60	0.9	7	0.7
1499	55	écroui	380	21	1.9.10-7	0.3	2	0.2	4	0.4	22	6.8
1500	58	écroui	250	11757	1.4.10-11	0.2	2500	0.3	-	-	-	(0.35) non rompu
1543	59	écroui	270	4532	4.4.10-10	0.2	500	0.3	1700	0.5	28	7.4

Tableau 36 : Résultats des essais de fluage à 600°C sur éprouvettes lisses en acier 316H (code SRMA 941) prélevées en sens long au quart épaisseur des coupons, HT signifie hypotrempe

**XII.1.3 Essais de relaxation**

Numéro d'essai	Numéro d'éprouvette	Etat	Vitesse de déformation en s <sup>-1</sup>	déformation plastique visée en %	Contrainte de fin de première mise en charge en MPa	Contrainte après 24 h de relaxation en MPa	Contrainte fin de première relaxation (96h) en MPa	Contrainte fin de deuxième mise en charge en MPa	Contrainte fin de deuxième relaxation (24h) en MPa
15	213	HT	1.10-04	0.6	110	84	79	124	91
16	214	HT	1.10-05	0.6	118	98	88	134	104
17	215	HT	1.10-06	0.6	114	93	82	129	100
19	216	HT	1.10-05	6	216	145	130	157	142
14	371	écroui	1.10-04	0.6	285	208	182	279	198
18	372	écroui	1.10-06	0.6	296	219	194	294	205
21	373	écroui	1.10-05	0	257	198	180	252	224

Tableau 37 : Résultats des essais de relaxation à 600°C sur éprouvettes lisses en acier **316L(N)** (code SRMA 464) prélevées en sens travers à mi-épaisseur des coupons, HT signifie hypereffort

Numéro d'essai	14	15	16	17	18	19
$\sigma_0$	352	135	150	143	373	271
$\sigma_\infty$	182	7	0	14	222	145
<b>A</b>	0.0304	0.0298	0.0155	0.0084	0.0151	0.0235
<b>B</b>	0.291	0.190	0.230	0.297	0.380	0.353

Tableau 38 : Coefficients de la fonction  $\sigma(t)$  identifiés à partir des courbes de relaxation à 600°C sur éprouvettes lisses en acier **316L(N)** (code SRMA 464) prélevées en sens travers à mi-épaisseur des coupons (cf. § III.1.3.3)

## XII.2 Essais de fluage sur éprouvettes entaillées

Numéro d'éprouvette	Etat	Type	Numéro d'essai	Contrainte nominale en MPa	Temps à rupture en heures	Temps d'arrêt en heures	Allongement de mise en charge en mm	Allongement de fluage à rupture en mm	Allongement de fluage à l'arrêt en mm
464-302	écroui	FLE 1-6	EMP 4	450	111.5	-	0.035	0.052	-
464-283	écroui	FLE 1-6	1502	410	-	601.8	-	-	0.028
464-301	écroui	FLE 1-6	EMP 3	410	503.5	-	0.025	0.040	-
464-281	écroui	FLE 1-6	1416	370	2991	-	0.020	0.062	-
464-284	écroui	FLE 1-6	1605	370	2182	-	0.028	0.127	-
464-303	écroui	FLE 1-6	EMP 5	370	1367	-	0.024	0.076	-
464-304	écroui	FLE 1-6	EMP 8	350	5074.45	-	0.018	0.07	-
464-282	écroui	FLE 1-6	1417	320	-	5853	0.019	-	0.020
464-314	écroui	FLE 4-6	EMP 11	390	125	-	0.039	0.147	-
464-288	écroui	FLE 4-6	1568	370	-	481	0.025	-	0.057
464-287	écroui	FLE 4-6	1432	350	1247	-	0.024	0.077	-
464-312	écroui	FLE 4-6	EMP 6	350	831	-	0.015	0.111	-
464-289	écroui	FLE 4-6	1606	340	3139	-	0.026	0.196	-
464-286	écroui	FLE 4-6	1420	320	6305	-	0.024	0.161	-
464-313	écroui	FLE 4-6	EMP 7	320	-	3834.5	0.023	0.039	-
464-209	HT	FLE 1-6	1545	360	-	596	0.254	-	0.206
464-208	HT	FLE 1-6	1501	340	1188.2	-	0.209	0.253	-
464-206	HT	FLE 1-6	1439	320	-	3094	0.155	-	0.270
464-207	HT	FLE 1-6	1444	290	-	8850	0.113	-	0.147
464-205	HT	FLE 4-6	1607	330	209.2	-	0.326	0.529	-
464-204	HT	FLE 4-6	1523	300	722	-	0.306	0.540	-
464-202	HT	FLE 4-6	1504	285	-	1318.5	0.259	-	0.576
464-203	HT	FLE 4-6	1505	270	3076.1	-	-	0.708	-

