



Effect of thermomechanical optimisation on the microstructure and the mechanical properties of 9%Cr steel (Grade 91)

Emma Piozin

► To cite this version:

Emma Piozin. Effect of thermomechanical optimisation on the microstructure and the mechanical properties of 9%Cr steel (Grade 91). Materials and structures in mechanics [physics.class-ph]. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2014. English. NNT : 2014ENMP0049 . tel-01141826

HAL Id: tel-01141826

<https://pastel.hal.science/tel-01141826>

Submitted on 13 Apr 2015

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.

École doctorale n°432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

Doctorat ParisTech

THÈSE

pour obtenir le grade de docteur délivré par

École Nationale Supérieure des Mines de Paris

Spécialité « Sciences et Génie des Matériaux »

présentée et soutenue publiquement par

Emma PIOZIN

le 11 décembre 2014

Influence des traitements thermomécaniques sur la microstructure et sur les propriétés mécaniques d'un acier à 9%Cr (Grade 91)

Effect of thermomechanical treatments on the microstructure and mechanical properties of 9%Cr martensitic steel (Grade 91)

Directrice de thèse : **Anne-Francoise GOURGUES-LORENZON**

Co-encadrants de thèse : **Jean-Christophe BRACHET**

Sébastien VINCENT

Jury

Mme Sabine DENIS, Professeur des Universités, Université de Lorraine
M. Bernard VIGUIER, Professeur des Universités, ENSIACET
M. Michel PEREZ, Professeur des Universités, INSA Lyon
M. Damien FABREGUE, Maître de conférences, INSA Lyon
Mme Anne-Françoise GOURGUES-LORENZON, Professeur Mines ParisTech
M. Jean-Christophe BRACHET, Chercheur-Ingénieur CEA Saclay
M. Sébastien VINCENT, Chercheur-Ingénieur CEA Saclay
M. Frédéric DELABROUILLE, Chercheur-Ingénieur EDF

Présidente
Rapporteur
Rapporteur
Examineur
Examinatrice
Examineur
Invité
Invité

**T
H
È
S
E**

Remerciements

Cher lecteur ou chère lectrice,

Avant que vous ne plongiez dans les méandres de l'acier de Grade 91, traité thermomécaniquement, avec son lot de surprises, il faut que vous sachiez que ce manuscrit de thèse est le fruit du travail de merveilleuses personnes, qui par leurs connaissances scientifiques, leur dévouement, leur présence, leur patience et leur gentillesse à mon égard m'ont permis de vivre une fabuleuse et passionnante aventure. Il faut absolument que vous les connaissiez...

Tout d'abord, il y a les membres du jury qui ont eu la patience et le courage de lire ce manuscrit et qui m'ont fait vivre la plus belle et inoubliable soutenance (croyez-moi ce n'était pas gagné d'avance!). J'adresse donc toute ma gratitude et mes remerciements :

- au **Professeur Sabine Denis** pour m'avoir fait l'honneur de présider ce jury,
- au **Professeur Michel Perez** d'avoir accepté d'être rapporteur et de m'avoir apporté un regard nouveau sur ces travaux de thèse,
- au **Professeur Bernard Viguié** d'avoir accepté d'être rapporteur, de m'avoir initiée et formée à la science des matériaux et de me suivre depuis mes premiers pas dans ce domaine jusqu'à aujourd'hui,
- à **Damien Fabregue** d'avoir accepté d'être examinateur et d'avoir apporté du soleil à Paris en plein mois de décembre avec son accent chantant du Sud,
- à **Frédéric Delabrouille** d'avoir pris part à ces travaux de thèse en tant que membre du jury,
- à la plus génialissime directrice de thèse : **Anne-Françoise Gourgues-Lorenzon** et aux deux plus merveilleux encadrants : **Jean-Christophe Brachet** et **Sébastien Vincent** qui ont largement contribué à rendre ces trois années de thèse passionnantes et des plus agréables.

Merci infiniment Anne-Françoise pour votre disponibilité, votre soutien dans les petits coups de blues, nos discussions imaginées ("on va chasser les léopards" qui signifie "on va étudier la recristallisation", "clacos" = "camemberts").

Merci énormément Jean-Christophe pour la transmission de ton savoir sur le Grade 91, ton soutien indéfectible chaque jour, dans les moments de joie : quand les travaux de la thèse avançaient bien et donnaient des résultats intéressants comme dans les plus mauvais où tu as dû me ramasser à la petite cuillère. Tu as toujours été énormément disponible et tu ne t'es jamais énervé alors que j'ai souvent voulu, avec un malin plaisir, contredire tes travaux de thèse.

Merci beaucoup Sébastien pour tes conseils, ton soutien et ta patience.

Ensuite, il y a les exceptionnelles personnes avec lesquelles j'ai eu énormément de plaisir à travailler, à discuter, à rigoler, et parfois à faire des farces (pour ce dernier point, rassurez-vous, lecteur ou lectrice, je n'ai pas vécu impunément, il y a bien eu des représailles!) et qui sont...

Côté CEA :

- **les petits "loups" du LA2M** (Laboratoire d'Analyse Microstructurale des Matériaux) menés par **Jean-Luc Béchade** : **Didi, Stéphane** "gros bras", **Thomas, Elodie, Véronique, France, Yann, Caroline, Annick, Françoise, William, Marie-Pierre, Jean, les deux Joël, Fabien, Alexandra, Sylvie, Thierry, Benoît, Justine, Dominique, Denis, Lili, Joëlle**, mes « bébés » thésards : **Bertrand** (que j'ai eu l'occasion d'épauler au cours d'un stage et qui m'a donné envie d'encadrer des stagiaires et thésards), **Baptiste, Sylvain, Gilles, Xavier, Julie, Camille, Mickaël, Nesrine, Olivier, Emilie, Pierre** et les anciennes : **Marion** qui est partie au département, **Charlotte, Louise, Léa, Isabel, Mathilde, Marie-Laure**.

Je vous remercie énormément pour votre accueil, votre aide dans ces travaux de thèse, votre bonne humeur quotidienne et contagieuse, mon inoubliable chapeau de Sainte Catherine, ainsi que les annuels week-ends vélo. Vous avez rempli mon cœur de joie et de bonheur !

- **les mécaniciens du LC2M** (Laboratoire d'étude du Comportement Mécanique des Matériaux) menés par **Laetitia Nicolas** : **Louis, Jean-Philippe, Jean-Luc, ma Christel** chérie, **Jérôme** (alias "Kirikou"), **Pierre, Véronique, Ludovic, Tien, Yiting, Hubert, Nathalie, Muriel, Arthur, Juan, Fabien, Abdel**. Je vous remercie tellement pour ces excellents moments passés ensemble !
- **les musclés du LTMEEx** (Laboratoire de Technologie des Matériaux Extrêmes), menés par **Laurent Chaffron**. Je souhaiterais particulièrement remercier mon lamineur CEA adoré : **Daniel** mais également **Pierre-François, Hicham** et **Didier** pour leur bonne humeur.
- **mes préférés du SRMP** : **Sylvie** et **Patrick**.

Merci profondément pour votre accueil, votre gentillesse et votre écoute. Je te remercie "Patrickos" pour les très belles images MEB qui illuminent ce manuscrit.

- **Philippe Chapelot** pour son accueil au SRMA (Service de Recherches Métallurgiques Appliquées qui comporte les trois laboratoires LA2M, LC2M et LTMEEx), **Céline Cabet** qui dirige le projet auquel appartient cette thèse et qui a été d'une extrême gentillesse à mon égard, **Gilles André, Florence Porcher** et **Marie-Hélène Mathon** du LLB (Laboratoire Léon Brillouin) qui m'ont aidée à faire parler tous ces "bébés" échantillons/états du Grade 91 avec des neutrons.
- **mes collègues SEMI/LCMI** (Service d'Etudes des Matériaux Irradiés/Laboratoire de Comportement Mécanique des matériaux Irradiés) qui m'ont supportée, stressée, fatiguée et qui m'ont beaucoup fait rire avant la soutenance de thèse. Merci !

Côté Centre des Matériaux, des MINES ParisTech dirigé par **Jacques Besson** :

- **M. Pineau** qui a laminé une bonne partie des états métallurgiques de cette thèse et qui a été un vrai soutien scientifique.
Merci M. Pineau pour votre énergie et votre disponibilité, je suis heureuse de marcher sur vos traces (en effet, lecteur ou lectrice, vous ne le savez peut être pas mais M. Pineau a fait une thèse sur le traitement thermomécanique de type "austéniformage", étant ainsi, le premier français à s'y intéresser, cocorico !)
- Ma petite **Anne** chérie que je remercie fortement pour les nombreuses heures passées avec moi pour faire de jolies cartographies EBSD après les horaires officiels, pour sa gentillesse, sa bonne humeur, son énergie et son soutien.
- **Konaly, Saro, Fabrice, Gérard, Nicole, Maria, Mohamed, Régis, Abdenmour, René, Georges** et les nombreux thésards : **Mériem, FX, Romain, les deux Victor, Franck, Alexandre, Aurélien, Mouhcine, Judith, Samuel, Geoffrey, Raphaël, Philippe, Bogdan**.
Merci pour votre soutien et aide au cours de ces trois années de thèse.
- **Harry** que je remercie énormément pour sa présence, son soutien, ses encouragements et sa joie de vivre communicative.

Enfin, il y a deux autres personnes très chères à mon cœur : **ma petite maman** et **ma soeur jumelle** adorée. Merci pour votre soutien permanent tout au long de mes études. Un grand merci à toi, ma petite Anaïs, mon étoile, d'éclairer ma vie depuis toujours.

Table des matières

Remerciements	3
Introduction	9
1 Le matériau de l'étude et le traitement thermomécanique de type "austéniformage"	15
1.1 L'acier martensitique (revenu) à 9%Cr, sujet de l'étude	17
1.1.1 Composition chimique	17
1.1.2 Elaboration	18
1.1.3 Traitement thermique	18
1.1.4 Transformations de phases à l'équilibre et "hors d'équilibre"	18
1.1.5 La microstructure	23
1.1.6 Les propriétés mécaniques	28
1.1.7 Bilan sur le matériau de l'étude	34
1.2 Le traitement thermomécanique de type "austéniformage"	35
1.2.1 Généralités	35
1.2.2 Influence de l'étape de déformation en phase austénitique métastable sur la microstructure martensitique résultante	37
1.2.3 Influence de l'étape de déformation en phase austénitique métastable sur les propriétés mécaniques	40
1.2.4 Influence des paramètres de l'étape de déformation	41
1.2.5 Bilan sur le traitement thermomécanique de type "austéniformage"	47
1.3 Démarche de la thèse	48
1.3.1 Etude paramétrique systématique de l'effet du traitement thermomécanique sur la microstructure et les propriétés mécaniques	48
1.3.2 Les différents états métallurgiques	50
1.3.3 Les notations utilisées	51
1.3.4 Caractérisation microstructurale et mécanique des matériaux traités	52
1.3.5 Bilan sur la démarche de la thèse	52
2 Influence du traitement thermomécanique de type "austéniformage" sur la microstructure de l'acier de Grade 91	53
2.1 Influence d'un "simple" traitement thermique : austénitisation et revenu sur la microstructure	54
2.1.1 Les ex-grains d'austénite	54
2.1.2 La matrice martensitique	55
2.1.3 L'austénite résiduelle	58
2.1.4 Les dislocations de transformation austénite → martensite	62
2.1.5 Les précipités	65
2.1.6 Les calculs à l'équilibre thermodynamique métastable	74
2.1.7 Bilan sur l'influence d'un "simple" traitement thermique	77
2.2 Influence de l'étape de laminage en phase austénitique métastable sur la microstructure	78
2.2.1 Les ex-grains d'austénite	78
2.2.2 La matrice martensitique	78
2.2.3 L'austénite résiduelle	80

2.2.4	Les dislocations introduites par laminage en phase austénitique métastable	81
2.2.5	La recristallisation	84
2.2.6	Les précipités	90
2.2.7	Bilan sur l'influence d'une étape de laminage en phase austénitique métastable	100
2.3	Conclusion	101
3	Influence du traitement thermomécanique sur les propriétés mécaniques	
	à basse température de l'acier de Grade 91	105
3.1	Dureté à 20°C	107
3.1.1	Influence d'un "simple" traitement thermique : austénitisation et revenu	107
3.1.2	Influence de l'étape de laminage en phase austénitique métastable	108
3.1.3	Influence de la présence de zones recristallisées	110
3.2	Traction à 20°C	112
3.2.1	Relation linéaire entre la résistance mécanique, la limite d'élasticité et la dureté à 20°C	112
3.2.2	Relation linéaire entre l'allongement total et la striction à 20°C	114
3.2.3	Influence d'un "simple" traitement thermique (austénitisation et revenu) sur l'allongement total	115
3.2.4	Influence de l'étape de laminage en phase austénitique métastable sur l'allongement total	117
3.2.5	Influence de la température et de la direction de laminage sur les propriétés de traction à 20°C	119
3.2.6	Bilan sur la dureté et la traction à 20°C	120
3.3	Modèle de durcissement structural	121
3.3.1	Démarche	121
3.3.2	Etat de l'art	121
3.3.3	Les hypothèses du modèle de durcissement structural	123
3.3.4	Domaine de validité du modèle	124
3.3.5	Identification de la contribution des différents paramètres microstructuraux au durcissement structural	125
3.3.6	Bilan sur le modèle de durcissement structural à 20°C	135
3.4	Résilience	137
3.4.1	Influence d'un "simple" traitement thermique : austénitisation et revenu	137
3.4.2	Influence de l'étape de laminage en phase austénitique métastable	139
3.4.3	Influence du sens de prélèvement des éprouvettes	141
3.4.4	Mécanismes de rupture fragile	142
3.4.5	Bilan sur la résilience	146
3.5	Lien entre la traction à 20°C et la résilience	147
3.5.1	Relations linéaires	147
3.5.2	Compromis entre résistance et ductilité/ténacité	149
3.6	Conclusion	152
4	Influence du traitement thermomécanique sur les propriétés mécaniques	
	à haute température de l'acier de Grade 91	153
4.1	Traction à 550°C et 650°C	155
4.1.1	Relation linéaire entre la limite d'élasticité/la résistance mécanique à 550°C/650°C et à 20°C	156
4.1.2	Application du modèle de durcissement structural	157
4.1.3	Allongement total	160
4.1.4	Bilan sur les propriétés en traction à 550°C ou 650°C	165
4.2	Fluage à 650°C	166
4.2.1	Influence d'un "simple" traitement thermique : austénitisation et revenu	167
4.2.2	Influence de l'étape de laminage en phase austénitique métastable	170
4.2.3	Influence de la direction de prélèvement des éprouvettes	171
4.2.4	Endommagement intergranulaire	172
4.2.5	Comparaison avec les données de la littérature	178
4.2.6	Sensibilité de la ductilité en fonction de la vitesse minimale de fluage	182
4.2.7	Évolution de la microstructure après sollicitation de fluage	183
4.2.8	Bilan sur les propriétés de fluage à 650°C (temps courts)	186
4.3	Fatigue oligocyclique à 550°C	187
4.3.1	Comparaison des cycles 2 et N ₅₀	188
4.3.2	Comparaison des différentes contraintes en fonction du nombre de cycles et de la déformation plastique cumulée	188

4.3.3	Analyses des boucles de fatigue - Lien entre la nature de l'écrouissage et la microstructure	190
4.3.4	Bilan sur les propriétés en fatigue à 550°C	192
4.4	Fatigue-fluage à 550°C	193
4.4.1	Influence de la déformation en fluage, ϵ_{fluage}	194
4.4.2	Comparaison des cycles 2 et N_{50} à même déformation en fluage ($\epsilon_{fluage} = 0,25\%$)	196
4.4.3	Comparaison de la contrainte en traction en fonction du nombre de cycles et de la déformation plastique cumulée à même déformation en fluage	197
4.4.4	Comparaison des vitesses minimales de fluage du premier cycle de fatigue-fluage et d'un essai de fluage conventionnel à celle du cycle stabilisé de fatigue-fluage	199
4.4.5	Analyses des boucles de fatigue-fluage - Lien entre la nature de l'écrouissage et la microstructure	199
4.4.6	Endommagement	202
4.4.7	Bilan sur les propriétés en fatigue-fluage à 550°C	203
4.4.8	Conclusion	204
Conclusion générale		207
A Annexe A : Tableaux récapitulatifs des données expérimentales		219
A.1	Données microstructurales	220
A.1.1	Les ex-grains d'austénite	220
A.1.2	La matrice martensitique	220
A.1.3	L'austénite résiduelle	220
A.1.4	La densité de dislocations	220
A.1.5	Les précipités	220
A.2	Données mécaniques	220
A.2.1	La dureté	220
A.2.2	La traction	220
A.2.3	Le fluage	220
A.2.4	La fatigue	220
A.2.5	La fatigue-fluage	220
A.2.6	La résilience	220
B Annexe B : Méthodes expérimentales de caractérisation de la microstructure		221
B.1	Microscope Optique	222
B.1.1	Préparation des échantillons	222
B.1.2	Mesure des ex-grains d'austénite	222
B.2	Microscope Électronique à Balayage (MEB)	223
B.2.1	Préparation des échantillons	223
B.2.2	Mesure des blocs de martensite	224
B.3	Microscope Électronique en Transmission (MET)	227
B.3.1	Préparation des échantillons	227
B.3.2	Mesure des largeurs de lattes et des précipités	228
B.4	Dissolution sélective	230
B.5	La mesure du pouvoir ThermoÉlectrique (PTE)	232
B.6	La Diffusion des Neutrons aux Petits Angles (DNPA)	236
B.6.1	Principe de la mesure	236
B.6.2	Protocole expérimental	236
B.6.3	Traitement des données	236
B.6.4	Détermination des échantillons présentant des nano-objets et calcul du bruit de fond	237
B.6.5	Détermination de la taille, de la fraction volumique des nano-objets diffusants	237
B.6.6	Nature chimique des précipités	237
B.7	La diffraction des neutrons	241
B.7.1	Spectromètre G4.1	241
B.7.2	Spectromètre 3T2	243
C Annexe C : Méthodes expérimentales de caractérisation des propriétés mécaniques		245
C.1	Dureté	246
C.2	Traction	246
C.2.1	Géométries des éprouvettes	246
C.2.2	Définitions	247
C.2.3	Courbes de traction	248

C.3	Fluage	254
C.4	Fatigue et fatigue-fluage	254
C.5	Résilience	255
D	Annexe D : Résumé de stage de B. Michaut	257
D.1	Contexte	258
D.2	Objectifs	258
D.3	Présentation du matériau dans les conditions d'austénitisation et de revenu "standard"	258
D.4	Décomposition partielle de l'austénite en ferrite	258
D.5	Résultats et analyses	260
D.5.1	Taille des ex-grains d'austénite et taux de transformation	260
D.5.2	Etude microstructurale de la décomposition partielle de l'austénite en ferrite	260
D.5.3	Essais mécaniques	262
D.6	Conclusion	262
D.7	Perspectives	263

CONTEXTE

Les aciers martensitiques revenus à 9%Cr sont principalement employés dans les sections chaudes et sous pression (turbines des surchauffeurs et réchauffeurs, tuyaux pour conduite de vapeur..., entre 500 et 600°C et sous une pression de 18 MPa) des centrales thermiques conventionnelles et en pétrochimie. En effet, ils présentent à la fois de meilleures propriétés thermiques (meilleure conductivité et plus faible coefficient de dilatation) ainsi qu'un coût plus faible que les aciers inoxydables austénitiques [Klueh and Harries, 2001].

D'autre part, du fait que ces aciers sont peu sensibles au gonflement sous irradiation par rapport aux aciers inoxydables austénitiques (doses comprises entre 60 et 160 dpa) [Yvon and Carré, 2009], ils sont utilisés ou envisagés comme matériaux de certains composants de réacteurs nucléaires, notamment pour :

- les générateurs de vapeur (GV) des prototypes de réacteurs à neutrons rapides refroidis au sodium (RNR-Na). En Inde, l'acier de Grade 91 : 9Cr-1Mo-NNbV va être employé comme matériau des générateurs de vapeur du Prototype Fast Breeder Reactor (PFBR) [Mannan et al., 2003] et initialement envisagé en France, pour des réacteurs de 4^{ème} génération.
- les tubes hexagonaux (TH) du coeur de réacteur nucléaire en EM10 : 9Cr-1Mo qui servent à maintenir les faisceaux d'aiguilles contenant l'oxyde d'uranium [CEA, 2007],
- les matrices de futurs gainages à combustible des réacteurs à neutrons rapides en acier "ODS" à 9%Cr : 9Cr-1W-Y₂O₃, [Yvon and Carré, 2009],
- les couvertures (1^{ère} paroi) du tokamak des futurs réacteurs de fusion nucléaire en "Eurofer 97" : 9CrWVTa [Zinkle, 2009].

Les principales sollicitations et les exigences que doivent respecter ces aciers martensitiques revenus à 9%Cr sont résumées dans le tableau 1. Celles concernant leur comportement sous irradiation aux neutrons ne sont pas évoquées dans ce manuscrit car elles n'ont pas fait ici l'objet d'études dédiées.

	Centrales thermiques	RNR-Na			Fusion
Localisation	turbines, tuyauteries	GV	TH	gainages combustibles (ODS)	couvertures tokamak
Sollicitations	fatigue-fluage, corrosion	fatigue-fluage	fluage	fluage sous pression interne	fatigue-fluage
T (°C)	500 - 600	525	350 - 550	> 650	/
Durée de vie en fluage (ans)	> 1	40	6	6	> 1
Traction - allongement minimal (%)	18 % à 20°C	20 % à 18°C	/		
Résilience Charpy - énergie minimale (J)	34 J à 20°C	68 J à 18°C	la plus élevée possible		

Tableau 1 – Cahier des charges simplifié pour les aciers martensitiques revenus à 9%Cr en fonction des applications envisagées à hautes températures (hors effets spécifiques de l'irradiation).

PROBLÉMATIQUE

Pour une grande partie de ces applications, les aciers martensitiques revenus à 9%Cr vont être soumis à de la fatigue combinée à du fluage. Or, de par leur structure cubique centrée, ces aciers présentent une résistance en fluage inférieure à celle des aciers inoxydables austénitiques. La figure 1 montre que pour une même contrainte appliquée, à 550°C, un acier martensitique de Grade 91 présente un temps à rupture 100 fois, et à 650°C, 50 fois inférieur à celui d'un acier austénitique inoxydable de type 316 [RCC-MRx, 2012].