Tableau 39 : Résultats des essais de fluage à 600°C sur éprouvettes axisymétriques entaillées en acier **316L(N)** (code SRMA 464) prélevées en sens travers à mi-épaisseur des coupons, HT signifie hypertrempé

Etat	Type	Numéro d'éprouvette	Diamètre avant essai			Diamètre après essais (la case grisée correspond à l'entaille rompue)		
			H	M	B	H	M	B
écroui	FLE 1-6	281	6.006	6.019	6.005	5.90 ± 0.05	5.995 ± 0.002	5.984 ± 0.002
écroui	FLE 1-6	282	6.008	6.017	6.008	5.997 ± 0.002	6.007 ± 0.002	6.000 ± 0.002
écroui	FLE 1-6	283	6.007	6.019	6.007	5.981 ± 0.001	5.994 ± 0.002	5.985 ± 0.003
écroui	FLE 1-6	284	6.009	6.017	6.006	5.90 ± 0.1	5.998 ± 0.006	5.989 ± 0.004
écroui	FLE 4-6	313		6.014			5.987 ± 0.003	
écroui	FLE 4-6	286	6.005		6.005	5.74±0.05		5.979 ± 0.002
écroui	FLE 4-6	287	6.003		6.005	5.80 ± 0.05		5.972 ± 0.002
écroui	FLE 4-6	288	6.006		6.006	5.950 ± 0.005		5.970 ± 0.005
écroui	FLE 4-6	289	6.005		6.006	5.74 ± 0.05		5.970 ± 0.01
HT	FLE 1-6	206	6.021	6.027	6.023	5.65 ± 0.01	5.74 ± 0.02	5.73 ± 0.01
HT	FLE 1-6	207	6.019	6.028	6.023	5.82 ± 0.02	5.88 ± 0.02	5.84 ± 0.02
HT	FLE 1-6	208	6.025	6.027	6.022	5.60 ± 0.05	5.76 ± 0.02	5.75 ± 0.02
HT	FLE 1-6	209	6.022	6.027	6.023	5.66 ± 0.02	5.74 ± 0.02	5.75 ± 0.02
HT	FLE 4-6	202	6.016		6.016	5.35 ± 0.02		5.58 ± 0.02
HT	FLE 4-6	203	6.012		6.014	5.09 ± 0.05		5.56 ± 0.02
HT	FLE 4-6	204	6.012		6.013	5.39 ± 0.06		5.69 ± 0.02
HT	FLE 4-6	205	6.012		6.013	5.30 ± 0.1		5.52 ± 0.02

Tableau 40 : Mesures au banc laser des diamètres des entailles des éprouvettes axisymétriques entaillées en acier **316L(N)** (code SRMA 464) prélevées en sens travers à mi-épaisseur des coupons, HT signifie hypere trempé, l'entaille haute (H) est celle qui est située entre les collerettes (cf. plan page 307)