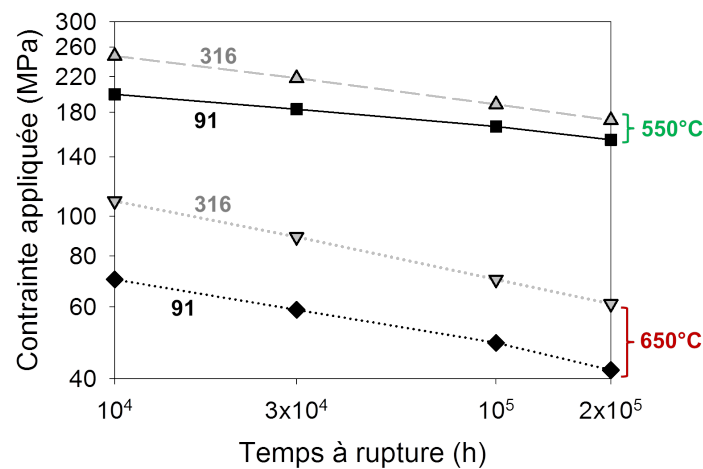


Figure 1 – Comparaison du temps à rupture pour différentes contraintes appliquées à un acier de Grade 91 et à un acier inoxydable austénitique de type 316 [RCC-MRx, 2012].

D'autre part, une précédente étude a montré que, dans les conditions de normalisation et de revenu "standard", l'acier martensitique revenu de Grade 91, sujet de cette étude, est sensible à l'adoucissement sous charge-

ments cycliques dès 550°C [Fournier et al., 2009c]. Une perte de la résistance mécanique est observée en fonction du nombre de cycles de fatigue, qui est due à une évolution de la microstructure. Dans la gamme de température de fonctionnement envisagée pour l'acier de Grade 91, la diffusion des atomes de carbone et d'azote est activée et entraîne une coalescence des précipités. Ces derniers deviennent moins efficaces pour épingler les joints des lattes de martensite et des sous-grains, conduisant à la disparition des sous-joints ainsi qu'à un grossissement des sous-grains et des lattes comme l'indique la figure 2. La microstructure de l'acier de Grade 91 sera décrite plus en détails dans le chapitre 1.

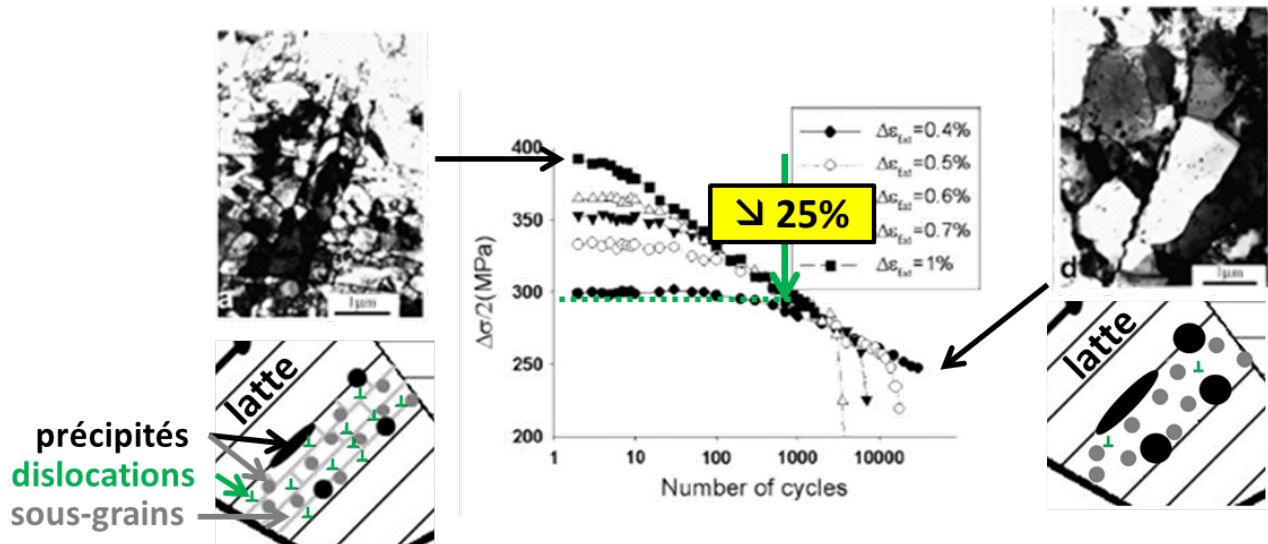


Figure 2 – Perte de la résistance mécanique, d'un acier de Grade 91, en fonction du nombre de cycles de fatigue à 550°C et évolution microstructurale associée [Fournier et al., 2009c].

UNE SOLUTION PROPOSÉE - ÉTUDE PRÉLIMINAIRE

Pour améliorer les propriétés mécaniques et notamment pallier à l'adoucissement cyclique des aciers de Grade 91, une solution proposée (par Hollner et al.) est d'appliquer un traitement thermomécanique de type "austéniformage" [Hollner et al., 2010]. Ce traitement est composé de cinq étapes : d'une austénitisation, d'un refroidissement jusqu'à la température de laminage, d'un laminage en phase austénitique métastable, d'une trempe jusqu'à la température ambiante et d'un revenu. Il est représenté schématiquement sur la figure 3.

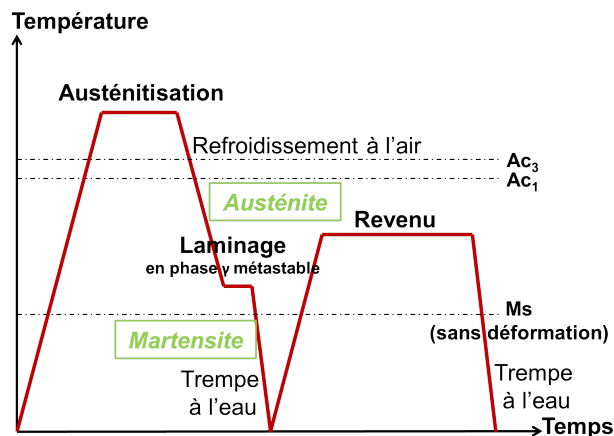


Figure 3 – Schéma du traitement thermomécanique de type "austéniformage".

Les différentes conditions de traitement thermomécanique étudiées par Hollner et al. sont résumées dans le tableau 2.

Tausténitisation (°C) (30 minutes)		% laminage en phase γ	Trevenu (°C) (1 heure)
1150	1200		
Laminage à 600°C	/	25	650
Laminage à 600°C	Laminage à 500 et 600°C	25	700
/	Laminage à 600°C	50	
/	Laminage à 500°C	25	750
	Laminage à 600°C	50	

Tableau 2 – Les différentes conditions de traitement thermomécanique de Hollner et al. [Hollner et al., 2010].

Hollner et al. ont comparé ces différents états traités thermomécaniquement à l'état "à réception", austénitisé à 1050°C, refroidi à l'air et revenu à 780°C, refroidi à l'air. Ces travaux ont montré qu'associée à une température d'austénitisation élevée et une température de revenu assez basse, les traitements thermomécaniques induisent, par rapport à l'état « à réception » :

- en traction : une résistance mécanique plus élevée avec seulement une légère baisse de la ductilité,
- en fluage : un temps à rupture plus de 10 fois supérieur (pour une contrainte donnée),
- en dureté : un retard à l'adoucissement au revenu entre 700 et 750°C.

La figure 4 illustre ces résultats.

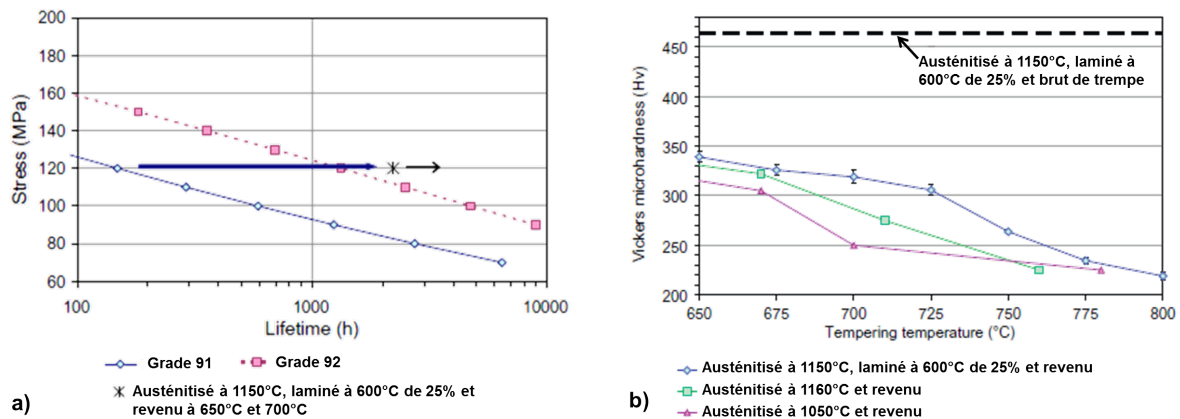


Figure 4 – Résultats des travaux de Hollner et al. : a) Durée de vie en fluage à 650°C, b) Dureté Vickers à 20°C pour différentes températures de revenu de 1 heure comprises entre 650°C et 800°C [Hollner et al., 2010].

Cependant, par rapport à l'état "à réception", il est difficile de conclure si ces résultats encourageants sont dus aux différentes conditions d'austénitisation et de revenu ou à l'application de l'étape de laminage proprement dit. En effet, plusieurs paramètres ont été modifiés à la fois et aucune étude systématique et paramétrique à chaque étape du traitement thermomécanique n'a été réalisée dans le cadre des travaux de Hollner et al. [Hollner et al., 2010].

OBJECTIFS DE LA THÈSE ET ORGANISATION DU MANUSCRIT

Afin d'optimiser les propriétés mécaniques, en fonction des contraintes industrielles et des cahiers des charges pour les différentes applications visées, ce travail de thèse se propose de mieux comprendre les influences respectives de chaque étape du traitement thermomécanique de type "austéniformage", notamment celle de laminage en phase austénitique métastable, sur la microstructure et sur les propriétés mécaniques d'un acier martensitique revenu, le Grade 91. Ainsi, les principaux objectifs de cette thèse sont :

- de comprendre l'effet de chaque étape du traitement thermomécanique sur la microstructure typique de la structure martensitique. Notamment, il est souhaité appréhender comment la déformation de la phase austénitique est héritée lors de la transformation austénite → martensite et quel est son impact

sur la précipitation et/ou la restauration au cours d'un revenu. Ceci impose de caractériser finement et systématiquement les différentes échelles de cette microstructure à toutes les étapes.

- de relier les évolutions microstructurales aux modifications induites des propriétés mécaniques, en particulier : en dureté, en traction, en fluage, en fatigue-fluage et en résilience.
- de comprendre, in fine, quel est le ou les paramètre(s) microstructural(aux) dominant(s) qui permette(nt) d'obtenir une amélioration des propriétés mécaniques, sans toutefois trop dégrader la ductilité et la ténacité à basse température.

Pour répondre aux objectifs fixés, ce manuscrit abordera successivement les points suivants :

- Tout d'abord, un état de l'art des connaissances sur l'acier de Grade 91 et sur le traitement thermomécanique de type "austéniformage" fera l'objet du **premier chapitre**. Il permettra entre autres de poser les orientations prises au cours de la thèse et les choix des méthodes expérimentales.
- Le **deuxième chapitre** s'attache à décrire les évolutions microstructurales induites par les différentes étapes du traitement thermomécanique de type "austéniformage". La microstructure martensitique revenue a été caractérisée à différentes échelles à chaque étape du traitement thermomécanique.
- Puis, l'influence des différentes étapes du traitement thermomécanique sur les propriétés mécaniques est étudiée :
 - à basse température : dureté, traction à 20°C et résilience sont décrites dans le **troisième chapitre**. Pour relier la microstructure aux propriétés mécaniques à basse température, un modèle de durcissement structural simplifié a été appliqué.
 - à haute température : traction à 550°C et 650°C, fluage, fatigue et fatigue-fluage sont présentés dans le **quatrième chapitre**. Même si une modélisation complète et approfondie des propriétés "à chaud" sortait du cadre de ce travail de thèse, les tendances observées seront rationalisées, en s'intéressant notamment à l'apparition d'un mécanisme d'endommagement intergranulaire (en fluage) en lien avec les observations microstructurales.

Par ailleurs les annexes regroupent les méthodes mises en oeuvre et données expérimentales (microstructurales et mécaniques) de chaque état métallurgique de l'acier de Grade 91 généré dans le cadre de cette thèse.

CHAPITRE 1

Le matériau de l'étude et le traitement thermomécanique de type "austéniformage"

Ce premier chapitre a pour but de dresser un état de l'art sur le matériau de l'étude et sur le traitement thermomécanique de type "austéniformage". De plus amples informations sont consultables dans un rapport bibliographique CEA [Piozin, 2013].

Dans un premier temps, les différentes phases, à l'équilibre et "hors d'équilibre", susceptibles de se former dans l'acier de Grade 91 (9%Cr-1%Mo-NNbV), la microstructure et les propriétés mécaniques de l'état "à réception", caractérisées au cours de cette thèse, sont présentées. Les influences respectives des différents paramètres d'un traitement thermique sur l'acier de Grade 91 sont également reportées.

Dans un second temps, le traitement thermomécanique de type "austéniformage" est décrit. L'influence que peut avoir une étape de déformation dans le domaine austénitique métastable sur la microstructure et sur les propriétés mécaniques de la structure martensitique résultante est illustrée. Cette étude a montré des effets contradictoires de l'étape d'"austéniformage" selon les nuances d'aciers considérées. Si le champ d'étude est limité aux aciers martensitiques revenus ayant une composition chimique proche de l'acier de Grade 91 alors peu de données sont disponibles dans la littérature.

Compte-tenu des contradictions et des manques de données dans la littérature, ce travail de thèse vise à apporter des réponses ou à éclaircir les différents effets d'un traitement thermomécanique de type "austéniformage" sur la microstructure et sur les propriétés mécaniques de l'acier de Grade 91. La démarche de la thèse qui en découle est alors présentée ainsi que les différentes conditions de traitement thermomécanique appliquées dans le cadre de ce travail.

Sommaire

1.1	L'acier martensitique (revenu) à 9%Cr, sujet de l'étude	17
1.1.1	Composition chimique	17
1.1.2	Élaboration	18
1.1.3	Traitement thermique	18
1.1.4	Transformations de phases à l'équilibre et "hors d'équilibre"	18
1.1.5	La microstructure	23
1.1.6	Les propriétés mécaniques	28
1.1.7	Bilan sur le matériau de l'étude	34
1.2	Le traitement thermomécanique de type "austéniformage"	35
1.2.1	Généralités	35
1.2.2	Influence de l'étape de déformation en phase austénitique métastable sur la microstructure martensitique résultante	37
1.2.3	Influence de l'étape de déformation en phase austénitique métastable sur les propriétés mécaniques	40
1.2.4	Influence des paramètres de l'étape de déformation	41
1.2.5	Bilan sur le traitement thermomécanique de type "austéniformage"	47
1.3	Démarche de la thèse	48

1.3.1	Etude paramétrique systématique de l'effet du traitement thermomécanique sur la microstructure et les propriétés mécaniques	48
1.3.2	Les différents états métallurgiques	50
1.3.3	Les notations utilisées	51
1.3.4	Caractérisation microstructurale et mécanique des matériaux traités	52
1.3.5	Bilan sur la démarche de la thèse	52

1.1 L'acier martensitique (revenu) à 9%Cr, sujet de l'étude

1.1.1 Composition chimique

L'acier de Grade 91 étudié dans cette thèse est un acier à 9%Cr, à bas carbone, actuellement commercialisé : ASME Grade 91. Selon la norme française et européenne NF EN 10027-1, le Grade 91 est labellisé sous l'écriture X10CrMoVNb9-1. Sa composition chimique massique est donnée dans le tableau 1.1 et elle est comparée aux spécifications ASTM A 387 et RM 242-2.31 du code de conception RCC-MRx ainsi qu'à la gamme de composition chimique des données de l'ECCC [Framatome, 2002], [ASTM, 2013], [RCC-MRx, 2012], [ECCC, 2005]. Pour les éléments chimiques majoritaires, ces normes/spécifications sont très proches. La tôle ici étudiée respecte l'ensemble de ces normes pour tous les éléments chimiques qui la composent.

L'acier étudié comporte également des éléments résiduels, signature de l'aciérie, qui peuvent induire une sensibilité de l'acier à la rupture intergranulaire.

Éléments chimiques	Tôle étudiée	ASTM	RCC-MR _x	ECCC
Cr	8,9	8,0 - 9,5		8,05 - 9,45
C	0,09	0,08 - 0,12		
Mo	0,92	0,85 - 1,05		0,85 - 1,09
Mn	0,36	0,30 - 0,60	0,30 - 0,50	0,31 - 0,59
Si	0,32	0,20 - 0,50		0,11 - 0,49
N	0,04	0,03 - 0,07		0,03 - 0,07
Nb	0,08	0,06 - 0,10		0,05 - 0,10
V	0,20	0,18-0,25		
Cu	0,07	/	≤ 0,10	/
Ni	0,15	≤ 0,40	≤ 0,20	0,01 - 0,37
S	0,001	≤ 0,010	≤ 0,005	0,0008 - 0,010
P	0,017	≤ 0,020		0,001 - 0,024
Al	0,018	≤ 0,020	≤ 0,040	0,001 - 0,035
Sn	0,005	/		
Zr	0,001	≤ 0,010	/	
Ti	0,002	≤ 0,010		
As	0,0112	/		
W	0,010			
B	0,0010			
Sb	0,0006			
O	0,0018			

Tableau 1.1 – Composition chimique (en pourcentages massiques) de la nuance de Grade 91 étudié, comparée aux spécifications ASTM A 387, RM 242-2.31 et ECCC [Framatome, 2002], [ASTM, 2013], [RCC-MRx, 2012], [ECCC, 2005].

1.1.2 Élaboration

La nuance étudiée a été élaborée au four électrique à l'arc, affinée en poche sous-vide (vacuum arc degassing), puis coulée en continue, et enfin laminée pour atteindre une épaisseur de 30 mm (taux de corroyage : 8) [Framatome, 2002]. Les dimensions initiales de cette tôle sont : 2000 x 1000 x 30 mm³. Un schéma de la tôle de Grade 91 mise à disposition pour cette thèse est donnée à la figure 1.1.

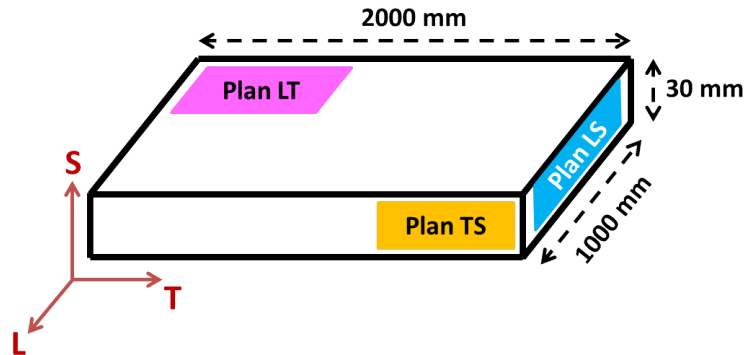


Figure 1.1 – Schéma de la tôle d'acier de Grade 91 et des différents plans possibles de prélèvement de matière.

1.1.3 Traitement thermique

Le traitement thermique usuellement appliqué aux aciers à 9% de chrome est composé d'une austénitisation ou d'une normalisation à haute température, d'un refroidissement et d'un revenu à température inférieure à "Ac₁" (défini au paragraphe 1.1.4).

Les conditions de traitement thermique de l'acier de Grade 91 étudié, à l'état de réception, sont résumées dans le tableau 1.2 et comparées aux spécifications ASTM A 387 et RM 242-2.31 du code de design RCC-MRx [ASTM, 2013], [RCC-MRx, 2012] :

	Etapes	Austénitisation	Refroidissement	Revenu
ASTM	Température (°C)	1040 - 1080	air comprimé/liquide	730 - 800
RCC-MRx			eau par immersion	≥ 750
ECCC	Température (°C)	1038 - 1090	non spécifié	730 - 800
Grade 91	Température (°C)	1050	air calme	780
étudié	Temps (min)	30		60

Tableau 1.2 – Conditions de traitement thermique de l'état "à reception" de l'acier de Grade 91 étudié ainsi que correspondant aux spécifications ASTM A 387 et RM 242-2.31 [Framatome, 2002], [ASTM, 2013], [RCC-MRx, 2012].

1.1.4 Transformations de phases à l'équilibre et "hors d'équilibre"

Transformation de phases à l'équilibre

Transformations de phases à l'équilibre d'un acier de base Fe-9Cr-0,1C

Dans un premier temps, le raisonnement est effectué sur une composition chimique simplifiée à Fe-9%Cr-0,1%C. Une coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-C à 0,1% massique de carbone est présentée sur la figure 1.2 [Bungart and Von, 1958].

En dessous de 800°C, l'alliage Fe-9%Cr-0,1%C se trouve à l'équilibre dans un domaine biphasé : ferrite α (structure cubique centrée) + $M_{23}C_6$ (M=Fe,Cr). Lorsque la température est augmentée jusqu'à 800°C, à une vitesse infiniment faible, une partie de la ferrite se transforme en austénite γ de structure cubique à faces centrées.