Numéro d'éprouvette	Etat	Type	Numéro d'essai	Contrainte nominale en MPa	Temps à rupture en heures	Temps d'arrêt en heures	Allongement de mise en charge en mm	Allongement de fluage à rupture en mm	Allongement de fluage à l'arrêt en mm
941-16	HT	FLE 4-6	1510	340	67.5	-	0.910	-	0.221
941-17	HT	FLE 4-6	1511	300	145	-	0.393	-	0.159
941-18	HT	FLE 4-6	1513	260	578	-	0.239	-	0.168
941-11	HT	FLE 1-6	1512	390	45.7	-	0.471	-	0.154
941-12	HT	FLE 1-6	1524	340	148	-	-	-	0.093
941-13	HT	FLE 1-6	1538	300	243	-	0.297	-	0.043
941-14	HT	FLE 1-6	1570	260	-	1485	0.079	0.042	-
941-46	écroui	FLE 4-6	1522	350	121	-	0.018	-	0.020
941-47	écroui	FLE 4-6	1539	310	-	1248	0.016	0.030	-
941-48	écroui	FLE 4-6	1603	310	412	-	0.019	-	-
941-41	écroui	FLE 1-6	1540	420	108.3	-	0.03	-	0.066
941-42	écroui	FLE 1-6	1541	370	86.4	-	0.02	-	0.032
941-43	écroui	FLE 1-6	1569	340	-	214.4	0.018	0.018	-
941-44	écroui	FLE 1-6	1576	310	411.1	-	0.015	-	0.015

Tableau 41 : Résultats des essais de fluage à 600°C sur éprouvettes axisymétriques entaillées en acier **316H** (code SRMA 941) prélevées en sens long à mi-épaisseur des coupons, HT signifie hypere trempé

Etat	Type	Numéro d'éprouvette	Diamètre avant essai			Diamètre après essais (la case grisée correspond à l'entaille rompue)		
			H	M	B	H	M	B
HT	FLE 1-6	941-11	5.995	6.007	6.003	5.45 ± 0.05	5.65 ± 0.01	5.63 ± 0.01
HT	FLE 1-6	941-12	5.999	6.006	6.004	5.70 ± 0.05	5.785 ± 0.005	5.78 ± 0.005
HT	FLE 1-6	941-13	5.997	6.006	6.006	5.77 ± 0.03	5.7 ± 0.1	5.68 ± 0.05
HT	FLE 1-6	941-14	5.999	6.006	6.003	5.89 ± 0.007	5.91 ± 0.004	5.91 ± 0.003
HT	FLE 4-6	941-16	6.010		6.009	5.05 ± 0.10		5.460 ± 0.020
HT	FLE 4-6	941-17	6.011		6.010	5.35 ± 0.10		5.670 ± 0.005
HT	FLE 4-6	941-18	6.009		6.010	5.40 ± 0.10		5.765 ± 0.01
écroui	FLE 1-6	941-41	5.998	6.005	6.003	6.0 ± 0.1	5.997 ± 0.002	6.000 ± 0.003
écroui	FLE 1-6	941-42	5.998	6.006	6.002	5.95 ± 0.1	6.001 ± 0.001	5.998 ± 0.001
écroui	FLE 1-6	941-43	5.998	6.006	6.002	5.992 ± 0.003	6.000 ± 0.003	5.994 ± 0.003
écroui	FLE 1-6	941-44	6.002	6.004	6.006	5.993 ± 0.003	5.9 ± 0.1	5.999 ± 0.003
écroui	FLE 4-6	941-46	6.011		6.012	5.75 ± 0.1		6.005 ± 0.005
écroui	FLE 4-6	941-47	6.011		6.011	5.976 ± 0.005		5.995 ± 0.005
écroui	FLE 4-6	941-48	6.001		6.010	5.993 ± 0.003		5.9 ± 0.1

Tableau 42 : Mesures au banc laser des diamètres des entailles des éprouvettes axisymétriques entaillées en acier **316H** (code SRMA 941) prélevées en sens long à mi-épaisseur des coupons, HT signifie hypere trempé, l'entaille haute (H) est celle qui est située entre les collerettes (cf. plan page 307)