Cette température de 800°C est définie comme la température de début de transformation ferrite → austénite à l'équilibre (A_{e1}). Au dessus de 810°C, toute la ferrite est transformée en austénite. Cette température est définie comme la température de fin de transformation ferrite → austénite à l'équilibre (A_{e3}). Au chauffage, ces températures sont alors notées Ac_1 et Ac_3 et sont décalées vers le haut du fait de l'hystérésis de la transformation de phases $\alpha \rightarrow \gamma$ en condition "hors d'équilibre", c'est à dire, en conditions plus ou moins dynamiques. Ceci est bien entendu lié aux cinétiques de germination/croissance de l'austénite, en général, gouvernées par la diffusion du carbone. Les températures Ac_1 et Ac_3 dépendent de la composition chimique de l'acier. Lorsque la température Ac_3 est atteinte, tous les précipités $M_{23}C_6$ ne sont pas dissous, d'où la présence d'un domaine biphasé $\gamma + M_{23}C_6$ entre 810°C et 850°C. Il faut augmenter la température jusqu'à 850°C pour que l'alliage soit entièrement austénitique (monophasé) à l'équilibre. A plus haute température (supérieure à 1275°C), une partie de l'austénite se transforme en ferrite δ (ferrite amagnétique). La température de fusion (T_f) est atteinte à environ 1450°C.

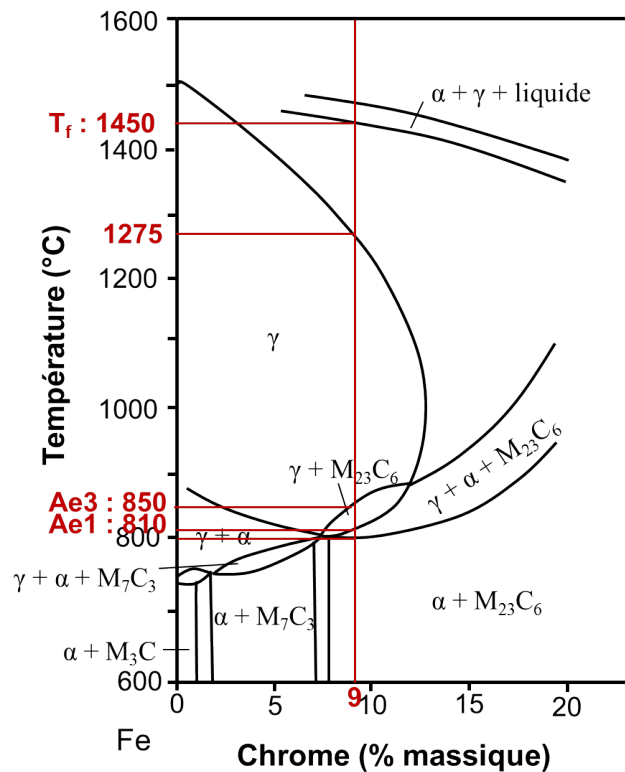


Figure 1.2 – Diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-C à 0,1% de carbone [Bungart and Von, 1958].

Transformations de phases à l'équilibre de l'acier de Grade 91

Un diagramme d'équilibre de phases à partir de la composition chimique "réelle" de l'acier de Grade 91 a été simulé avec le logiciel MatCalc, figure 1.3, en faisant l'hypothèse qu'il n'y avait pas de précipitation de phase de Laves car celle-ci apparaît après des temps longs de maintien à 600-650°C. Dans un premier temps, il est souhaité ici, décrire les phases susceptibles d'apparaître après un simple revenu de quelques heures. Le diagramme de phases "à l'équilibre" du Grade 91 est relativement proche de celui du Fe-9%Cr-0,1%C. En effet, les températures obtenues par la simulation Ac_1 , Ac_3 et T_f valent respectivement 810°C, 850°C et 1440°C. La différence majeure résulte en la présence de la phase MX, i.e., (Nb,V)(C,N) jusqu'à environ 1150°C.

Ainsi, d'après ce diagramme d'équilibre de phases simulé, figure 1.3, seuls les précipités $M_{23}C_6$ devraient être totalement dissous au cours de l'étape d'austénitisation à 1050°C et il devrait subsister encore 2/3 des précipités MX. Pour espérer dissoudre le maximum de précipités, il faut austénitiser à plus haute température, à 1150°C ou à 1200°C.

Expérimentalement, les températures Ac_1 , Ac_3 sont proches de $833 \pm 25^\circ\text{C}$ et $888 \pm 25^\circ\text{C}$ (pour une vitesse de chauffage de $5^\circ\text{C}.\text{min}^{-1}$) [Wident, 2004].

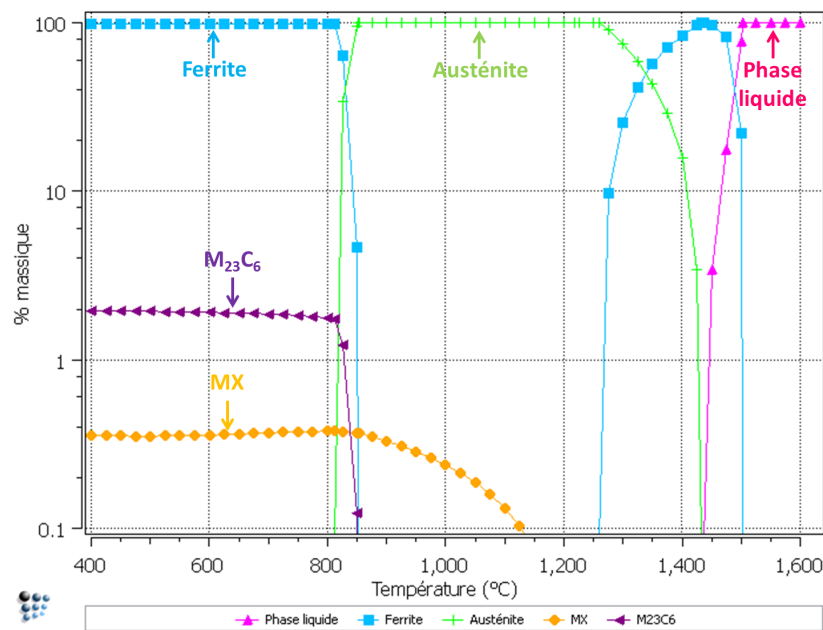


Figure 1.3 – Diagramme d'équilibre de l'acier de Grade 91 étudié, simulé avec MatCalc, sans prise en compte de la phase de Laves.

Transformations de phases "hors d'équilibre" au refroidissement

La transformation austénite → ferrite

L'austénite se décompose en ferrite selon un mécanisme diffusionnel.

Un diagramme TTT (Temps, Température, Transformation) pour cette famille d'aciers montre la cinétique particulièrement lente de décomposition de l'austénite en ferrite en conditions isothermes après un refroidissement interrompu depuis le domaine austénitique. Les temps de début, de fin et de demi-réaction sont reportés en fonction de la température de palier. Ces temps augmentent avec la croissance de la taille des grains austénitiques. La figure 1.4 présente le diagramme TTT d'un acier de Grade 91 austénitisé à 1030°C pendant 1 heure, avec une taille de grains austénitiques de 15 - 20 μm [Brachet, 1991].

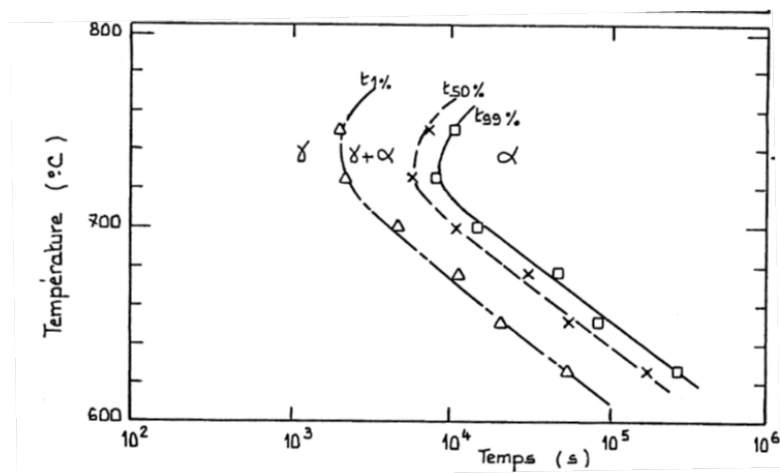


Figure 1.4 – Diagramme TTT d'un acier de Grade 91, austénitisé à 1030°C pendant 1 heure. Le diamètre moyen des ex-grains d'austénite est de 15 - 20 μm [Brachet, 1991].

Pour un acier de Grade 91, à 750°C, où se trouve le "nez" de la ferrite dans ces conditions d'austénitisation, la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ est la plus rapide. Cependant, il faut attendre, à cette température, plus de 4000 secondes (soit plus d'une heure) avant que le début de transformation soit détecté.

D'autre part, l'acier de Grade 91 présente la particularité de ne pas former de bainite. Ainsi, il existe un domaine de température, entre environ 450°C et 600°C, où l'austénite est relativement stable. Même après des

temps supérieurs à 100 000 secondes (soit environ 275 heures), l'austénite ne se décompose pas totalement. **Il est donc possible d'appliquer un laminage, dans cette gamme de température, sans décomposer l'austénite métastable en ferrite.**

Cependant, il est important de noter que la déformation peut avoir une influence sur le déroulement de la transformation en conditions isothermes. Dans le domaine supérieur, le nez de la ferrite est avancée dû à un accroissement de la vitesse de germination des grains de ferrite engendré par l'écrouissage de l'austénite. Dans le domaine bainitique (pour les aciers comportants de la bainite), bien que les avis divergent, il est le plus souvent admis que l'écrouissage de l'austénite métastable retarde la formation de bainite [Murry, 2014].

La transformation austénite → martensite

Lorsque l'acier de Grade 91 est refroidi depuis le domaine austénitique au-dessus d'une certaine vitesse critique de trempe et au-dessous d'une température, appelée M_s (Martensite start ou température de début de transformation martensitique), l'austénite se transforme en martensite. Cette transformation de phase est très rapide (proche de la vitesse du son dans le métal [Laurencin, 2000]) et ne dépend pas du temps. Ainsi pour poursuivre et terminer la transformation, il faut abaisser la température jusqu'au M_f (Martensite finish ou température de fin de transformation martensitique). La transformation martensitique entraîne un changement de structure sans diffusion. La martensite a donc la même composition chimique que la phase austénitique et est sursaturée en carbone. Cette teneur en carbone va avoir une influence sur la structure quadratique de la martensite puisque le paramètre de maille c augmente avec la teneur en carbone [Nishiyama et al., 1978] :

$$c/a = 1 + 0,045.(\%massiqueC) \quad (1.1.1)$$

Dans le cas de l'acier de Grade 91, la structure est assimilée à une structure cubique centrée puisque le rapport $c/a = 1,004$.

La température M_s dépend de la composition chimique de l'acier. Plusieurs formules empiriques décrivent cette dépendance. Il sera retenu, par exemple, celle d'Andrews [Andrews, 1965] :

$$M_s = 539 - 423C - 30,4Mn - 12,1Cr - 17,7Ni - 7,5Mo - 7,5Si + 10Co \quad (1.1.2)$$

où C, Mn, Cr, Ni, Mo, Si et Co représentent la teneur massique en chaque élément.

Cette formule s'applique aux alliages contenant uniquement les différents éléments chimiques de la formule avec en plus du silicium, du soufre et du phosphore.

D'après cette formule, pour l'acier de Grade 91 étudié, la température de début de transformation martensitique serait de 375°C. Expérimentalement, les températures de début et de fin de transformation martensitique, obtenues en dilatométrie, sont proches respectivement de $400 \pm 25^\circ\text{C}$ et de $225 \pm 25^\circ\text{C}$, pour des vitesses de refroidissement comprises entre 600 et 50°C.h^{-1} [Wident, 2004]. Par conséquent, la température M_s déterminée expérimentalement est proche de celle obtenue à partir de la relation d'Andrews.

Pour former de la martensite, la vitesse critique de trempe peut être déduite à partir d'un diagramme TRC (Transformation en Refroidissement Continu). Ce diagramme décrit la cinétique de décomposition de l'austénite en ferrite (et carbures) ou en martensite en fonction de la vitesse de refroidissement à partir du domaine austénitique. Une augmentation de la taille des grains d'austénite retarde le début des transformations, et par conséquent, conduit à un déplacement du domaine ferritique vers des temps plus longs donc des vitesses de refroidissement plus faibles. La trempabilité de l'acier s'en trouve améliorée. Le diagramme TRC de l'acier de Grade 91 étudié, sous vide secondaire ($P \approx 2.10^{-5}$ mbar) et chauffé à 5°C.min^{-1} , austénitisé à 1050°C pendant 20 minutes a été établi avec des essais de dilatométrie et est représenté sur la figure 1.5 [Wident, 2004].

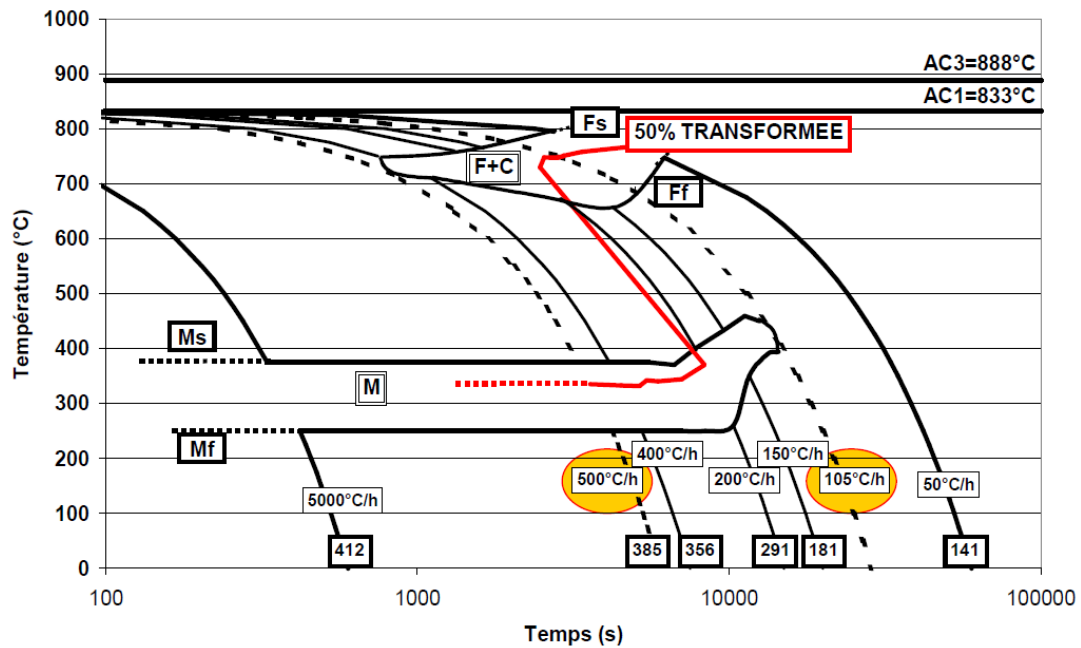


Figure 1.5 – Diagramme TRC d'un acier de Grade 91, austénitisé à 1050°C pendant 20 minutes. Le diamètre des ex-grains d'austénite est de 20 μm . La dureté a été mesurée sous une charge de 5kg (HV_5) [Wident, 2004].

Pour éviter la formation de ferrite, il faut refroidir à des vitesses supérieures à 500°C.h^{-1} . Or la vitesse de refroidissement à l'air, pour une tôle de 30 mm d'épaisseur, est d'environ 1°C.s^{-1} (soit $3600^\circ\text{C.h}^{-1}$). L'acier de Grade 91 est dit "auto-trempant". Cette vitesse critique, pour obtenir une structure 100% martensitique, est un peu plus élevée que celle annoncée pour d'autres coulées (110°C.h^{-1}) mais permet toujours d'appliquer un refroidissement à l'air [Wident, 2004].

1.1.5 La microstructure

Les échelles imbriquées

La microstructure martensitique de l'acier de Grade 91 à l'état "à réception" comporte plusieurs échelles imbriquées.

- **Les ex-grains d'austénite**

Il s'agit de la plus grande échelle que l'on considèrera au sein de la microstructure, formée lors du traitement d'austénitisation ou de normalisation.

- **Les paquets**

Au refroidissement chaque ex-grain d'austénite comportent un ou plusieurs paquets.

- **Les blocs**

Les paquets sont composés de blocs de lattes qui ont un plan dense $\{110\}_\alpha$ quasiment parallèle au même plan dense de phase mère $\{111\}_\gamma$.

- **Les lattes de martensite**

Chaque bloc de lattes contient de l'ordre de 5 à 10 lattes de martensite parallèles.

- **Les sous-grains**

Après revenu, chaque latte va se scinder en sous-grains ou micro-grains, séparés par des sous-joints constitués de murs de dislocations.

Les valeurs sont données dans le tableau 1.3. La taille des paquets n'a pas été mesurée car la connaître ne semblait pas être primordial pour cette étude.

	Diamètre ex-grains d'austénite (μm)	Largeur blocs (μm)	Largeur lattes (nm)
Cette étude	25 ± 5	$3,2 \pm 1,2$	419 ± 190

Tableau 1.3 – Diamètre des ex-grains d'austénite, largeur des blocs et des lattes de martensite de l'acier de Grade 91 "à réception".

Les désorientations entre deux variants de [Fournier, 2007] :

- blocs sont au minimum de 10° ,
- lattes et sous-grains de martensite sont de 1° à 5° .

Les dislocations

Comme la transformation martensitique est displacive, de fortes contraintes internes dans l'acier doivent être accommodées lors du refroidissement. Cette accommodation conduit à la formation d'une grande quantité de dislocations. L'acier de Grade 91 contient une densité de dislocations relativement élevée après trempe, de l'ordre de 10^{15} m^{-2} [Pesicka et al., 2003]. L'application d'un revenu "standard" à cet acier diminuerait d'un facteur environ 10 (de l'ordre de 10^{14} m^{-2}) la densité de dislocations à l'intérieur des lattes [Pesicka et al., 2003]. Les dislocations ne sont pas uniformément réparties dans l'acier. Elles sont plus nombreuses au niveau des joints de la microstructure faiblement désorientés qu'à l'intérieur des sous-grains [Pesicka et al., 2003]. Leur densité varie également d'un sous-grain à l'autre. Les dislocations peuvent servir de site de germination aux précipités et interagissent entre elles (effet de forêt).

Les précipités

La nature des précipités dépend essentiellement de la composition chimique des aciers et du traitement thermique appliqué. Dans le cas de l'acier Grade 91, il existe trois principaux types de précipités, qui représentent 96% de la population de précipités [Brachet, 1991], [Fournier, 2007].

- les carbures de type $M_{23}C_6$ (85 à 90% en masse de la population de précipités), où M est constitué de chrome, de fer et/ou de molybdène. Ils précipitent de manière intergranulaire : aux joints des ex-grains d'austénite, des paquets, des blocs et des lattes au cours du revenu.
- les précipités de type MX, de fins carbures, nitrures ou carbonitrures de niobium et de vanadium. Les MX riches en niobium (Nb,V)(C,N) (1 à 2% en masse de la population totale de précipités) précipitent de manière "grossière" et ne sont pas dissous lors du traitement d'austénitisation habituel ($< 1100^\circ\text{C}$). Les MX riches en vanadium (V,Nb)(C,N) (10 à 13% en masse de la population totale de précipités) précipitent de manière intragranulaire (à l'intérieur des lattes et des sous-grains), au cours du revenu.

Les tailles typiques des précipités mesurées lors de cette étude sont données dans le tableau 1.4.

	Diamètre des $M_{23}C_6$ (nm)	Diamètre des MX (nm)
Cette étude	80 - 200	15 - 50

Tableau 1.4 – Diamètres typiques des précipités de l'acier de Grade 91 "à réception" mesurés au MET sur répliques extractives au carbone.

Les inclusions

Les inclusions sont des particules "exogènes", toujours non désirées, qui résultent des stades amont de la fabrication. Leur composition chimique diffère notablement de la coulée étudiée même si leur fraction volumique totale reste faible : inférieure à 5.10^{-4} [Zhang et al., 2000]. Cependant, du fait de leur taille grossière, elles ont souvent un effet néfaste sur la ductilité ou la ténacité. Pour l'acier de Grade 91 calmé à l'aluminium, les types d'inclusion et leur taille typique sont fournis dans le tableau 1.5.

Type d'inclusion	Taille (μm)
Al, Mn, O	2 - 3
Al, Cu, Mn, O / SiO_2	1 - 2

Tableau 1.5 – Présentation des inclusions "primaires" souvent observées dans l'acier de Grade 91 et de leurs tailles typiques [Soussan, 2000], [Gaffard, 2004].

Une "veine" de ferrite

Au cours de ces travaux de thèse, il a été mis en évidence que la tôle de Grade 91 étudiée présente une veine de ferrite à mi-épaisseur. Comme les inclusions "primaires", elle résulte des stades amonts de la fabrication (microségrégation chimique lors de la solidification et des étapes successives de laminage). La largeur de cette veine n'excède pas $20 \mu\text{m}$. Cependant, le prélèvement des éprouvettes pour les essais mécaniques, a été systématiquement effectué en dehors de cette zone.

La figure 1.6 synthétise et schématise la microstructure de l'acier de Grade 91 "à réception" employé dans le cadre de ces travaux de thèse.

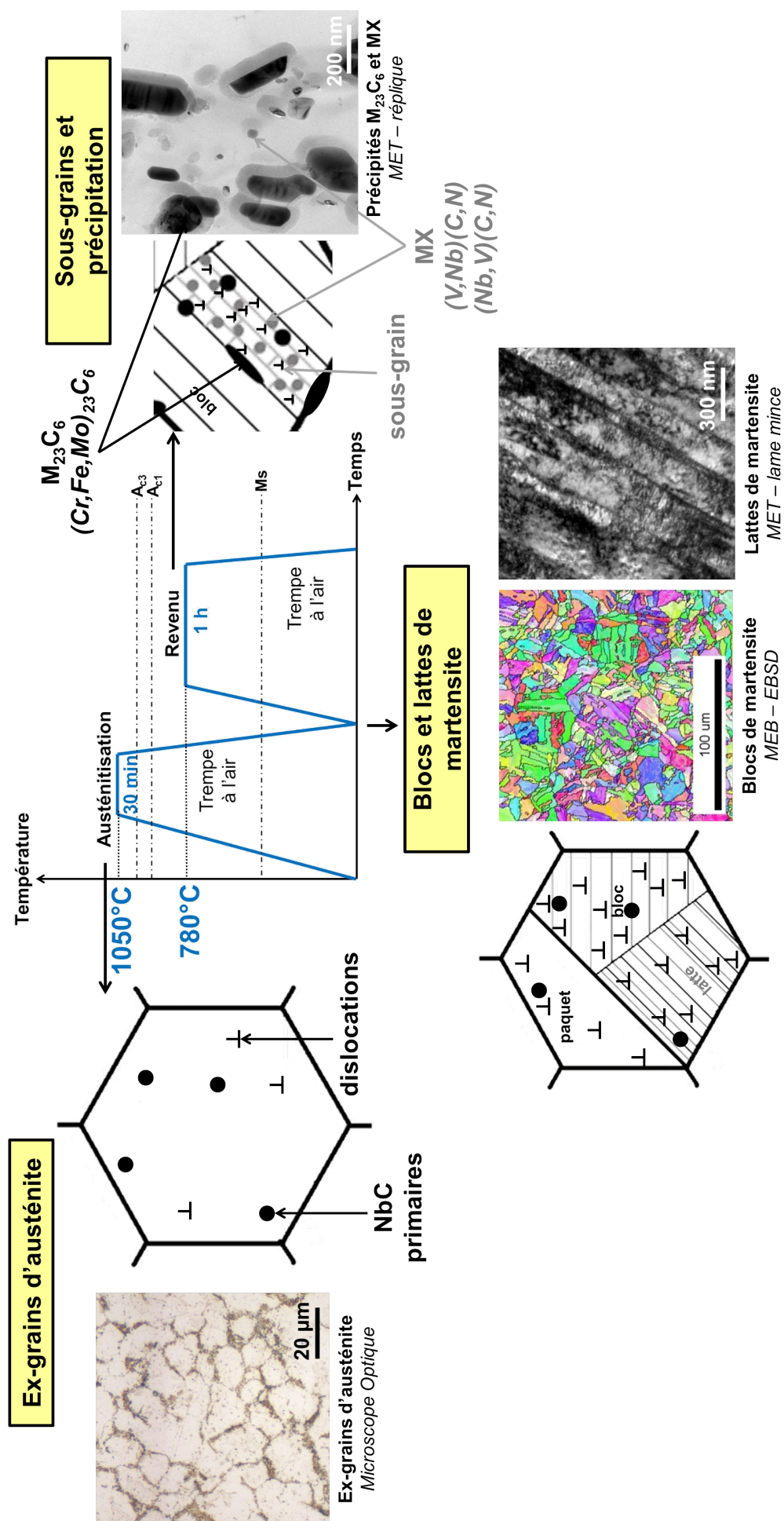


Figure 1.6 – Evolution de la microstructure de l'acier "à réception" de Grade 91 au cours du traitement thermique.

Influence des conditions d'un traitement thermique : austénitisation et revenu sur la microstructure

Influence de la vitesse de chauffage

La vitesse de chauffage va avoir une influence sur la croissance des grains d'austénite de l'acier de Grade 91.

Pour une température d'austénitisation comprise entre 1050°C et 1090°C, Danon a observé une croissance hétérogène des grains d'austénite, lorsque la vitesse de chauffage devient supérieure à une vitesse critique [Danon et al., 2003]. Plus la température d'austénitisation est élevée, plus la vitesse critique de chauffage diminue, tableau 1.6.

Température d'austénitisation (°C)	Vitesse critique de chauffage (°C.s ⁻¹)
1050	30
1070	entre 1 et 10
1090	0,2

Tableau 1.6 – Température d'austénitisation et vitesse critique de chauffage pour lesquelles la croissance des grains d'austénite est hétérogène (croissance dite anormale).

Il est donc envisageable d'être en présence de croissance hétérogène des ex-grains d'austénite lors de maintiens à des températures supérieures à 1100°C et des vitesses de chauffage supérieures à 0,2°C.s⁻¹. C'est un point à surveiller.

Ce phénomène pourrait être lié à la dissolution plus ou moins rapide des précipités $M_{23}C_6$ et des MX, riches en niobium, qui ont un effet d'épingle des joints des grains d'austénite [Danon et al., 2003].

Aucune donnée n'existe sur les vitesses critiques de chauffage de croissance hétérogène pour des températures d'austénitisation supérieures à 1090°C pour un acier de Grade 91.

Influence de la température d'austénitisation

La température d'austénitisation influe la taille des grains d'austénite, des paquets et des blocs de martensite ainsi que sur la dissolution des précipités.

Brachet a montré que la taille des grains d'austénite d'un acier de Grade 91 évoluait en fonction de la température d'austénitisation [Brachet, 1991]. Pour des températures d'austénitisation en-dessous de 1130°C, le diamètre moyen des grains d'austénite n'évolue quasiment pas, il reste proche de 20 μm . En revanche, au-dessus de 1150°C, la taille moyenne des grains d'austénite augmente de manière plus ou moins linéaire avec la température d'austénitisation, comme le montre la figure 1.7.

Il est important de noter que contrairement à l'acier de Grade 91, pour les alliages non stabilisés au niobium ou au vanadium, il n'existe pas de température d'austénitisation seuil au-dessus de laquelle les grains d'austénite commencent à croître. Cela est dû à l'absence de précipités MX. Dès la température A_{c3} , les joints des grains d'austénite ne sont pas épinglés par ces précipités et peuvent croître librement.

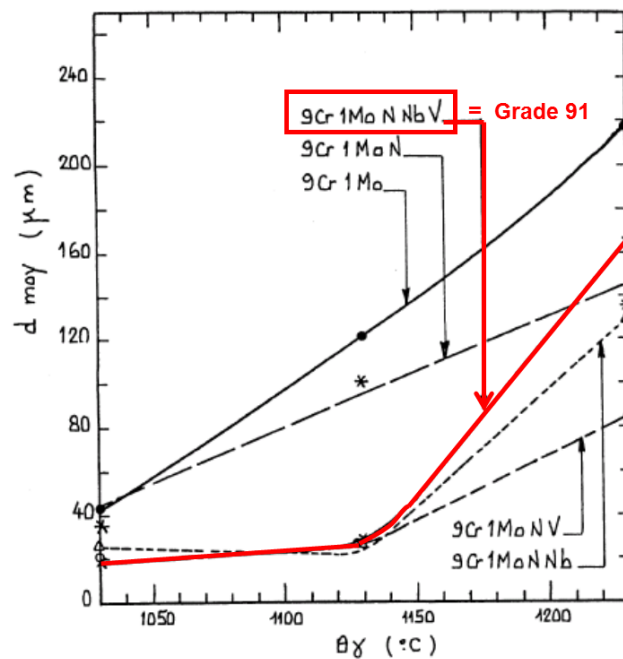


Figure 1.7 – Effet de la température d'austénitisation (θ_γ) sur le diamètre moyen des grains d'austénite (d_{moy}), pour un acier de Grade 91, pour un même temps d'austénitisation d'une heure [Brachet, 1991].

Les avis divergent quant à l'effet d'une augmentation de la température d'austénitisation sur l'état de précipitation des aciers de Grade 91 :

- d'après Vitek et Klueh, tous les précipités sont dissous à 1000°C au bout d'une heure à partir d'un acier de Grade 91 laminé à froid [Vitek and Klueh, 1983],
- d'après Yoshino et al., tous les précipités sont dissous à 1250°C au bout de 10 minutes à partir d'un acier de Grade 91 austénitisé à 1150°C pendant 90 minutes et laminé à chaud entre 1150°C et 900°C. En dessous de cette température d'austénitisation : entre 1050°C et 1200°C, après 10 minutes de maintien, il existe des précipités MX riches en niobium, vanadium et chrome. Avec l'augmentation de la température d'austénitisation, le nombre de précipités diminue et leur taille augmente [Yoshino et al., 2008].
- la simulation obtenue à partir du logiciel MatCalc (avec une base de données de type CALPHAD) présentée sur la figure 1.3 indique que tous les précipités MX seraient dissous à 1150°C.

Influence de la température de revenu

Suivant la température de revenu, la microstructure de l'acier de Grade 91 est différente.

- **Revenu entre 200°C et 400°C**
La cémentite (M_3C), phase métastable, précipite sous forme de fines plaquettes dans les lattes de martensite.
- **Revenu entre 450°C et 550°C**
Dans cet intervalle de température, une fine précipitation intragranulaire de carbures ou carbonitrides : M_7C_3 , $Cr_2(C,N)$ ou $(V,Nb)X$ est observée.
- **Revenu entre 600°C et 800°C**
La précipitation de carbures $M_{23}C_6$, principalement aux interfaces prend place.

De plus et comme évoqué précédemment, au cours du revenu, les contraintes internes vont être relâchées par la formation de sous-grains et une grande partie des dislocations va s'annihiler.

1.1.6 Les propriétés mécaniques

Les différentes propriétés mécaniques étudiées au cours de cette thèse sont présentées pour l'acier de Grade 91 : la dureté, les propriétés de traction, de fluage, de fatigue-fluage et de résilience.

Influence des conditions d'un traitement thermique : austénitisation et revenu sur les propriétés mécaniques

Influence de la température d'austénitisation

Pour l'acier de Grade 91, une augmentation de la température d'austénitisation :

- de 900°C à 1050°C
 - ne semble pas avoir d'influence sur la dureté, la limite d'élasticité et la résistance mécanique, à la température ambiante [Totemeier et al., 2006],
 - diminue la vitesse minimale de fluage et augmente le temps à rupture pour des essais sous 145 MPa, à 650°C [Totemeier et al., 2006].
- de 1050°C à 1160°C augmente la limite d'élasticité [Alamo et al., 1996].

Influence de la température de revenu

A l'état brut de trempe, la martensite a une dureté très élevée mais une ductilité faible. Ceci est dû à la forte densité de dislocations ainsi qu'aux éléments interstitiels en sursaturation en solution solide (carbone, azote). Pour baisser la dureté (et ainsi augmenter la ductilité), un revenu est effectué en dessous de la température A_{c1} afin d'éviter la formation d'austénite de réversion au revenu.

Suivant la température de revenu, la dureté de l'acier évolue.

– Revenu entre 200°C et 400°C

L'acier n'est pas adouci bien qu'il y ait précipitation d'une certaine quantité de carbone sous forme de cémentite (métastable).

– Revenu entre 450°C et 550°C

Dans cette intervalle de température, il est observé une légère augmentation de la dureté. Ce "durcissement secondaire" serait dû à la fine précipitation intragranulaire de carbonitrides de type M_2X .

– Revenu entre 600°C et 800°C

La dureté chute fortement et elle serait liée à la restauration des dislocations ainsi qu'à la précipitation de carbures : principalement $M_{23}C_6$ aux interfaces et $(V,Nb)X$ de manière intragranulaire.

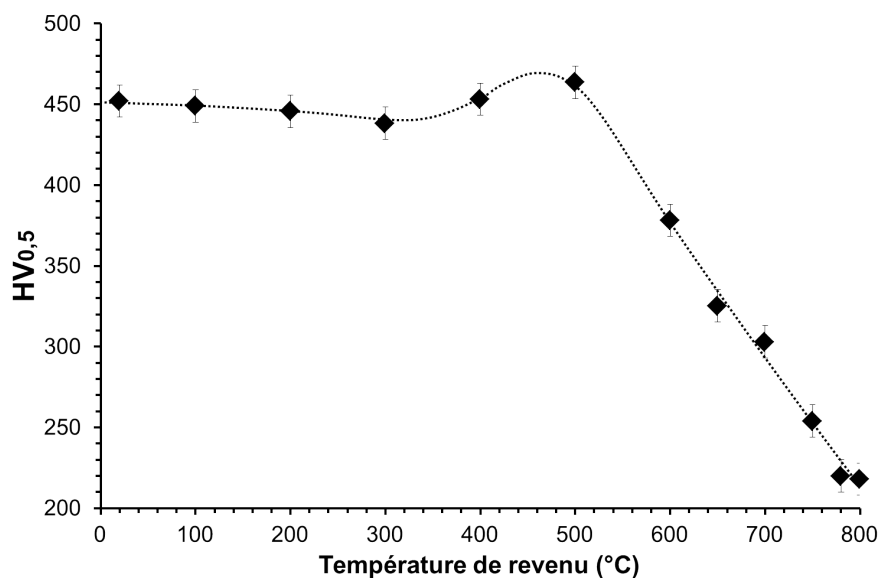


Figure 1.8 – Influence de la température de revenu (1 heure) sur la dureté (HV_{0,5}) de l'acier de Grade 91 étudié.

Influence du temps de revenu

La dureté

La dureté de l'acier de Grade 91 étudié a été mesurée, sous une charge de 500 grammes dans la direction de laminage et sous une charge de 30 kg dans les trois directions principales de la tôle : direction de laminage (L), direction transverse (T) et épaisseur (S). La dureté est quasiment la même dans les trois directions de la tôle, signe de l'absence d'anisotropie significative de la résistance mécanique du matériau à l'état "à réception".

Dureté	[Wident, 2004]	Cette étude
	HV ₃₀	HV _{0,5}
Sens L	212 - 222	216 - 224 (cf. figure 1.8)
Sens T	213 - 215	/
Sens S		

Tableau 1.7 – Valeurs de dureté Vickers HV₃₀ [Wident, 2004], HV_{0,5} de l'acier de Grade 91 étudié "à réception".

Les propriétés de traction

Des essais de traction ont été réalisés sur des éprouvettes cylindriques prélevées dans les sens L et T pour différentes vitesses de sollicitation (cf. Annexe C.2). Les données sont répertoriées dans le tableau 1.8 et sont comparées aux spécifications ASTM A 387 et RM 242-2.31 du code de conception RCC-MRx [ASTM, 2013], [RCC-MRx, 2012]. Quelques soient, la vitesse de sollicitation et la géométrie des éprouvettes, pour toutes les températures de traction testées, l'acier de Grade 91 étudié à l'état "à réception" a une limite d'élasticité et une résistance mécanique supérieures aux spécifications ASTM A 387 et RM 242-2.31 du code RCC-MRx [ASTM, 2013], [RCC-MRx, 2012].

	T (°C)	Du (mm)	Lu (mm)	$\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)	Rp _{0,2} (MPa)	Rm MPa	Ag (%)	At (%)
Sens T [Wident, 2004]	20	5	25	5.10 ⁻⁴	519	672	9,1	22,6
					520	672	9,3	25,6
ASTM	20	$\frac{Lu}{Du} = 4,0$		6,7.10 ⁻³	≥ 415	585 - 760	/	
ECCC	20	/			473 - 767	648 - 813		
RCC-MRx	20	10	50	6,7.10 ⁻³	≥ 445	≥ 580		
Sens T [Données CEA]	550	5	25	2,5.10 ⁻⁴	360	391	1,7	20,2
RCC-MRx	550	/			≥ 270	≥ 340	/	
Sens L [Cette étude]	650	3	15	7.10 ⁻⁴	247	260	0,8	33,7

Tableau 1.8 – Valeurs conventionnelles de traction à 20°C, 550°C et à 650°C.

La figure 1.9 représente les courbes de traction à 20°C, 550°C et 650°C de l'acier étudié. Alors que pour l'essai à température ambiante, l'acier étudié présente une bonne capacité d'érouissage, pour des températures d'essais de 550°C et 650°C, une déconsolidation de l'acier est observée dès les faibles déformations (<2%).

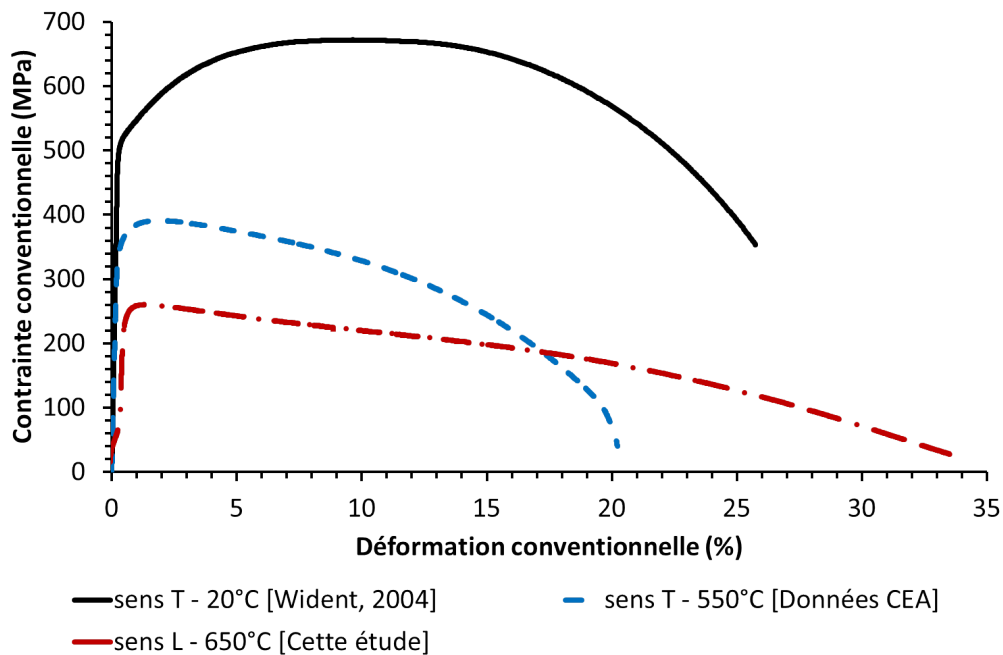


Figure 1.9 – Courbes conventionnelles de traction de l'acier de Grade 91 "à réception" à 20°C (vitesse de 5.10^{-4} s^{-1}), 550°C (vitesse de $2,5.10^{-4} \text{ s}^{-1}$) et à 650°C (vitesse de 7.10^{-4} s^{-1}).

Cet acier de Grade 91 "à réception" répond aux cahiers des charges des aciers à 9%Cr pour les centrales thermiques conventionnelles et comme matériau de structure de générateur de vapeur ou circuiterie secondaire, pour les réacteurs à neutrons rapides refroidis au sodium. En effet, comme présenté dans l'introduction de ce manuscrit, son allongement à rupture en traction à la température de 20°C est supérieur au 20% demandé (cf. tableau 1).

Les propriétés de fluage

Dans le cadre de cette thèse, des essais de fluage ont été réalisés sur l'acier de Grade 91 "à réception" sous 120, 140 et 170 MPa, à 650°C afin de pouvoir les comparer aux données de Hollner et al. [Hollner et al., 2010]. La géométrie des éprouvettes est donnée en annexe C.3. Ces valeurs de contraintes et de température permettent d'obtenir des essais de fluage dans des temps relativement courts (généralement inférieurs à 6 mois) mais ne permettent pas de décrire le comportement en fluage à long terme.

Pour les différentes contraintes appliquées, le temps à rupture de l'acier de Grade 91 "à reception" est comparé à d'autres nuances de Grade 91 et à la spécification du RM 242-2.31 du code de design RCC-MRx et aux données ECCC [RCC-MRx, 2012], [ECCC, 2005].

Tout comme la nuance de Watanabe et al., pour une contrainte fixée, l'acier étudié a un temps à rupture compris entre le temps à rupture minimal et moyen définis par le RM 242-2.31 du code de design RCC-MRx [RCC-MRx, 2012]. Pour toutes les autres nuances de Grade 91, dans le domaine de contrainte : 20 à 220 MPa, le temps à rupture est égal à la valeur moyenne du RM 242-2.31 du code de design RCC-MRx ainsi qu'aux données ECCC [Abe, 2001], [Sawada et al., 2011], [Kimura et al., 2009], [RCC-MRx, 2012], [ECCC, 2005].

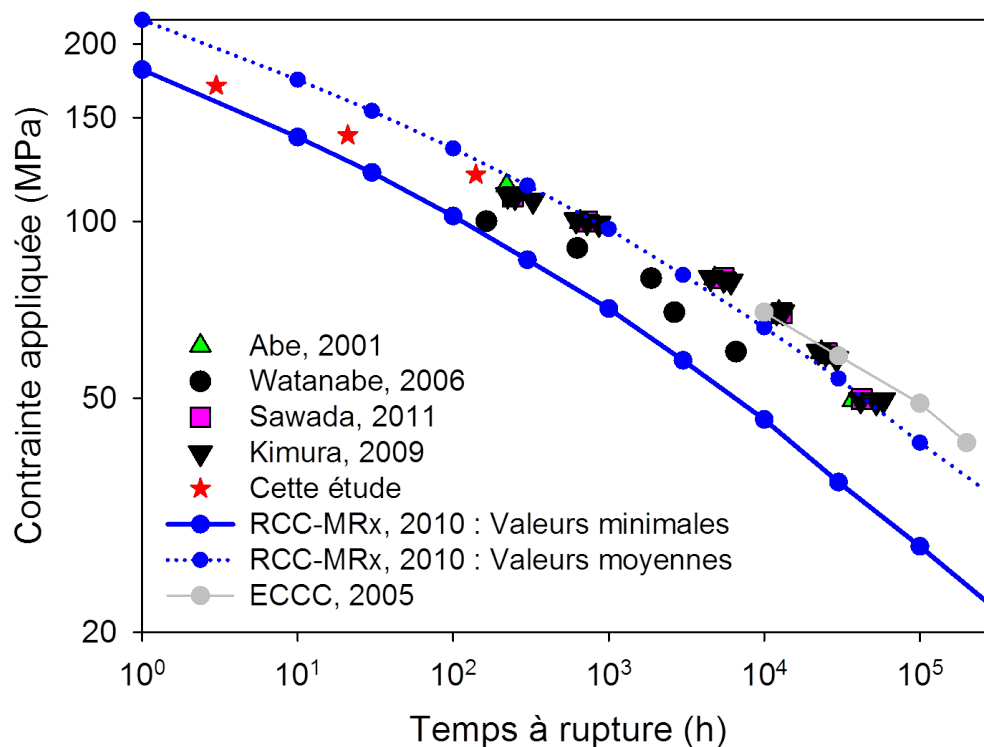


Figure 1.10 – Courbe de Norton représentant la contrainte conventionnelle appliquée en fonction du temps à rupture à 650°C, pour différentes nuances de Grade 91 et comparées à la spécification RCC-MRx et aux données ECCC [RCC-MRx, 2012], [ECCC, 2005].

Les propriétés en fatigue oligocyclique

Un essai de fatigue a été effectué à 550°C (éprouvette prélevée dans le sens de laminage de la tôle) à une vitesse de déformation en fatigue de $2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ sur l'acier "à réception". La déformation imposée est de $\pm 0,35\%$. La géométrie des éprouvettes est donnée dans l'annexe C.4.