## XII.3 Essais sur éprouvettes CT pré-fissurées

### XII.3.1 Essais de traction lente

Etat	Vitesse (µm/h)	Température d'essai (°C)	a0/w	Charge initiale (daN)	Charge maximale (daN)	Ouverture à la charge maximale (µm)	Charge finale (daN)	Ouverture finale (µm)	Durée de l'essai (h)	Longueur de fissure (mm)	Différence de potentiel (mV)	Faciès de rupture	K propagation moyen en MPa√m	Système d'extensométrie
écroui	18	550	0.499	113	1305	809	489	2646	138	8.17	1989	MTD	66	HG
écroui	9	550	0.494	35	1026	402	523	945	306	8.3	1419	MD	61	G
HT	18	550	0.487	88	982	5404	774	7279	378	4.91	1262	MD	62	HG
écroui vieilli 2h à 700°C	18	600	0.495	95	1027	529	524	1476	44	8.1	1880	MD	63	G
écroui	9	600	0.499	98.9	843	429	575	800	49	6.83	776	MPD	53	G
écroui	9	600	0.497		694	306	221	820	49	11.8	1221	MPD	43	
écroui	0.9	600	0.497	85	516	244	291	503	313	9.5	1449	IF	37	G
HT	180	600	0.485	68	962	4212	937	4222	24	2.16	866	MD	60	HG
HT	18	600	0.496	104.4	710	2609	657	2871	150	3.2		IF	-	HG
HT	9	600	0.506	6.2	676	2094	627	2771	168	2.7	305	IF	41	
écroui	18	650	0.497	101	744	462	306	1507	42	9.44	3000	IF	35-50	G
écroui	1.8	650	0.494	106	619	293	467	701	210	6.33	1157	IF	32-42	G
HT	18	650	0.497	91	647	2732	504	5907	169	5.5	2524	IF	35-50	G

Légende pour les faciès de rupture : M = Mixte, I = Intergranulaire, D = Ductile, F = fragile, T = Très, P = Peu

Tableau 43 : Résultats des essais de traction lente sur éprouvettes CT pré-fissurées en acier **316L(N)** (code SRMA 464) prélevées en sens TL à mi-épaisseur des coupons, HT signifie hypereffort

Etat	Vitesse ( $\mu\text{m/h}$ )	Température d'essai ( $^{\circ}\text{C}$ )	a0/w	Charge initiale (dan)	Charge maximale (dan)	Ouverture à la charge maximale ( $\mu\text{m}$ )	Charge finale (dan)	Ouverture finale ( $\mu\text{m}$ )	Durée de l'essai (h)	Longueur de fissure (mm)	Différence de potentiel (mV)	Faciès de rupture	K propagation moyen en MPaVm	Système d'extensométrie
écroui	18	550	0.506	101	1279	682	757	1696	49	6.6	1475	MTD	75	G
écroui	1.8	550	0.498	92	1023	415	549	821	239	8	1690	MD	65	G
écroui	18	600	0.501	84.6	887	371	96	1323	36	15.7	2545	IF	63	G
écroui	1.8	600	0.503	72	476	243	259	502	145	9.8	1606	IF	35	G
écroui vieilli 2h à 700°C	1.8	600	0.496	95	649	319	306	722	200	9	1831	MPD	40	G

Légende pour les faciès de rupture : M = Mixte, I = Intergranulaire, D = Ductile, F = fragile, T = Très, P = Peu

Tableau 44 : Résultats des essais de traction lente sur éprouvettes CT pré-fissurées en acier 316L (code SRMA 064) prélevées en sens TL à mi-épaisseur des coupons

Etat	Vitesse ( $\mu\text{m/h}$ )	Température d'essai ( $^{\circ}\text{C}$ )	a0/w	Charge initiale (dan)	Charge maximale (dan)	Ouverture à la charge maximale ( $\mu\text{m}$ )	Charge finale (dan)	Ouverture finale ( $\mu\text{m}$ )	Durée de l'essai (h)	Longueur de fissure (mm)	Différence de potentiel (mV)	Faciès de rupture	K propagation moyen en MPaVm	Système d'extensométrie
écroui	1.8	550	0.492		551	521	920	317	239	9.1	531	MPD	67	HG
écroui	18	600	0.499	93.4	417	642	845.7	376.5	18	9.7	1180	MPD	58	G
écroui	1.8	600	0.494	90.3	211.2	398.3	474	199.1	110	12.7	1202	IF	35	G
HT	180	600	0.498	127	872	6918	905	5374	19	3.5	1065	MD	59	G
HT	18	600	0.499	80.8	602	3942	711	2228	116	3.7	1546	IF	44	G