Le tableau 4.11 résume les valeurs caractéristiques de l'essai.

$N\sigma_{max}$		$N_{arrêt}$	
N	σ_{tmax} (MPa)	N	σ_{tmax} (MPa)
1	369	6819	55

Tableau 1.9 – Résultat de l'essai de fatigue à 550°C de l'acier de Grade 91 "à réception".

Sous sollicitation de fatigue oligocyclique, il est observé un adoucissement prononcé du matériau qui se traduit par une perte de la résistance mécanique au fil des cycles (si la déformation imposée est constante, la contrainte maximale mesurée décroît) et qui est nommé "adoucissement cyclique", figure 1.11 et figure 1.12 [Tanaka and Mura, 1981], [Nagesha et al., 2002], [Sauzay et al., 2005], [Fournier et al., 2006]. Certains auteurs observent un léger durcissement en début d'essai [Nagesha et al., 2002], [Moorthy et al., 1999]. Ils expliquent ce phénomène par le fait que la déformation plastique entraîne la création de dislocations s'accompagnant d'interactions dislocations/dislocations ou dislocations/précipités qui contribuent au durcissement. Par la suite l'adoucissement devient prépondérant.

Cet adoucissement est d'autant plus prononcé que la température est haute et que la déformation imposée est grande [Fournier et al., 2009b].

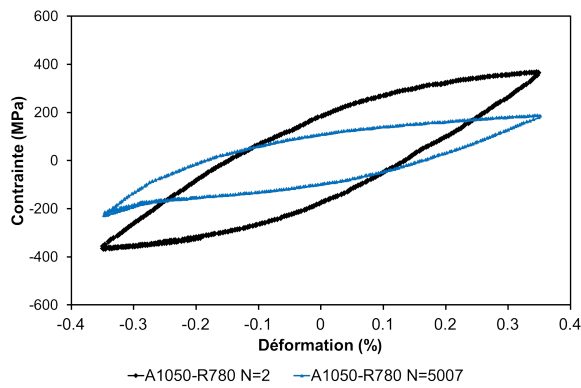


Figure 1.11 – 2^{ème} et 5007^{ème} cycle de fatigue de l'état "à réception". Le cycle 5007 correspond au cycle où la contrainte maximale de l'essai est divisée par deux (N_{50}).

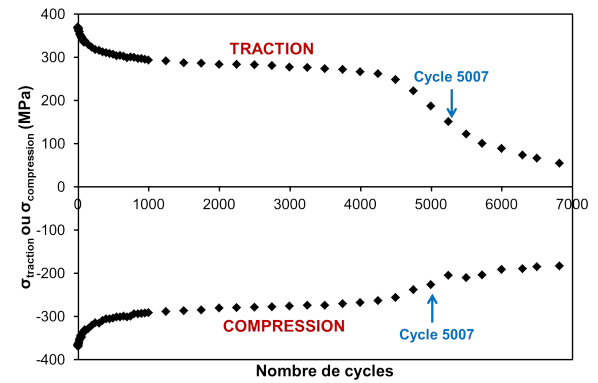


Figure 1.12 – Contrainte de traction et de compression en fonction du nombre de cycles pour l'état "à réception".

Microstructuralement, l'adoucissement cyclique résulte principalement de la diminution des obstacles directionnels à longue portée au mouvement des dislocations : la disparition des joints de sous-grains et de lattes ou à la migration d'interfaces [Fournier et al., 2009a].

Les propriétés en fatigue-fluage

Un essai de fatigue-fluage a été effectué à 550°C (éprouvette prélevée dans le sens travers) à une vitesse de déformation en fatigue de 2.10^{-3} s^{-1} sur l'acier "à réception". La géométrie des éprouvettes est donnée dans l'annexe C.4. La déformation imposée en fatigue est de $\pm 0,35\%$ et la déformation imposée en fluage (maintien en traction uniquement) est de $0,5\%$. Le tableau 1.10 résume les valeurs caractéristiques de l'essai. L'éprouvette a rompu "sous couteau" avant d'avoir atteint le cycle stabilisé, l'essai ne permet donc pas de définir la durée de vie en fatigue-fluage.

$N\sigma_{max}$			$N_{arrêt}$		
N	σ_{tmax} (MPa)	$\dot{\epsilon}_{flu}$ (s^{-1})	N	σ_{tmax} (MPa)	$\dot{\epsilon}_{flu}$ (s^{-1})
1	355	6.10^{-3}	747	227	2.10^{-4}

Tableau 1.10 – Résultat de l'essai de fatigue-fluage à 550°C de l'acier de Grade 91 "à réception".

Afin d'illustrer l'adoucissement cyclique de l'acier de Grade 91, la vitesse minimale de fluage ϵ_{flu} au cours du premier cycle de fatigue-fluage et d'un essai de fluage conventionnel est comparée à la vitesse minimale de fluage à la fin du cycle stabilisé ($N_{50}/2$) de fatigue-fluage pour différentes conditions d'essais (cf. figure 1.13) [Fournier et al., 2009c]. Les données concernant l'acier étudié sont reportées sur cette figure 1.13. Après cyclage, la vitesse minimale de fluage de l'acier de Grade 91 est de l'ordre de 100 fois plus rapide que lors du premier cycle, signe d'une perte importante de la résistance au fluage du matériau.

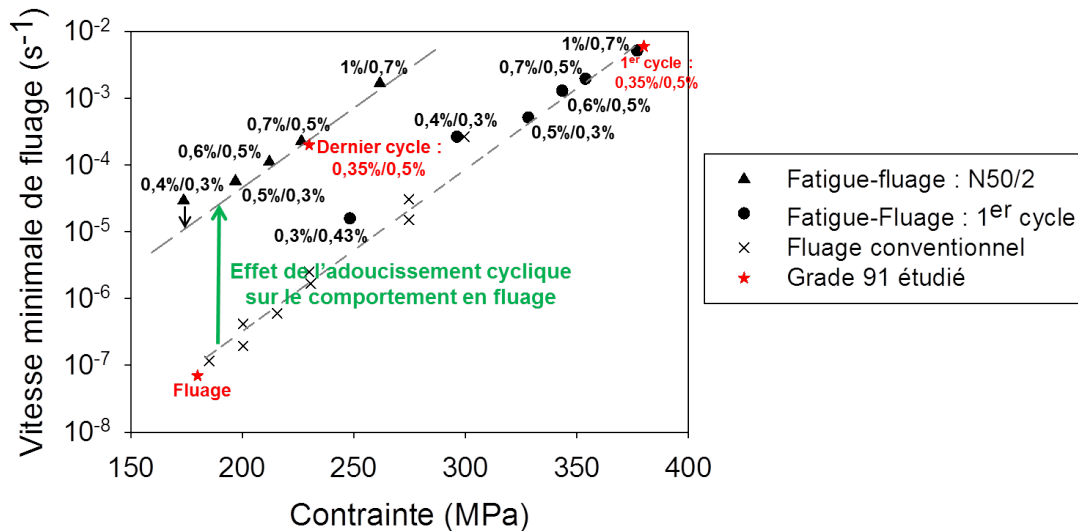


Figure 1.13 – Comparaison de la vitesse minimale de fluage du premier cycle de fatigue-fluage et d'un essai de fluage conventionnel à celle du cycle stabilisé ($N_{50/2}$) de fatigue-fluage pour l'acier de Grade 91 [Fournier et al., 2009c].

Les propriétés de résilience

Des essais de résilience ont été réalisés avec des éprouvettes Charpy iso-V et mini-Charpy (cf. annexe C.5 pour la géométrie des éprouvettes) avec une entaille en V sur l'acier de Grade 91 étudié à l'état "à réception". Les éprouvettes ont été prélevées dans le sens TL. Les valeurs conventionnelles de résilience sont résumées dans le tableau 1.11 [Wident, 2004].

Géométrie	Energie		Expansion latérale		Cristallinité
	T _{50%} (°C)	Palier ductile (J)	T _{50%} (°C)	Palier ductile (mm)	
Charpy iso-V	-45,0	241	-57,7	2,30	-38,3
Mini-Charpy	-90,5	9,3	-90,8	0,97	-86,5

Tableau 1.11 – Résilience de l'acier étudié à l'état "à réception" [Wident, 2004].

La figure D.6 représente les courbes de résilience obtenues à partir des deux types d'éprouvettes.

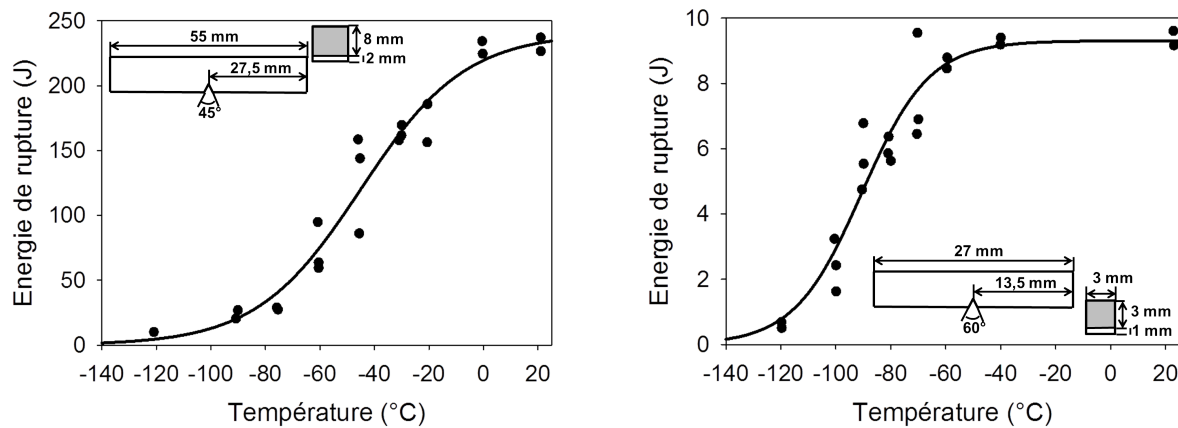


Figure 1.14 – Courbes de résilience avec les éprouvettes avec des éprouvettes normalisées et mini-charpy de l'acier de Grade 91 étudié à l'état "à réception" [Wident, 2004].

La géométrie des éprouvettes de résilience a une influence sur la température de transition ductile/fragile et sur l'énergie du palier ductile. Par rapport aux éprouvettes normalisées, la température de transition ductile/fragile déterminée à partir d'éprouvettes Mini-Charpy est décalée de - 45°C et l'énergie du palier ductile est diminué d'un facteur d'environ 25.

La température de transition ductile/fragile de l'acier de Grade 91 étudié à l'état "à réception", déterminée à partir d'éprouvettes normalisées et mini-charpy, est inférieure aux valeurs spécifiées (cf. tableau 1). En effet, à 18°C, l'énergie est supérieure à 68J et à 20°C (application matériau de structure de générateur de vapeur d'un réacteur à neutrons rapides refroidis au sodium), l'énergie est supérieure à 34J (applications de turbines et tuyauteries dans les centrales thermiques conventionnelles). Les propriétés de résilience respectent donc les exigences imposées pour les différentes applications des aciers martensitiques revenus.

1.1.7 Bilan sur le matériau de l'étude

En termes de composition chimique, traitement thermique, propriétés de traction, de fluage et de résilience, le matériau à l'état "à réception" étudié correspond aux différentes exigences et cahier des charges de l'acier de Grade 91 : ASTM, RCC-MRx et ECCC [ASTM, 2013], [RCC-MRx, 2012], [ECCC, 2005].

Il est important de noter que l'austénitisation et le revenu ont une influence sur la microstructure et les propriétés mécaniques de l'acier de Grade 91 :

– l'étape d'austénitisation

D'un point de vue microstructural, elle va avoir une influence sur la croissance des ex-grains d'austénite et la dissolution des précipités. Suivant la vitesse de chauffage, à une température d'austénitisation donnée, il est possible d'observer une croissance hétérogène des grains d'austénite. A une température d'austénitisation supérieure à 1100°C, les grains d'austénite croissent de manière importante.

Du point de vue des propriétés mécaniques, plus la température d'austénitisation est élevée entre 900°C et 1050°C, plus la vitesse minimale de fluage est diminuée et le temps à rupture augmenté. Lorsque la température d'austénitisation est augmentée de 1050°C à 1160°C, la limite d'élasticité est augmentée.

– l'étape de revenu

Entre la température ambiante et 400°C, la dureté reste sensiblement la même. Entre 450°C et 550°C, la dureté est augmentée dû à la fine précipitation de carbures et/ou nitrures M_2X intragranulaires. Entre 600°C et 800°C, la dureté chute fortement due à la restauration des dislocations et surtout à la précipitation des carbures, principalement de $M_{23}C_6$ aux différentes interfaces.

1.2 Le traitement thermomécanique de type "austéniformage"

Cet état de l'art s'intéresse quasiment exclusivement aux aciers martensitiques bruts de trempe ou revenu, à l'exception des articles de Armstrong et de Raymond qui étudient un acier ferritique revenu [Armstrong, 1964], [Raymond et al., 1965].

1.2.1 Généralités

Un peu d'histoire...

Le traitement thermomécanique de type "austéniformage" a vu le jour au milieu du XX^{ème}, grâce aux travaux de Lips et Van Zuilen, qui ont montré la possibilité de durcir des aciers par ce procédé [Lips and Zuilen, 1954]¹. Cette publication a ouvert la voie à un sujet qui suscitera énormément d'intérêt jusqu'en 1975, notamment en Russie [Koppelaar, 1969], aux Etats-Unis avec les travaux de l'United Steel Corporation et de Ford [Cherepanova and Kal'ner, 1963], en Angleterre [Duckworth et al., 1964]², [Duckworth and Taylor, 1965]³ et en France [Pineau, 1969]⁴. Depuis 2009, un regain d'intérêt pour ce traitement thermomécanique est observé [Ning et al., 2009]⁵, [Cho et al., 2010]⁶, [Hollner et al., 2010]⁷, [Liu et al., 2011]⁸, [Li et al., 2013]⁹.

Le traitement thermomécanique de type "austéniformage" a été appliqué sur certains composants dans les domaines de l'automobile, de l'aviation et de l'outillage agricole [Zackay and Justusson, 1962]¹⁰, [Latham, 1970], [Austéniformage, 1970].

Définition

Le traitement thermomécanique de type "austéniformage" appartient à la catégorie des traitements thermomécaniques à "basse température". Il s'applique aux aciers dont le diagramme TTT (Temps, Température, Transformation) possède un domaine de stabilité de l'austénite assez large pour éviter toute décomposition au cours de la déformation à relativement basse température. La déformation plastique a lieu dans le domaine de l'austénite métastable et après trempe, de la martensite ou la bainite se forme, suivant la composition chimique de l'acier traité [Abrassart, 1972], [Irani, 1969]¹¹, [Koppelaar, 1969], [Meunier,].

1. Fe-4,5Ni-1,5Cr-0,35C : aucune information sur les conditions de traitement thermomécanique.

2. Fe-1,5Ni-Cr-Mo et Fe-4,25Ni-Cr-Mo : austénitisé à 830°C ou 950°C pendant 30 ou 120 minutes, temps d'incubation de 3 ou 10 minutes, vitesse de laminage de 0,127 ou 2 in.min⁻¹, pourcentage de réduction en épaisseur de 50 ou 80%, vitesse de refroidissement de 1 ou 7°C.s⁻¹, température de déformation de 450 ou 600°C.

Fe-3Cr-1Ni-Si : austénitisé à 830°C ou 1040°C pendant 30 ou 120 minutes, temps d'incubation de 3 ou 10 minutes, vitesse de laminage de 0,127 ou 2 in.min⁻¹, pourcentage de réduction en épaisseur de 50 ou 80%, vitesse de refroidissement de 1 ou 7°C.s⁻¹, température de déformation de 400 ou 550°C.

3. Fe-13,4Cr-0,3W-0,3C-0,3Mn-0,2Ni-0,2Si : austénitisé à 980°C ou 1100°C pendant 30 ou 120 minutes, temps d'incubation de 3 ou 10 minutes, vitesse de laminage de 0,063 ou 2 in.min⁻¹, pourcentage de réduction en épaisseur de 40 ou 68%, vitesse de refroidissement de 1 ou 7°C.s⁻¹, température de déformation de 400 ou 550°C.

4. Fe-13,6Cr-0,5Mn-0,4Si-0,3C-Mo-Ni-V : austénitisé à 1075°C pendant 45 minutes, déformé par traction à 400, 500 et 550°C, revenu à 500°C pendant 60 minutes ou austénitisé à 1030°C pendant 30 minutes, déformé par laminage entre 15 et 60%, revenu à 500°C pendant 60 minutes.

Fe-5Cr-1,5Mo-0,5V-0,4C-1Si : austénitisé à 1075°C pendant 45 minutes, déformé par traction à 400, 500 et 550°C, revenu à 475°C pendant 120 minutes ou austénitisé à 1030°C pendant 30 minutes, déformé par laminage entre 0 et 70%, revenu à 475°C pendant 120 ou 210 minutes.

5. Grade 91 : austénitisé à 1100°C pendant 10 minutes, refroidi à une vitesse de 100°C.s⁻¹, déformé par compression à 440, 550, 650 et 760°C de 100, 150 ou 200 MPa, refroidi à une vitesse de 100°C.s⁻¹.

6. Fe-13,2Co-8,1Ni-3,9Cr-1,5Mo-0,3C : austénitisé à 1050°C pendant 60 minutes, refroidi à l'air, déformé par laminage à 600°C de 75% (en 3 ou 4 passes), trempé à une vitesse de 10°C.s⁻¹, revenu à 475°C pendant 1 à 50h.

7. Grade 91 étudié dans cette thèse : austénitisé à 1150 ou 1200°C, refroidi à l'air, déformé par laminage à 600°C de 25 et 50%, trempé à l'eau, revenu à 650 ou 700°C.

8. Fe-9,8Cr-1,7W-1,4Co-0,4Mn-0,4Mo, 0,2V-0,2Si-0,02Nb-0,05C : austénitisé à 1100°C pendant 10 minutes, refroidi à une vitesse de 200°C.s⁻¹, déformé par laminage à 500, 600 et 700°C de 100 ou 200 MPa, refroidi à une vitesse de 200°C.s⁻¹.

9. Fe-8,7Cr-1,6W-0,5Mo-0,4Mn-0,2V-0,1Si-0,05Nb-0,09C-0,5N-0,2Ni : austénitisé à 1100°C pendant 2 heures, refroidi à l'air, déformé par laminage à 650°C de 25% et 31%, trempé à l'eau, revenu à 650, 700 et 765°C pendant 1 heure.

10. Fe-0,5C-3Cr-1,5Ni-1,5Si-0,5Mo et Fe-0,4C-5Cr-1,3Mo-1Si-0,5V : austénitisé à 1038°C pendant 60 minutes, refroidi à l'air, laminage entre 371 et 816°C de 30, 50, 75 et 94%, trempé à l'huile.

11. Fe-3,9 à 4,1Ni-1,1 à 1,2Cr-0,5Mn-0,3C-0,1 à 0,2Mo-0,2Si : austénitisé à 950°C pendant 60 minutes, refroidi dans un bain de plomb (entre 300 et 800°C), déformé par laminage à 500°C de 70%, refroidi à l'air, revenu entre 200 et 600°C.

Comme il a été montré dans le 1.1.4, sur la figure 1.4, dû fait de sa non décomposition en phase baintique, l'acier de Grade 91 présente un large domaine de stabilité de l'austénite entre 450°C et 600°C. Cet acier est donc un parfait candidat vis-à-vis d'un traitement thermomécanique de type "austéniformage".

Présentation

Un schéma du traitement thermomécanique incluant une étape d'"austéniformage" est présenté à la figure 1.15. Il comporte cinq étapes : une austénitisation, un refroidissement depuis la température d'austénitisation jusqu'à la température de déformation, une déformation en phase austénitique métastable, un refroidissement pour transformer l'austénite en martensite ou bainite, un revenu. Cette dernière étape étant facultative.

L'influence des étapes d'austénitisation et de revenu, sans déformation en phase austénitique métastable, sur le Grade 91 a déjà été présentée dans les paragraphes 1.1.5 et 1.1.6. C'est pourquoi, l'étude se focalisera ici sur l'influence de l'étape de déformation et de revenu après austéniformage sur la microstructure et les propriétés mécaniques résultantes. Dans un premier temps, les données disponibles dans la littérature concernant différents aciers martensitiques traités thermomécaniquement seront considérés. Cependant, une grande disparité des résultats selon les nuances d'aciers considérés est notable. Par conséquent, dans un second temps, une synthèse des observations sur les aciers aux compositions chimiques proches du Grade 91 sera présentée.

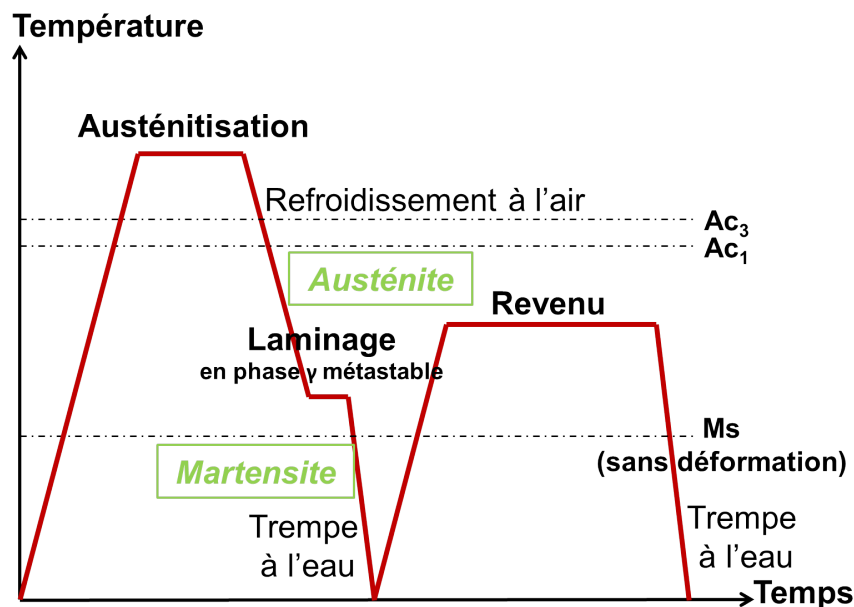


Figure 1.15 – Schéma du traitement thermomécanique incluant une étape d'"austéniformage".