Légende pour les faciès de rupture : M = Mixte, I = Intergranulaire, D = Ductile, F = fragile, T = Très, P = Peu

Tableau 45 : Résultats des essais de traction lente sur éprouvettes CT pré-fissurées en acier 316H (code SRMA 941) prélevées en sens LT à mi-épaisseur des coupons

**XII.3.2 Essais de relaxation**

Numéro d'essai	Numéro d'éprouvette	Etat	Température d'essai (°C)	Système d'extensométrie	a0/w	Charge initiale (daN)	Charge finale (daN)	Ouverture (µm)	Durée de l'essai (h)	Longueur de fissure (mm)
69	233	écroui	600	G	0.500	780	635	318	24	2
70	235	écroui	600	G	0.495	780	698	411	3	0.05
84	353	écroui	600	G	0.497	780	260	353	668	7.8
82	351	écroui	600	HG	0.494	780	351	214	619	2.4
85	354	écroui	600	HG	0.493	580	307	136	608	1.5
101	358	écroui vieilli 2h à 700°C	600	HG	0.503	780	475	231	652	1.75
74	152	HT	600	HG	0.499	460	285	248	1004	0
81	346	HT	600	HG	0.501	580	334	578	1006	0
72	237	écroui	550	HG	0.505	1201	1156	447	29	0.2
79	343	HT	550	HG	0.550	385	296	283	1004	0
80	345	HT	550	HG	0.505	650	390	853	961	0

Tableau 46 : Résultats des essais de relaxation sur éprouvettes CT pré-fissurées en acier **316L(N)** (code SRMA 464) prélevées en sens TL à mi-épaisseur des coupons

Numéro d'essai	Numéro d'éprouvette	Etat	Température d'essai (°C)	Système d'extensométrie	a0/w	Charge initiale (daN)	Charge finale (daN)	Ouverture (µm)	Durée de l'essai (h)	Longueur de fissure (mm)
104	5	écroui	600	HG	0.5	780	186	291	206	9.8
106	6	écroui vieilli 2h à 700°C	600	HG	0.498	780	515	201	205	2.8
108	8	écroui	550	HG	0.498	780	603	274	206	4.3

Tableau 47 : Résultats des essais de relaxation sur éprouvettes CT pré-fissurées en acier **316L** (code SRMA 064) prélevées en sens TL à mi-épaisseur des coupons

Numéro d'essai	Numéro d'éprouvette	Etat	Température d'essai (°C)	Système d'extensométrie	a0/w	Charge initiale (daN)	Charge finale (daN)	Ouverture (µm)	Durée de l'essai (h)	Longueur de fissure (mm)
86	32	écroui	600	HG	0.494	780	251	200	571	7.25
92	35	écroui	600	HG	0.49	580	220	114	577	6.53
97	36	écroui	600	HG	0.496	380	268	116	598	2.97
98	37	écroui	600	HG	0.491	280	155	68	597	1
93	3	HT	600	HG	0.503	580	405	803	652	0.5

Tableau 48 : Résultats des essais de relaxation sur éprouvettes CT pré-fissurées en acier **316H** (code SRMA 941) prélevées en sens TL à mi-épaisseur des coupons

## **XIII Annexe F : Attaques chimiques**

Deux attaques chimiques ont été utilisées au cours de la thèse :

1. Pour révéler les joints de grains et la ferrite : attaque potentiostatique à l'acide oxalique 10% (solvant eau), sous 1200 mV, durée comprise entre 30 secondes et quelques minutes suivant la taille de l'échantillon.
2. Pour révéler la zone fondue des soudures : attaque au réactif Marble : 80g de sulfate de cuivre dans 0.4 L d'acide chlorhydrique fumant (37%) et 0.4 L d'eau distillée