1.2.2 Influence de l'étape de déformation en phase austénitique métastable sur la microstructure martensitique résultante

Les ex-grains d'austénite

Comme la température de déformation est inférieure à la température de non-recristallisation, il n'y aurait pas d'affinement des ex-grains d'austénite [Cho et al., 2010]⁶, [Kula and Lopata, 1959]¹², [Brown et al., 1964]¹³. En revanche, la déformation influe la morphologie des ex-grains d'austénite : à l'origine équiaxes, ils s'allongent dans la direction de sollicitation de l'acier tel qu'illustrée sur la figure 1.16 [Brown et al., 1964]¹³, [Ravizza, 1964]¹⁴, [Strife et al., 1977]¹⁵, [Yusa et al., 1999]¹⁶, [Cho et al., 2010]⁶.

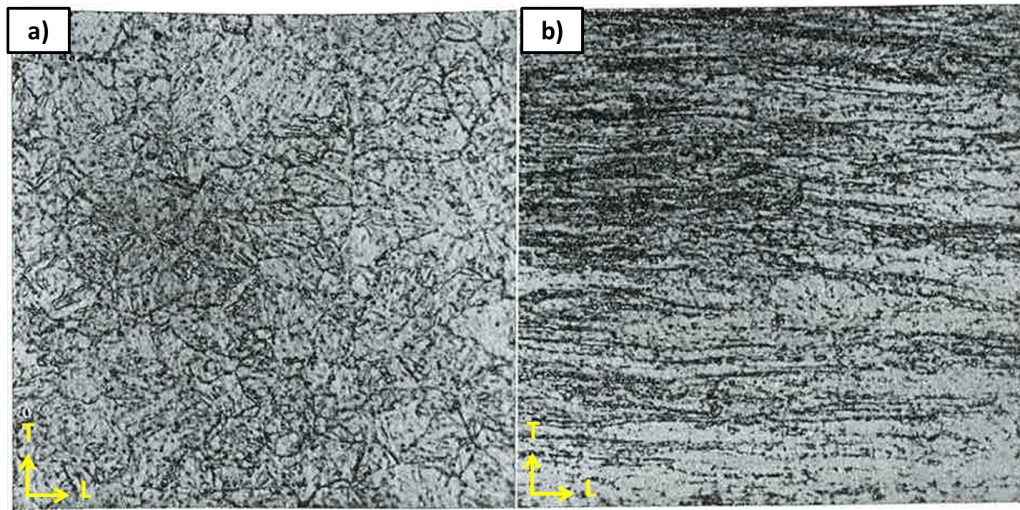


Figure 1.16 – Observation au microscope optique x750 des ex-grains d'austénite d'un acier Fe-12Cr-0,25C-0,5Mo-0,4Mn-0,3Nb-0,2V-0,01N traité thermomécaniquement (à 550°C) avec un pourcentage de réduction en épaisseur de : a) 0% et b) 73% [Brown et al., 1964]¹³.

Les lattes de martensite

Les lattes de martensite seraient également fortement affinées par l'austéniformage sauf pour Johari et Thomas qui n'observeraient pas de différence avant et après déformation [Kula and Lopata, 1959]¹², [Shyne et al., 1960]¹⁷, [Justusson and Schmatz, 1962]¹⁸, [Cherepanova and Kal'ner, 1963], [Brown et al., 1964]¹³, [Ravizza, 1964]¹⁴, [Ault et al., 1967]¹⁹, [Hyspecka and Mazanec, 1968], [Pineau, 1969]⁴, [Remillieux and Cizeron, 1972],

12. Fe-1,8Ni-0,8Cr-0,6Mn-0,4C-0,2Mo : austénitisé à 843°C pendant 30 minutes, refroidi à l'air, déformé par laminage à 538°C de 3, 17, 27, 37, 47, 57, 65, 72%, trempé à l'huile, revenu à 38 et 316°C.

13. Fe-11,7 à 12,1Cr-0,5 à 0,6Mo-0,3Nb-0,1 à 0,25C-0,2V : austénitisé à 1150°C, refroidi dans un bain de sel, déformé par laminage à 550°C entre 15 et 73% (plusieurs passes), trempé à l'huile, revenu à 500, 550, 600 ou 650°C pendant 30 ou 60 minutes.

14. Fe-4Ni-1,7Cr-0,4C-0,55Mo : austénitisé à 850°C pendant 120 secondes, refroidi au four, déformé par laminage à 280, 400 ou 600°C de 35%, avec des vitesses de 19,5 ou 26,0 ou 32,5 ou 39,0 m.min⁻¹.

15. Fe-25Ni-0,3C : austénitisé à 1050°C pendant 30 minutes, refroidi à l'eau, déformé par traction à 125°C.

Fe-9Cr-11Ni-0,3C : austénitisé à 1100°C pendant 30 minutes, refroidi à l'eau, déformé par traction à 155°C.

Fe-16Cr-5Ni-0,3C : austénitisé à 1125°C pendant 30 minutes, refroidi à l'eau, déformé par traction à 165°C.

Fe-16Cr-12Ni : austénitisé à 1000°C pendant 30 minutes, refroidi à l'eau, déformé par traction à 120°C.

16. Fe-0,4C-2Mn : austénitisé à 1100°C pendant 60 secondes, refroidi à 10°C.s⁻¹, déformé par laminage à 750°C de 80%, trempé à l'eau, revenu à 450°C pendant 15 secondes.

17. Fe-2,2Cr-1Ni-1Mn-1,5Si-0,4C-0,3Mo-0,3V : austénitisé à 871°C, refroidi à l'air, déformé par laminage entre 427 et 566°C de 0,50, 75, 87 et 83% (multi-passes), trempé à l'huile, revenu entre 100 et 427°C.

18. Fe-3Cr-1,5 à 1,7Ni-1,5 à 1,6Si-1Mn-0,5Mo-0,5C : austénitisé à 930, 1040 et 1150°C, déformé par laminage entre 450 et 700°C, de 50 à 81%, trempé à l'huile puis azote liquide, revenu à 100, 200 et 330°C.

Fe-12Cr-0,24 à 8,5Ni-0,1 à 0,35C : austénitisé à 1150°C, déformé par laminage entre 100 et 900°C de 50 et 91%, trempé à l'eau, revenu à 430 et 540°C.

19. Fe-1,1Cr-1Mo-0,7Mn-0,5C-0,4Ni : austénitisé à 889°C pendant 120 minutes, refroidi à l'air, déformé par laminage à 538°C de 65%, trempé à l'huile, revenu à 177 et de 204 à 649°C pendant 120 et 240 minutes.

[Cho et al., 2010]⁶, [Johari and Thomas, 1965]²⁰.

Pour expliquer ce phénomène, plusieurs hypothèses ont été proposées par Shyne et al. [Shyne et al., 1960]¹⁷ :

- la surface totale des joints de grains de l'austénite pourrait être augmentée par la déformation, et par conséquent, le nombre de sites de germination de la martensite ;
- la maille d'austénite étant déformée lors de la transformation austénite → martensite, le cisaillement serait restreint à de courtes distances ;
- une bande de cisaillement extrêmement déformée pourrait bloquer la progression de l'avancement des lattes de martensite ;
- les ex-grains d'austénite déformés aurait une taille réduite dans le sens transverse. Ceci pourrait limiter la taille des lattes.

Cherepanova et Kal'ner pensent que les lattes de martensite sont plus fines car elles seraient traversées et coupées par les plans de glissement qui leurs sont parallèles [Cherepanova and Kal'ner, 1963].

La densité de dislocations

Dans la phase austénitique, la densité de dislocations est fortement augmentée par l'étape de déformation [Brown et al., 1964]¹³, [Gerberich et al., 1964]²¹, [Gulyaev, 1965], [Johari and Thomas, 1965]²⁰, [Ault et al., 1967]¹⁹, [Skarek et al., 1967]²², [Maki and Wayman, 1976]²³, [Cho et al., 2010]⁶.

Les dislocations introduites, par la déformation dans le domaine austénitique, seraient "transmises" à la martensite ("héritage" des dislocations) [Gerberich et al., 1964]²¹, [Gulyaev, 1965], [Skarek et al., 1967]²², [Maki and Wayman, 1976]²³.

L'austénite résiduelle

Rémilleux et Cizeron ont observé que l'application d'une étape d'austéniformage favorise la présence d'austénite résiduelle après trempe dans l'acier et que cette dernière est stabilisée, comme le montre la figure 1.17 [Remilleux and Cizeron, 1972]. Au contraire, Johari et al. observent que l'étape de déformation n'a pas d'effet sur l'austénite résiduelle mais cela peut être dû à leur mode de trempe, cryogénique [Johari and Thomas, 1965]²⁰.

20. Fe-16,4 à 28Ni-0,3C : austénitisés à 1200 ou 1290°C, déformés par laminage à 100 et 500°C de 8 et 30% (une seule passe), trempés à l'azote liquide.

21. Fe-5Cr-1,4Mo-0,4C-0,5V-1Si : austénitisé à 1038°C pendant 60 minutes, déformé par laminage à 482, 593 et 704°C de 25% (une passe), 50% (trois passes), 75% (cinq passes), trempé à l'huile puis à l'azote liquide jusqu'à -73°C, revenu entre 204 et 649°C pendant 120 minutes.

22. Fe-24,3Ni-0,4C : austénitisé à 1050°C pendant 30 minutes, refroidi dans un bain de sel, déformé par laminage à 580°C de 69%, trempé à l'huile, doublement revenu à 300°C et entre 400 et 700°C pendant 60 minutes.

23. Fe-31Ni-0,2C : austénitisé à 900°C pendant 60 minutes, trempé à l'eau, déformé par laminage à la température ambiante de 35 et 70% (multi-passes), trempé à l'azote liquide.

Fe-33Ni : austénitisé à 1100°C pendant 60 minutes, trempé à l'eau, déformé par laminage à la température ambiante de 40% (multi-passes), trempé à l'azote liquide.

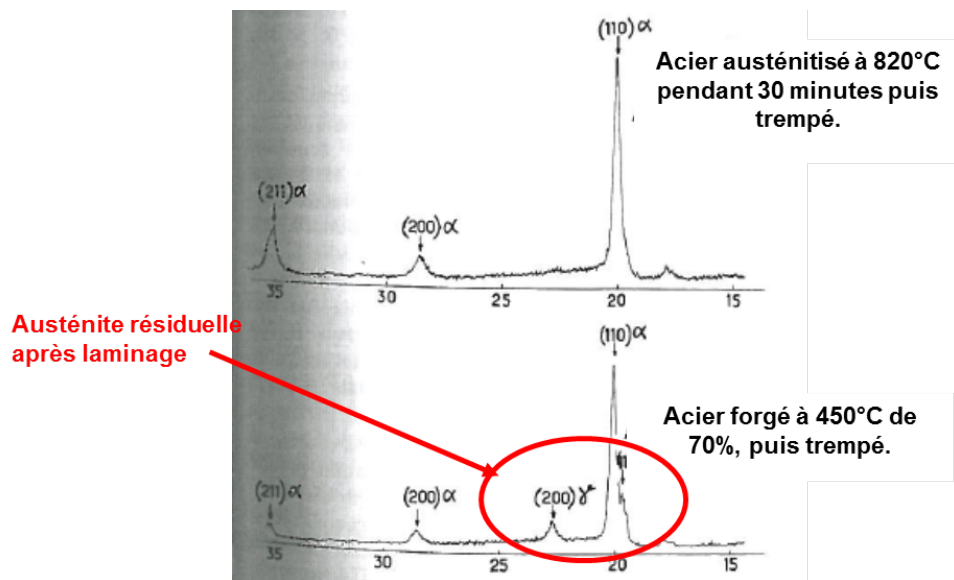


Figure 1.17 – Diffractogrammes d'un acier 35 NCD 16 : Fe-4,1Ni-1,8Cr-0,4Mn-0,4Si-0,4C-0,3Mo. Au-dessus, après austénitisation à 820°C pendant 30 minutes puis trempé et en-dessous, après forgeage à 450°C avec 70% de déformation puis trempé [Remillieux and Cizeron, 1972].

Les précipités

Effet sur la vitesse de germination des précipités

A cause de la déformation introduite dans la phase mère γ et potentiellement héritée dans la martensite trempée, lors d'un revenu subséquent, la vitesse de germination des précipités (Fe_3C , MoC , Mo_2C et M_2X) est accélérée [McEvily et al., 1963]²⁴, [Brown et al., 1964]¹³. Dans certains cas, les précipités commencent à se former dans l'austénite au cours de la déformation [McEvily et al., 1963]²⁴, [Gulyaev, 1965] et [Johari and Thomas, 1965]²⁰.

D'après Johari et al., l'augmentation de la vitesse de germination est dû soit à la forte densité de dislocations qui sert de sites préférentiels de germination, soit à la diffusion des éléments chimiques qui est accélérée par l'augmentation de la quantité de dislocations [Johari and Thomas, 1965]²⁰.

Effet sur la taille, la morphologie, les lieux de précipitation des précipités

En comparaison avec les états non déformés, les précipités des états déformés sont :

- plus fins [McEvily et al., 1963]²⁴ (précipités Mo_2C), [Gerberich et al., 1964]²¹ (carbures), [Gulyaev, 1965] (carbures), [Johari and Thomas, 1965]²⁰ (précipités M_{23}C_6 , MoC , Mo_2C), [Ault et al., 1967]¹⁹ (carbures), [Irani, 1969]¹¹ (carbures de chrome), [Latham, 1970] (carbures).
- plus sphériques [Cherepanova and Kal'ner, 1963] (carbures), [Ault et al., 1967]¹⁹ (carbures), [Irani, 1969]¹¹ (carbures de chrome).
- plus uniformément dispersés, ils sont notamment présents au niveau des dislocations [McEvily et al., 1963]²⁴ (précipités Mo_2C), [Cho et al., 2010]⁶ (précipités M_2C) et des plans de glissement [Cherepanova and Kal'ner, 1963] (carbures), [Banerjee et al., 1963]²⁵ (précipités M_{23}C_6 et Fe_3C), [Armstrong, 1964]²⁶ (carbures), [Irani, 1969]¹¹ (carbures de chrome), [Yusa et al., 1999]¹⁶ (précipités Fe_3C).

24. Fe-22Ni-3Mo-0,4C : déformé par laminage à 150 ou 565°C de 50%.

Fe-3Mo-3Ni-0,2C : austénitisé à 900°C, refroidi à l'huile, déformé par laminage à 565°C de 84 et 90%, trempé à l'huile, revenu entre 250 et 600°C pendant 120 minutes.

Fe-Cr-Mo-V : austénitisé à 900°C, refroidi à l'air, déformé par laminage à 540°C de 90%, trempé à l'air et par saumure glacée.

25. Fe-11,7Cr-0,9Mo-0,9W-0,7Ni-0,7Mn-0,4Si-0,2C-0,01V : austénitisé à 1038°C pendant 30 minutes, refroidi à l'air, déformé par laminage à 538°C de 85%, trempé à l'air ou déformé par laminage à 621°C de 90%, revenu à 527, 593 et 649°C pendant 60 minutes.

26. Fe-0,4C-0,2Si-0,7Mn-0,06C ou Fe-0,8Cr-0,2Si-0,5Mn-0,1C : austénitisé à 950°C, déformé par laminage à 450 et 540°C de 0 à 30%.

1.2.3 Influence de l'étape de déformation en phase austénitique métastable sur les propriétés mécaniques

Dans la littérature, l'influence de l'étape de déformation en phase austénitique métastable sur la dureté, la traction, la résilience et la fatigue a été ponctuellement étudiée. Il n'existe pas de données concernant le fluage ou la fatigue-fluage.

D'autre part, dans la majorité des cas, la direction de prélèvement des éprouvettes d'essais mécaniques n'est pas fournie à l'exception de quelques auteurs qui ont prélevé les éprouvettes dans la direction de laminage [Ault et al., 1967]¹⁹, [Banerjee et al., 1963]²⁵, [Hyspecka and Mazanec, 1968], [Remillieux and Cizeron, 1972] et Bush et al. qui ont prélevé les éprouvettes dans toutes les directions [Bush et al., 1964]²⁷.

La dureté et les propriétés de traction

Les états déformés présentent une dureté [Lips and Zuilen, 1954]¹, [Austénitoformage, 1970], [Ravizza, 1964]¹⁴, [Cho et al., 2010]⁶, une résistance mécanique et une limite conventionnelle d'élasticité plus élevées que les états non déformés [Austénitoformage, 1970].

Concernant l'influence de la déformation en phase austénitique sur la ductilité, les données bibliographiques divergent. Trois cas sont possibles suivant le matériau étudié, la ductilité est :

- dégradée [Banerjee et al., 1963]²⁵, [Ault et al., 1967]¹⁹,
- conservée [Abrassart, 1972], [Austénitoformage, 1970], [Brown et al., 1964]¹³, [Latham, 1970], [Remillieux and Cizeron, 1972],
- augmentée [Lips and Zuilen, 1954]¹, [Cherepanova and Kal'ner, 1963], [Gulyaev, 1965], [Hyspecka and Mazanec, 1968].

Zackay et Justusson proposent une explication différente [Zackay and Justusson, 1962]¹⁰ :

- au-dessus d'une certaine température de déformation critique, pour n'importe quelle quantité de déformation appliquée comprise entre 30% et 94%, la ductilité de l'acier austéniformé est égale ou meilleure que celle de l'acier non déformé.
- au-dessous d'une certaine température de déformation critique, il faut au moins 75% de déformation pour conserver une bonne ductilité.

Pour certains auteurs, l'orientation de la sollicitation mécanique (post traitement thermomécanique) par rapport à la direction de laminage n'a pas d'influence sur la résistance mécanique et sur la limite conventionnelle d'élasticité [Kula and Lopata, 1959]¹², [Irani, 1969]¹¹. Alors que pour d'autres, elle prend de l'importance : dans le sens transverse, la résistance mécanique et la limite conventionnelle d'élasticité des aciers traités sont identiques à ceux de l'état de réception alors qu'elles sont fortement augmentées dans la direction de laminage [Abrassart, 1972], [Austénitoformage, 1970], [Bush et al., 1964]²⁷, [Dryukova, 1965]²⁸. Cependant, la ductilité semble anisotrope : bien meilleure dans le sens de laminage pour les aciers austéniformés [Abrassart, 1972], [Austénitoformage, 1970], [Kula and Lopata, 1959]¹², [Zackay and Justusson, 1962]¹⁰, [Bush et al., 1964]²⁷, [Irani, 1969]¹¹.

De plus, les aciers austéniformés rompraient moins facilement de manière intergranulaire que l'état à réception. Une hypothèse serait la présence d'une plus faible quantité de précipités $M_{23}C_6$ aux joints de grains après laminage limitant alors ce type de rupture [Austénitoformage, 1970].

Les propriétés de résilience

Il semblerait que l'austéniformage ne détériore pas les propriétés de résilience [Latham, 1970] et, dans un bon nombre de cas, les améliore [Abrassart, 1972], [Austénitoformage, 1970], [Ault et al., 1967]¹⁹. En effet, l'énergie nécessaire pour rompre les éprouvettes Charpy serait supérieure après austéniformage [Austénitoformage, 1970]. Le traitement thermomécanique translaterait donc la température de transition ductile/fragile vers les basses températures [Kula and Lopata, 1959]¹², [Bush et al., 1964]²⁷. Ault et al. pensent que ce gain de résilience serait dû à l'affinement des lattes et des carbures [Ault et al., 1967]¹⁹.

D'après Ault et al., les propriétés de résilience seraient fortement dépendantes de la direction de sollicitation [Ault et al., 1967]¹⁹.

27. Fe-0,2C-2,7Ni-0,2Cr-3,2Mo-0,25Si-0,7Mn : austénitisé à 1095°C pendant 60 minutes, déformé par laminage à 565°C de 88%, trempé à l'huile, double revenu à 315 et 565°C pendant 120 minutes.

Fe-0,4C-5,15Cr-1,2Mo-1Si-0,5V : austénitisé à 1040°C pendant 30 minutes, déformé par laminage entre 540 et 650°C de 78%, trempé à l'air, triple revenu à 540°C pendant 60 minutes chacun.

28. Fe-40Cr-2Mn-2Mo-Ni-Si : déformé par laminage de 50%, revenu à 100°C pendant 240 minutes.

Fe-40Cr-2Mn-W-Si : déformé par laminage de 70%, revenu à 100°C pendant 240 minutes ou 200°C pendant 120 minutes.

Les propriétés de fatigue

Les propriétés en fatigue semblent fortement améliorées par l'application de l'austéniformage [Austénitoformage, 1970], [Irani, 1969]¹¹. La résistance à la fatigue et la durée de vie semblent augmentées [Austénitoformage, 1970], [Zackay and Justusson, 1962]¹⁰, [Cherepanova and Kal'ner, 1963], [Irani, 1969]¹¹. Zackay et Justusson ont estimé que les aciers austéniformés ont un nombre de cycles à rupture 20 fois supérieur aux aciers non déformés [Zackay and Justusson, 1962]¹⁰. La figure 1.18 illustre ces propos. D'après Irani, cela est dû à une répartition plus uniforme et à une taille plus fine des précipités [Irani, 1969]¹¹.

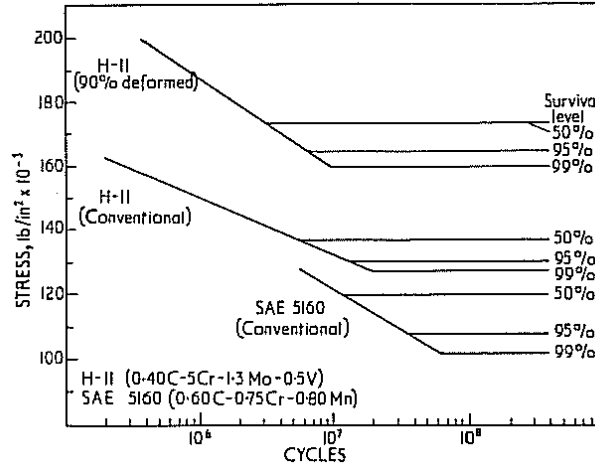


Figure 1.18 – Les limites d'endurance des aciers H-11 et SAE 5160 à l'état à réception et austéniformés dans le cas du H-11 [Zackay and Justusson, 1962]¹⁰.

1.2.4 Influence des paramètres de l'étape de déformation

La température de déformation

Effets sur la transformation martensitique

Il existe trois domaines de températures où l'application d'une déformation en phase austénitique métastable a des effets différents sur le début de transformation austénite $\rightarrow$ martensite [Olson and Cohen, 1975], [Maalekian and Kozeschnik, 2011] :

- entre M_s (température en-dessous de laquelle l'austénite se transforme en martensite sans déformation appliquée) et M_σ (température en-dessous de laquelle, l'austénite se transforme en martensite par application d'une déformation élastique uniquement). L'énergie libre de transformation austénite/martensite est la somme d'une énergie libre d'origine chimique ΔG_{chim} et d'une énergie libre d'origine mécanique ΔG_{mech} , comme le montre la figure 1.19, telle que :

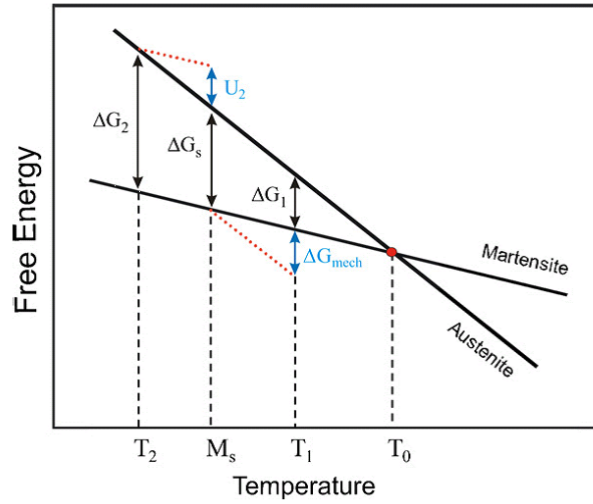


Figure 1.19 – Schéma illustrant la force motrice de la transformation austénite/martensite [Maalekian and Kozeschnik, 2011].

$$\Delta G = \Delta G_{chim} + \Delta G_{mech} \quad (1.2.1)$$

Pour qu'il y ait un début de changement de phase, il faut que la force motrice ΔG soit au moins égale à une valeur critique ΔG_s . La force motrice d'origine chimique est une fonction quasi linéaire de la température et elle peut être compensée si le terme ΔG_{mech} est augmenté notamment par l'application d'une contrainte.

$$\Delta G_s = C \times M_s \quad (1.2.2)$$

Avec :

- M_s la température de début de transformation martensitique sans déformation préalable,
- ΔG_s la force motrice de transformation austénite/martensite à la température M_s ,
- C une constante.

Et :

$$\Delta G_{mech} = D \cdot \sigma \quad (1.2.3)$$

Avec :

- D une constante,
- σ , la contrainte appliquée.

Soit :

$$\Delta G_{chim} = \Delta G_1 = C \times T_1 \quad (1.2.4)$$

Alors d'après la figure 1.19 et l'équation 1.2.2, l'équation 1.2.1 peut s'écrire sous la forme

$$\Delta G_s = \Delta G_1 + \Delta G_{mech} \quad (1.2.5)$$

Avec :

- ΔG_1 la force motrice de transformation austénite/martensite à une température $T_1 > M_s$.

$$T_1 = M_s - \frac{D}{C} \cdot \sigma \quad (1.2.6)$$

Ainsi, la température de début de transformation martensitique augmente approximativement linéairement avec la contrainte. La transformation martensitique est assistée par la contrainte ("stress-assisted martensite").

- entre M_σ et M_d (température en-dessous de laquelle, l'austénite se transforme en martensite avec l'aide d'une déformation élastique et d'une déformation plastique locale). La transformation austénite $\rightarrow$ martensite est favorisée par la déformation mais la dépendance n'est plus linéaire. Pour obtenir de la martensite, il faut appliquer une contrainte plus faible que celle attendue par la relation linéaire. Cela est dû à la déformation plastique de l'austénite. Deux hypothèses ont été proposées. Soit la transformation est assistée par la concentration de la contrainte aux niveaux d'obstacles comme les joints de grains ou les joints de macles, soit la déformation plastique entraîne la création de nouveaux sites de germination de la martensite, la favorisant ainsi. La transformation martensitique est donc induite par déformation ("strain-induced martensite").

- **au-dessus du M_d** : la transformation austénite/martensite est retardée par la déformation. A cette température, l'énergie libre de transformation est faible et l'application d'une contrainte entraîne seulement la déformation plastique de l'austénite, néfaste pour le changement de phases. En effet, cette dernière introduit une quantité importante de défauts tels que les dislocations qui rendraient difficile le mouvement des interfaces γ/α . La croissance des lattes ou plaquettes de martensite en serait gênée. A une température donnée, la fraction d'austénite transformée est diminuée par rapport à une trempe sans contrainte appliquée. Il y a alors stabilisation mécanique ("mechanical stabilization").

La figure 1.20 résume les trois domaines de températures où l'application d'une déformation ou d'une contrainte en phase austénitique métastable à des effets antagonistes.

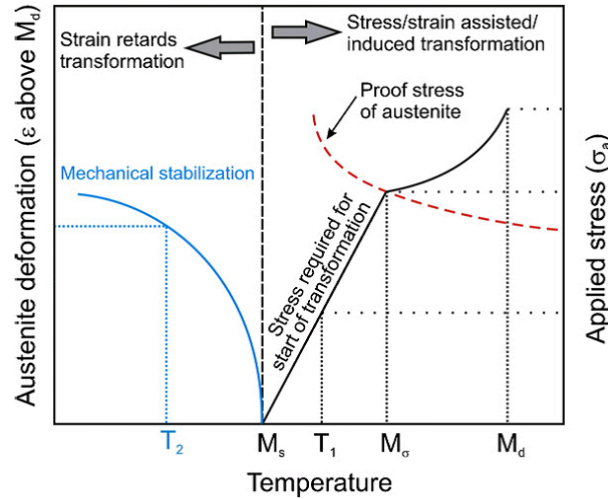


Figure 1.20 – Schéma illustrant les deux effets antagonistes de la contrainte ou de la déformation externe sur la température de début de transformation martensitique.

La partie gauche du graphique illustre le retard de la transformation martensitique induite par la déformation de l'austénite (stabilisation mécanique).

La partie droite illustre le fait que la contrainte ou la déformation favorise la transformation martensitique [Maalekian and Kozeschnik, 2011].

Ning et al. ont étudié l'influence de la déformation sur le point M_s pour un acier de Grade 91 [Ning et al., 2009]⁵.

- Au-dessus de 880°C, l'application d'une étape de déformation n'a aucune influence sur le M_s ($M_s = 420^\circ\text{C}$. Cette valeur de M_s est proche de celle de l'acier étudié dans le cadre de cette thèse : $M_s = 400 \pm 25^\circ\text{C}$ pour des vitesses de refroidissement comprises entre 600 et 50°C.h¹ [Wident, 2004]).
- Pour des températures comprises entre 550°C et 850°C, la température de début de transformation martensitique est supérieure au M_s mais plus la contrainte appliquée augmente, plus la température de début de transformation diminue. C'est la gamme de température du régime de "transformation induite par déformation" :

$$550^\circ\text{C} < M_d < 880^\circ\text{C}.$$

- A la température de 440°C et pour une contrainte appliquée de 200 MPa, la température de début de transformation martensitique est supérieure au M_s . Cela signifie que la transformation est induite par contrainte lors de l'application de celle-ci :

$$420^\circ\text{C} < M_d < 440^\circ\text{C}.$$

Effets sur la microstructure

Plus la température de déformation est basse, plus les lattes de martensite sont fines (cf. figure 1.21) [Liu et al., 2011]⁸ et la densité de dislocations élevée [Duckworth and Taylor, 1965]³.

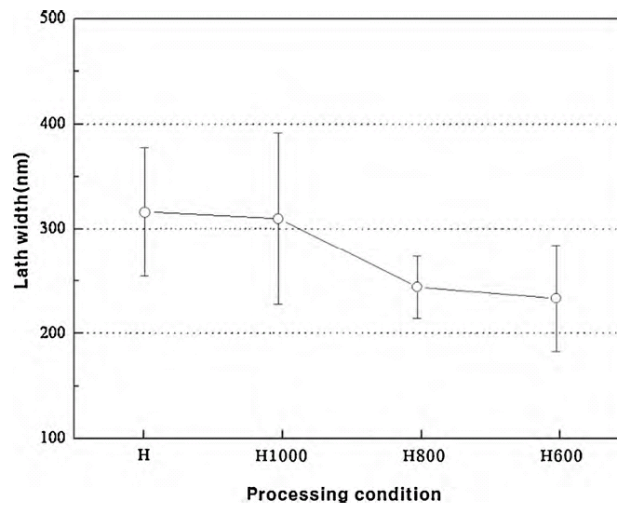


Figure 1.21 – Largeur des lattes de martensite en fonction des conditions de déformation. H : acier non déformé, H1000 : acier déformé de 75% à 1000°C, H800 : acier déformé de 75% à 800°C et H600 : acier déformé de 75% à 600°C [Cho et al., 2010]⁶.

Effets sur les propriétés mécaniques

La température de déformation a des effets contradictoires sur les propriétés mécaniques selon les différents auteurs. Il est observé que :

- la température de déformation n'a pas d'influence significative sur les propriétés mécaniques [Abrassart, 1972], [Austénitoformage, 1970], [Duckworth and Taylor, 1965]³ notamment en traction [Gerberich et al., 1964]²¹, [Johari and Thomas, 1965]²⁰ et en fatigue [Borik et al., 1963]²⁹, [Pineau, 1969]⁴.
- plus la température de déformation est basse, meilleure est la résistance mécanique, la limite d'élasticité [Zackay and Justusson, 1962]¹⁰, [Kula and Lopata, 1959]¹², [Justusson and Schmatz, 1962]¹⁸, [Latham, 1970] et la dureté de l'acier [Cho et al., 2010]⁶.
- plus la température de déformation est élevée, plus la résistance mécanique et la limite d'élasticité est faible [Buhler and Rittman, 1972]³⁰, et plus l'acier déformé est ductile [Kula and Lopata, 1959]¹², [Justusson and Schmatz, 1962]¹⁸.

Le pourcentage de réduction en épaisseur ou la contrainte appliquée

Effets sur la microstructure

Plus le pourcentage de réduction en épaisseur ou la contrainte appliquée est élevé, plus les lattes de martensite sont fines [Shyne et al., 1960]¹⁷, [Justusson and Schmatz, 1962]¹⁸, [Ravizza, 1964]¹⁴, la densité de dislocations élevée après trempe [Duckworth and Taylor, 1965]³.

29. Fe-0,4C-5Cr-1,3Mo-1Si-0,5V : austénitisé à 1038°C pendant 60 minutes, refroidi à l'air, déformé par laminage à 566 ou 649°C de 75 ou 90%, trempé à l'huile, revenu à 538°C pendant 120 minutes.

30. Fe-0,5 à 0,8Mn-0,3 à 0,4C-0,1 à 0,4Si ou Fe-0,3 à 0,6Mn-0,1 à 0,2C-0,1 à 0,4Si : austénitisés à 820, 900, 1000 ou 1100°C pendant 5 minutes, déformés par laminage à 820°C de 7, 12, 20, 29, 30%, trempés à l'eau.

Effets sur les propriétés mécaniques

L'avis majoritairement admis est que plus la réduction en épaisseur (ou la contrainte appliquée), en phase austénitique, est élevée, plus la résistance mécanique, la dureté et la limite d'élasticité sont augmentées [Abrassart, 1972], [Austénitoformage, 1970], [Shyne et al., 1960]¹⁷, [Kula and Lopata, 1959]¹², [Justusson and Schmatz, 1962]¹⁸, [Zackay and Justusson, 1962]¹⁰, [Banerjee et al., 1963]²⁵, [Brown et al., 1964]¹³, [Duckworth et al., 1964]², [Gulyaev, 1965], [Raymond et al., 1965]³¹, [Pineau, 1969]⁴, [Remillieux and Cizeron, 1972]. Rémilleux et Cizeron ont observé, qu'au-delà de 40%, ces propriétés n'évoluent plus [Remillieux and Cizeron, 1972]. Abrassart et al. l'ont remarqué pour 70% et Ravizza pour 50-60% de déformation ou de réduction en épaisseur [Abrassart, 1972], [Ravizza, 1964]¹⁴. Dryukova constate l'effet inverse pour des aciers contenant de la ferrite [Dryukova, 1965]²⁸. De plus, il pense que plus le taux de déformation est important, plus les propriétés mécaniques des aciers sont anisotropes. Justusson et Schmatz ainsi que Duckworth et Taylor pointent l'effet néfaste de l'augmentation du pourcentage de réduction en épaisseur ou de la contrainte appliquée sur la ductilité [Justusson and Schmatz, 1962]¹⁸, [Duckworth and Taylor, 1965]³. Le tableau 1.12 illustre que pour d'autres auteurs, il existe un pourcentage de réduction d'épaisseur ou une contrainte appliquée optimum qui permet d'avoir les meilleures propriétés mécaniques.

31. Fe-2Mo-1Cr-0,8Mn-0,5Ni-0,5V-0,5C : austénitisé à 1038°C pendant 120 minutes, déformé par traction à 538°C de 21 et 25% et par laminage et forgeage à 538°C de 35%, trempé à l'huile puis à l'azote liquide à partir de la température ambiante.

Fe-5Cr-1,3Mo-0,9Si-0,5V-0,4C-0,3Mn : austénitisé à 1038°C pendant 60 minutes, déformé par traction à 538°C de 17% et par laminage et forgeage à 538°C de 20 et 45%, trempé à l'huile puis à l'azote liquide à partir de la température ambiante.

Fe-3,4Mo-3,2Ni-0,6Mn-0,2C : austénitisé à 1038°C pendant 120 minutes, déformé par traction à 538°C de 19 et 48% et par laminage et forgeage à 538°C de 43, 52 et 57%, trempé à l'huile puis à l'azote liquide à partir de la température ambiante.

Fe-1,3Mn-1,6Si-1,3Cr-0,35C-0,2V : austénitisé à 899°C pendant 60 minutes, déformé par traction à 538°C de 16% et par laminage et forgeage à 538°C de 39%, trempé à l'huile puis à l'azote liquide à partir de la température ambiante.

Fe-1,1Cr-1Mo-0,7Mn-0,6Ni-0,45C : austénitisé à 899°C pendant 60 minutes, déformé par traction à 538°C de 28 et 40% et par laminage et forgeage à 538°C de 55%, trempé à l'huile puis à l'azote liquide à partir de la température ambiante.

Fe-1,7Ni-0,8Cr-0,8Mn-0,4C-0,35Mo : austénitisé à 899°C pendant 60 minutes, déformé par traction à 538°C de 18 et 19%, trempé à l'huile puis à l'azote liquide à partir de la température ambiante.

Fe-1,8Ni-0,8Cr-0,8Mn-0,4C-0,3Si-0,3Mo : austénitisé à 871°C pendant 60 minutes, déformé par traction à 538°C de 23% et par laminage et forgeage à 538°C de 55%, trempé à l'huile puis à l'azote liquide à partir de la température ambiante.

Références	Acier	Valeur optimale du pourcentage de réduction d'épaisseur (%)
[Armstrong, 1964] ²⁶	Fe-0,4C-0,2Si-0,7Mn-0,06Cr	10
[McEvily and Bush, 1962] ³²	Fe-3Ni-3Mo-0,2C	55
[Buhler and Rittman, 1972] ³⁰	Fe-0,5 à 0,8Mn-0,3 à 0,4C-0,1 à 0,4Si	7
[Kula and Lopata, 1959] ¹²	Fe-1,8Ni-0,8Cr-0,6Mn-0,4C-0,28Si-0,2Mo	en-dessous de 10, la déformation n'a aucun effet, 40 (aciers bruts de trempe), 25 (après revenu à 232°C).
[Irani, 1969] ¹¹	Fe-3,9 à 4,1Ni-1,1 à 1,2Cr-0,5Mn-0,3C-0,1 à 0,2Mo-0,2Si	<50% : la ductilité et la résilience sont détériorées par l'application de faibles niveaux de déformation mais si le degré de déformation est supérieur à 75%, ces propriétés sont améliorées.

Tableau 1.12 – Valeurs optimales du pourcentage de réduction d'épaisseur pour quelques aciers martensitiques.

La vitesse de déformation

Il semble que pour des vitesses de déformation de 2,3 à $2,3 \cdot 10^{-3} \text{ \%} \cdot \text{s}^{-1}$, il n'y a pas d'influence significative de la vitesse de déformation [Abrassart, 1972], [Austénitoformage, 1970], [Ravizza, 1964]¹⁴, [Pineau, 1969]⁴. Duckworth et Taylor trouvent que plus la vitesse de déformation est élevée meilleure est la résistance mécanique tandis que la ductilité varie peu (acier 13% Cr) [Duckworth and Taylor, 1965]³. Duckworth et al. pensent que des vitesses de déformation élevées favoriseraient la germination de carbures car elles introduiraient plus de dislocations en phase austénitique métastable [Duckworth et al., 1964]².

Le type de déformation

Le type de déformation a peu d'influence. Que ce soit par extrusion ou par laminage, l'augmentation de la résistance mécanique est similaire [Zackay and Justusson, 1962]¹⁰ et le degré d'anisotropie induit est le même [Bush et al., 1964]²⁷.

Le temps de maintien après la déformation

Zackay et Justusson ainsi que Rémillieux et Cizeron pensent que le temps de maintien après la déformation est un facteur négligeable [Zackay and Justusson, 1962]¹⁰, [Remillieux and Cizeron, 1972]. Ravizza considère que le temps de maintien après la déformation n'a pas d'influence sur les propriétés mécaniques. En revanche, il trouve qu'il agit sur la microstructure : plus il est court, plus la quantité d'austénite résiduelle est diminuée [Ravizza, 1964]¹⁴. Pour Duckworth et Taylor, un maintien à la température de déformation diminue la résistance mécanique mais n'améliore pas la ductilité [Duckworth and Taylor, 1965]³. Alors que plus le temps de maintien après déformation est bas, meilleure est la résistance mécanique [Duckworth et al., 1964]².

1.2.5 Bilan sur le traitement thermomécanique de type "austéniformage"

Cette étude bibliographique montre, selon les nuances d'aciers étudiées des effets contradictoires d'un traitement thermomécanique de type "austéniformage" sur la microstructure et les propriétés mécaniques.

Si seuls les aciers ayant une composition chimique proche de l'acier de Grade 91 (aciers à 9 à 13,5%Cr et 0,1 à 0,3%C) sont considérés, l'étape de déformation en phase austénitique métastable aurait pour effet de :

- diminuer [Brown et al., 1964]¹³, [Ning et al., 2009]⁵, [Hollner et al., 2010]⁷, [Liu et al., 2011]⁸ ou serait sans effet [Strife et al., 1977]¹⁵ sur la largeur des lattes de martensite,
- augmenter la quantité de dislocations [Brown et al., 1964]¹³,
- mieux disperser les précipités $M_{23}C_6$ [Banerjee et al., 1963]²⁵.
- augmenter la dureté [Brown et al., 1964]¹³, [Pineau, 1969]⁴,
- diminuer [Duckworth and Taylor, 1965]³ ou maintenir la ductilité [Brown et al., 1964]¹³, [Pineau, 1969]⁴.

D'autre part :

- plus la température de déformation serait basse, meilleure serait la résistance mécanique [Banerjee et al., 1963]²⁵, [Duckworth and Taylor, 1965]³,
- plus le taux de déformation serait élevé, plus la résistance mécanique serait améliorée [Banerjee et al., 1963]²⁵, [Brown et al., 1964]¹³, [Duckworth and Taylor, 1965]³, [Pineau, 1969]⁴,
- Une vitesse élevée de déformation serait bénéfique pour avoir à la fois une augmentation de la résistance mécanique et de la ductilité [Duckworth and Taylor, 1965]³.

A ce jour, aucune étude systématique, menée sur un même acier, n'a été faite pour évaluer l'influence des différentes étapes du traitement thermomécanique de type austéniformage.

1.3 Démarche de la thèse

Cette thèse fait suite aux travaux de Hollner et al. qui a montré que l'application d'un traitement thermomécanique de type "austéniformage", associé à une plus haute température d'austénitisation et une plus faible température de revenu que l'état de référence, pouvait induire une augmentation significative de la résistance en fluage à 650°C [Hollner et al., 2010]. Cependant, il est difficile de conclure si ce gain est dû à l'augmentation de la température d'austénitisation, à la diminution de la température de revenu ou à l'application d'une étape de laminage en phase austénitique métastable puisque plusieurs paramètres du traitement ont été modifiés par rapport à celui de l'état de référence. De plus, la ductilité des états traités thermomécaniques n'a pas été étudiée. Or, augmenter la résistance mécanique d'un acier n'est pas sans risque sur la ductilité. Ce travail de thèse se propose donc de mener une étude paramétrique et systématique pour déterminer l'influence des différentes étapes du traitement thermomécanique sur la microstructure et sur les propriétés mécaniques.

1.3.1 Etude paramétrique systématique de l'effet du traitement thermomécanique sur la microstructure et les propriétés mécaniques

Le traitement thermomécanique de type "austéniformage" est appliqué à l'acier de Grade 91 dans le but d'augmenter sa résistance en fluage et de pallier à l'adoucissement cyclique à haute température (550°C - 650°C), tout en conservant une ductilité/ténacité suffisante à basse température. Pour cela, différents éléments microstructuraux doivent être modifiés : les ex-grains d'austénite, les blocs de martensite ou les lattes doivent être affinés (durcissement structural dû à la taille de grains), la densité de dislocations doit être augmentée et les précipités plus finement et plus homogènement répartis (durcissement structural dû à la précipitation).

• L'étape d'austénitisation

Il est espéré que la totalité des précipités MX présents dans l'acier de Grade 91 "à réception" soit remis en solution solide dans la matrice austénitique. Le but est de les faire re-précipiter de manière plus fins, plus nombreux et mieux répartis au cours du revenu final.

Comme la vitesse de chauffage et le temps d'austénitisation ne semblent pas avoir d'influence majeure sur la dissolution des différents précipités, les pavés de Grade 91 sont introduits dans le four, programmé à la température d'austénitisation voulue [Duckworth et al., 1964]. Les 30 minutes d'austénitisation sont comptées à partir du moment où la température du pavé en coeur est égale à la température d'austénitisation et sont identiques au temps d'austénitisation de l'état "à réception". Après introduction du pavé, il faut attendre environ 10 à 15 minutes pour que la température du pavé soit égale à la température de revenu voulue ($V_c \approx 10^\circ\text{C.s}^{-1}$ en peau).

La température d'austénitisation semble avoir une forte influence sur la dissolution des précipités. *Cependant, la température d'austénitisation à partir de laquelle tous les précipités de l'acier de Grade 91 sont dissous n'est pas clairement identifiée.* Il faut austénitiser à :

- 1000°C d'après Vitek et Klueh [Vitek and Klueh, 1983],
- 1150°C d'après le diagramme de phases à l'équilibre simulé à partir de la composition chimique réelle de l'acier de Grade 91 (cf. figure 1.3),
- 1250°C d'après Yoshino et al. [Yoshino et al., 2008].

Ainsi différentes températures d'austénitisation vont être testées pour dissoudre le maximum de précipités :

- 1050°C par comparaison avec la température d'austénitisation de l'état "à réception",
- 1150°C d'après la simulation MatCalc,
- 1200°C car une température d'austénitisation de 1250°C semble être trop élevée, à la vue du risque d'entraîner la formation de la ferrite δ d'après Brachet [Brachet, 1991].

D'autre part, augmenter la température d'austénitisation au dessus de 1130°C entraîne également la croissance des grains d'austénite (cf. figure 1.7). *Il est alors important de connaître quel impact va avoir la croissance des grains d'austénite sur les transformations de phases et les propriétés mécaniques.*

• L'étape de refroidissement à l'air jusqu'à la température de déformation en phase austénitique métastable :

Du fait de la forte trempabilité de l'acier de Grade 91 (cf. figure 1.5), il est attendu, qu'au dessus d'une température de 500°C.h^{-1} , l'austénite ne se décompose pas en ferrite et il est espéré que les précipités ne commencent pas à germer. *Est-ce vraiment le cas ?* Afin de pouvoir suivre en continu à l'aide d'un thermocouple, la température du pavé, un refroidissement à l'air est effectué ($V_r \approx 1^\circ\text{C.s}^{-1}$ soit $3600^\circ\text{C.h}^{-1}$ en peau). Lorsque la température du pavé n'est plus que 30°C supérieure à la température de laminage souhaitée, il est introduit dans un second four pendant 5 minutes afin d'homogénéiser la température.

• L'étape de déformation à tiède et de trempe à l'eau jusqu'à la température ambiante :

- Il est souhaité que la martensite résultante de la transformation de phase :
- soit affinée,

- hérite d'une grande partie des dislocations qui serviront, entre autres, de sites de germination aux précipités lors de l'étape de revenu final.

Il est nécessaire d'évaluer si cette étape de laminage, inhabituelle pour ces aciers, en phase austénitique métastable conduit à des changements microstructuraux de la phase fille et si ces derniers vont avoir un effet de premier ordre sur les propriétés mécaniques de l'acier de Grade 91. Pour déformer l'acier de Grade 91, un laminoir duo est mis à disposition au Centre des Matériaux des Mines Paristech et au CEA Saclay (SRMA/LTMEEx).

D'après le diagramme TTT (acier non déformé, cf. figure 1.4), l'acier de Grade 91 présente un large domaine de stabilité de l'austénite entre 450°C et 600°C. Il est alors possible de laminar l'acier sans décomposer l'austénite en ferrite. **Les températures de laminage employées seront 500°C et 600°C** car 450°C est une température trop proche du M_s égal à $400 \pm 25^\circ\text{C}$.

De plus, les réductions d'épaisseur appliquées seront de 0%, 25% et 50% (12,5% par passe) car il est souhaité voir une influence de l'étape de laminage sans entraîner d'autres effets tels que la recristallisation.

Enfin, pour obtenir un processus de laminage "faisable" dans le futur, **un seul sens de laminage a majoritairement été utilisé, à savoir le sens de laminage initial de la tôle. Afin de voir s'il est possible d'éliminer une certaine anisotropie éventuelle des propriétés mécaniques dues au laminage à tiède, un "laminage croisé" (12,5% dans le sens de laminage puis 12,5% dans le sens travers long) a également été testé.** Après laminage, une trempe à l'eau est effectuée sur le pavé pour figer la microstructure ($V_r \approx 100^\circ\text{C.s}^{-1}$ en peau).

- **L'étape de revenu**

Il est espéré que les précipités, notamment les précipités MX, réputés stables dans la martensite vers 550-600°C, soient plus fins, plus nombreux et mieux répartis. De plus, on espère observer une densité de dislocations résiduelles plus élevée du fait de l'introduction, au préalable, d'une étape de laminage. *La microstructure post-revenu doit être étudiée pour savoir si elle garde une mémoire de l'étape de laminage. De plus, il est important de savoir si les propriétés mécaniques de l'acier de Grade 91 sont améliorées à haute température par l'application d'un traitement thermomécanique sans toutefois dégrader la ductilité et la résilience à basse température.*

Pour l'étape de revenu, les pavés sont chauffés dans les mêmes conditions que lors de l'étape d'austénitisation.

Les températures de revenu utilisées sont :

- **700°C** dans le but de voir s'il est possible d'obtenir une microstructure stable sans trop restaurer les dislocations,
- **750°C** car d'après le RCC-MRx, c'est la température de revenu minimale applicable à l'acier de Grade 91,
- **780°C** par comparaison avec l'état "à réception".

Comme il existe une équivalence temps-température et que la température de revenu est déjà variable d'un état métallurgique à l'autre, il a été choisi de fixer le temps de revenu à 60 minutes identique au temps de revenu de l'état "à réception".

Pour résumer, parmi les nombreux paramètres du traitement thermomécanique de type "austéniformage", certains ont été identifiés, d'après l'étude bibliographique, comme ayant une influence moindre sur la microstructure et les propriétés mécaniques. Dans cette étude doctorale, ces paramètres ont été fixés. Ils sont notés dans le tableau 1.13 :

Paramètres fixés	Valeurs
Vitesse de chauffage pour atteindre le palier d'austénitisation ou de revenu	Les pavés sont introduits dans le four chaud ($V_c \approx 10^\circ\text{C.s}^{-1}$ en peau)
Temps d'austénitisation	30 minutes
Vitesse de refroidissement jusqu'à une température intermédiaire de laminage	Refroidissement à l'air ($V_r \approx 1^\circ\text{C.s}^{-1}$ en peau)
Type de déformation	Laminage
Vitesse de refroidissement jusqu'à la température ambiante pour transformer l'austénite en martensite	Trempe à l'eau ($V_r \approx 100^\circ\text{C.s}^{-1}$ en peau)
Temps de revenu	60 minutes
Vitesse de refroidissement jusqu'à la température ambiante	Trempe à l'eau ($V_r \approx 100^\circ\text{C.s}^{-1}$ en peau)

Tableau 1.13 – Paramètres fixes des traitements d'"austéniformage" fixés par Hollner et al. [Hollner et al., 2010].

D'autres paramètres d'"austéniformage" sont susceptibles de modifier considérablement la microstructure et les propriétés mécaniques de l'acier. Ces paramètres ont été choisis comme variables d'étude. Ils sont résumés dans le tableau 1.14 et le choix de leurs valeurs est justifié ci-dessus.

Paramètres variables	Valeurs
Température d'austénitisation	1050, 1150, 1200°C
Température de laminage	500, 600°C
Réduction en épaisseur appliquée	0%, 25% ou 50% (12,5% par passe et 2 passes par chaude)
Direction de déformation	Sens de laminage initial de la tôle ou partition entre le sens de laminage initial de la tôle puis le sens travers long
Température de revenu	700, 750, 780°C

Tableau 1.14 – Paramètres variables des traitements d'"austéniformage" fixés par Hollner et al. [Hollner et al., 2010].

1.3.2 Les différents états métallurgiques

Afin de comprendre l'influence de chaque étape du traitement thermomécanique sur la microstructure et les propriétés mécaniques, quatre types d'états métallurgiques ont été constitués ayant subi partiellement ou totalement le cycle du traitement thermomécanique :

- **les états austénitisés - bruts de trempe**

Ces états sont réalisés pour étudier l'influence de la température d'austénitisation sur la microstructure, notamment sur la dissolution des précipités dans la matrice et la croissance des grains d'austénite.

- **les états austénitisés, laminés - bruts de trempe**

Les états austénitisés, laminés - bruts de trempe seront comparés aux aciers austénitisés - bruts de

trempe dans le but de voir l'effet d'une étape de laminage sur la microstructure avant revenu. De plus, ils permettront de voir l'influence d'une étape de revenu après laminage s'ils sont comparés aux aciers traités thermomécaniquement, avec le cycle complet.

– **les états traités thermiquement**(austénitisés - trempés - revenus)

Ces états seront comparés aux états austénitisés - bruts de trempe pour voir l'influence de l'étape de revenu sur la microstructure d'un acier non laminé. Ils seront également comparés aux aciers traités thermomécaniquement pour voir l'effet du laminage sur la microstructure et les caractérisations mécaniques après revenu.

– **les états traités thermomécaniquement**(austénitisés - laminés - trempés - revenus)

Les états traités thermomécaniquement sont les états qui ont subi le traitement thermomécanique complet tel que schématisé sur la figure 1.15.

Avec les travaux de Hollner et al. ainsi que l'état de référence, il a été possible de constituer une base de données de 33 états métallurgiques, tableau 1.15.

Trevenu (°C) (1 heure)	% laminage	Tausténitisation (°C) (30 minutes)		
		1050	1150	1200
Non revenu	0	État fait	État fait	État fait
	25	Laminage à 600°C	Laminage à 600°C	Laminage à 500 et 600°C
	50		/	Laminage à 600°C
700	0	Laminage à 600°C	État fait	État fait
	25		Laminage à 600°C	Laminage à 500 et 600°C
	50		/	Laminage à 600°C
750	0	Laminage à 600°C	/	État fait
	25			Laminage à 500°C
	50			Laminage à 600°C
780	0	"à réception"	État fait	État fait
	25	Laminage à 600°C	Laminage à 600°C	
	50		/	Laminage à 600°C

Tableau 1.15 – Les différentes conditions de traitement thermomécanique utilisées pour cette étude doctorale (en rouge), par Hollner et al. (en noir) et l'état à réception, non retraits (en bleu) [Hollner et al., 2010](Grade 91 étudié dans cette thèse : austénitisé à 1150 ou 1200°C, refroidi à l'air, déformé par laminage à 600°C de 25 et 50%, trempé à l'eau, revenu à 650 ou 700°C).

Pour l'état austénitisé à 1200°C pendant 30 minutes, laminé de 25% à 500°C et revenu à 700°C, il existe en réalité deux états métallurgiques :

- un état métallurgique où le laminage a été réalisé dans le sens initial de la tôle,
- un autre état métallurgique où le laminage a été partitionné dans le sens laminage initial de la tôle (12,5% de réduction en épaisseur) puis dans le sens travers (12,5% de réduction en épaisseur, sans passage au four entre les deux passes de laminage).

1.3.3 Les notations utilisées

Afin de faciliter la lecture de ce document, une notation a été employée pour désigner les différents états métallurgiques. Prenons deux exemples :

- A1200-L600,25%-R700 signifie que l'acier a été :
 - austénitisé à 1200°C pendant 30 minutes,
 - refroidi à l'air jusqu'à 600°C,

- laminé à 600°C avec un pourcentage de réduction d'épaisseur de 25% dans la direction de laminage,
- trempé à l'eau,
- revenu à 700°C pendant 1 heure,
- refroidi à l'eau.
- A1200-L500,25%(LT)-R700 signifie que l'acier a été :
 - austénitisé à 1200°C pendant 30 minutes,
 - refroidi à l'air jusqu'à 500°C,
 - laminé à 500°C avec un pourcentage de réduction d'épaisseur de 25% : 12,5% de réduction d'épaisseur dans la direction de laminage puis 12,5% de réduction d'épaisseur dans la direction transverse,
 - trempé à l'eau,
 - revenu à 700°C pendant 1 heure,
 - refroidi à l'eau.

On utilise également la notation BT qui signifie "Brut de Trempe" (après austénitisation ou laminage).

1.3.4 Caractérisation microstructurale et mécanique des matériaux traités

Afin de comprendre l'influence de la température d'austénitisation, de laminage, du pourcentage de réduction en épaisseur appliquée et de la température de revenu sur la microstructure et les propriétés mécaniques de l'acier, les différents états métallurgiques ont été finement et systématiquement caractérisés :

- **Pour la microstructure**, les différentes échelles ont été abordées : les ex-grains d'austénite (par microscopie optique), les blocs (au MEB-EBSD), les lattes de martensite (au MET sur lames minces), la densité de dislocations (par diffraction des neutrons, sur certains états) et les précipités (au MET sur répliques extractives au carbone, par analyse en diffraction des rayons X d'un résidu de dissolution sélective et par diffusion des neutrons aux petits angles).
- **En mécanique**, des mesures de dureté, des essais de traction à 20°C, 550°C et 650°C, de fluage à 650°C et sous 120 MPa, 140 MPa et 170 MPa, de fatigue, de fatigue-fluage et des courbes de transition ductile/fragile en résilience ont été réalisés.

Les états métallurgiques ont ensuite été comparés entre eux et il a été possible d'établir un modèle de durcissement structural à basse température, pouvant être extrapolé à 550°C et à 650°C. Les prochains chapitres de ce manuscrit de thèse résument les résultats obtenus.

1.3.5 Bilan sur la démarche de la thèse

L'étude bibliographique menée à la fois sur l'acier de Grade 91 et sur le traitement thermomécanique de type "austéniformage" ne permettent pas de comprendre quelle est l'influence de chaque étape de ce traitement sur la microstructure et sur les propriétés mécaniques d'un acier martensitique revenu, faute d'études systématiques découplant l'effet des différents paramètres du traitement thermomécanique sur une même nuance d'acier.

Pour répondre à cette question, 33 états métallurgiques ont été générés dans le cadre de cette thèse. Certains états ont seulement été austénitisés et brut de trempe, d'autres traités thermiquement ou alors austénitisés, laminés et bruts de trempe ou enfin traités thermomécaniquement avec le cycle complet. Afin de voir les effets des différentes étapes, certains paramètres, ayant une influence de premier ordre d'après l'étude bibliographique, ont été considérés comme variables. Il s'agit de la température d'austénitisation, de laminage et de revenu, la réduction d'épaisseur, la direction de laminage. D'autres paramètres, ayant une influence de second ordre, ont été fixés. Il s'agit des vitesses de chauffage et de refroidissement, du type de déformation, des temps d'austénitisation et de revenu.

CHAPITRE 2

Influence du traitement thermomécanique de type "austéniformage" sur la microstructure de l'acier de Grade 91

Ce deuxième chapitre a pour but de présenter l'influence de chaque étape du traitement thermomécanique de type "austéniformage" sur la microstructure de l'acier de Grade 91. Les différentes échelles sont étudiées : les ex-grains d'austénite, la matrice martensitique, l'austénite résiduelle, les dislocations et les précipités. Dans un premier temps, l'influence d'un "simple" traitement thermique : austénitisation et revenu sur cette microstructure est présentée afin de pouvoir déconvoluer par la suite les effets spécifiques de l'ajout d'une étape d'"austéniformage". Dans un second temps, l'effet de l'étape de laminage en phase austénitique métastable et les conséquences de cette étape intermédiaire sur les évolutions microstructurales lors d'un revenu ultérieur sont décrits.

Sommaire

2.1	Influence d'un "simple" traitement thermique : austénitisation et revenu sur la microstructure	54
2.1.1	Les ex-grains d'austénite	54
2.1.2	La matrice martensitique	55
2.1.3	L'austénite résiduelle	58
2.1.4	Les dislocations de transformation austénite → martensite	62
2.1.5	Les précipités	65
2.1.6	Les calculs à l'équilibre thermodynamique métastable	74
2.1.7	Bilan sur l'influence d'un "simple" traitement thermique	77
2.2	Influence de l'étape de laminage en phase austénitique métastable sur la microstructure	78
2.2.1	Les ex-grains d'austénite	78
2.2.2	La matrice martensitique	78
2.2.3	L'austénite résiduelle	80
2.2.4	Les dislocations introduites par laminage en phase austénitique métastable	81
2.2.5	La recristallisation	84
2.2.6	Les précipités	90
2.2.7	Bilan sur l'influence d'une étape de laminage en phase austénitique métastable	100
2.3	Conclusion	101

2.1 Influence d'un "simple" traitement thermique : austénitisation et revenu sur la microstructure

2.1.1 Les ex-grains d'austénite

La taille des ex-grains de la phase mère austénitique constitue l'échelle la plus grossière de la microstructure martensitique qui sera considérée ici et se doit d'être quantifiée avant de s'intéresser aux "sous-grains" que constituent les paquets, blocs et lattes de martensite.

Les ex-grains d'austénite sont ainsi observés et mesurés dans le plan TS au microscope optique (cf. Annexe A.1.1 et Annexe B.1.2). Plus d'une cinquantaine d'ex-grains d'austénite ont été mesurés par état métallurgique.

Influence de l'étape d'austénitisation

Sur la nuance de Grade 91 de cette étude, Michaut a montré que, pour une vitesse de chauffage fixée à $10^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ (vitesse de chauffage appliquée à chaque traitement thermique ou thermomécanique de cette thèse), les états austénitisés à 1050°C présentent une distribution de tailles des ex-grains d'austénite monomodale avec peu de dispersion autour de la valeur moyenne et donc homogène [Michaut, 2013]. En revanche, il a observé que les états austénitisés à 1150°C et 1200°C présentaient une croissance des ex-grains d'austénite plus hétérogène [Michaut, 2013]. Ces résultats sont conformes aux observations de Danon et al. [Danon et al., 2003].

D'après Danon et al. et Gutierrez et al., la croissance des grains d'austénite serait liée à la dissolution plus ou moins rapide des précipités M_{23}C_6 et MX, ces derniers étant riches en niobium, qui n'épingleraient plus les joints des ex-grains d'austénite [Danon et al., 2003], [Gutiérrez et al., 2007].

Cette hypothèse fera l'objet d'une discussion approfondie au paragraphe 2.1.5.

La température d'austénitisation a une forte influence sur la taille des ex-grains d'austénite. En effet, pour une température d'austénitisation de 1050°C , le diamètre moyen des ex-grains d'austénite est de $20\text{ }\mu\text{m}$. Ce diamètre est doublé pour une austénitisation à 1150°C et atteint environ $120\text{ }\mu\text{m}$ pour une austénitisation à 1200°C . Le diamètre moyen des ex-grains d'austénite de tous les états métallurgiques traités thermiquement sont reportés sur la figure 2.1. Comme la température de revenu n'a pas d'effet sur le diamètre moyen des ex-grains d'austénite, pour chaque température, les points des états bruts de trempe, revenus à 700°C , 750°C et 780°C sont données. Les barres d'erreur représentent les écart-types observés expérimentalement sur chaque état métallurgique (dispersion sur la moyenne). Cette évolution du diamètre des ex-grains d'austénite est en accord avec les données de Brachet, obtenues sur une autre nuance de Grade 91 [Brachet, 1991] et représentée en pointillés sur la figure 2.1.

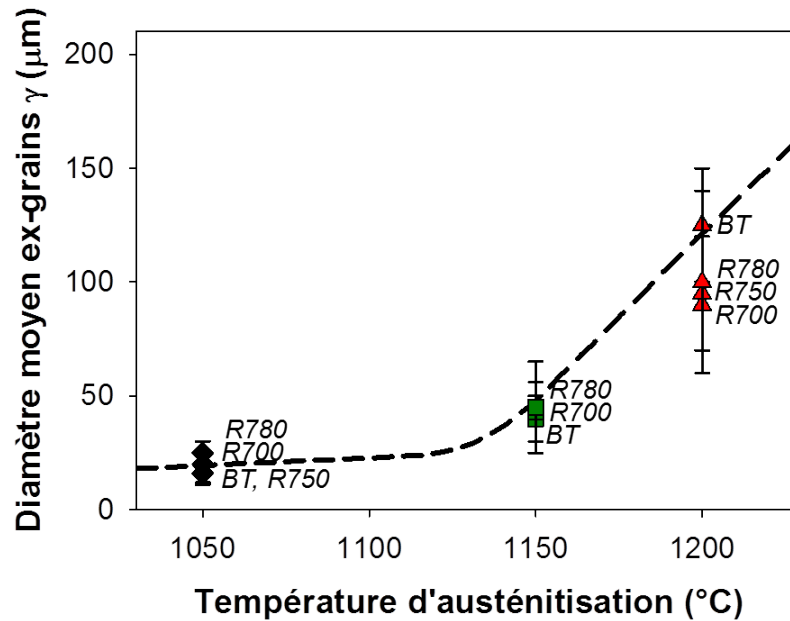


Figure 2.1 – Influence de la température d'austénitisation sur le diamètre moyen des ex-grains d'austénite, pour deux nuances de Grade 91 : celle de Brachet [Brachet, 1991], austénitisée pendant 1 heure et dont l'évolution est représentée en pointillés, et celle de cette thèse austénitisée pendant 30 minutes (symboles pleins).

2.1.2 La matrice martensitique

Comme énoncé précédemment, les paquets n'ont pas fait l'objet d'une caractérisation "fine". Cependant, plus d'une centaine de blocs de martensite ont été observés et mesurés dans le plan TS au MEB-EBSD (cf. Annexe A.1.2 et Annexe B.2.2) et environ une centaine de lattes de martensite sont observées et mesurées dans le plan TS au MET sur lames minces (cf. Annexe A.1.2 et Annexe B.3.2).

Influence de l'étape d'austénitisation

L'augmentation de la température d'austénitisation de 1050°C à 1200°C entraîne la croissance des largeurs de blocs de martensite mais de manière plus modérée que celle des grains d'austénite comme cela est illustré à la figure 2.2. En effet, entre 1050°C et 1200°C, la largeur des blocs de martensite croît seulement d'un facteur 1,4 alors que celle des ex-grains d'austénite d'un facteur 6.

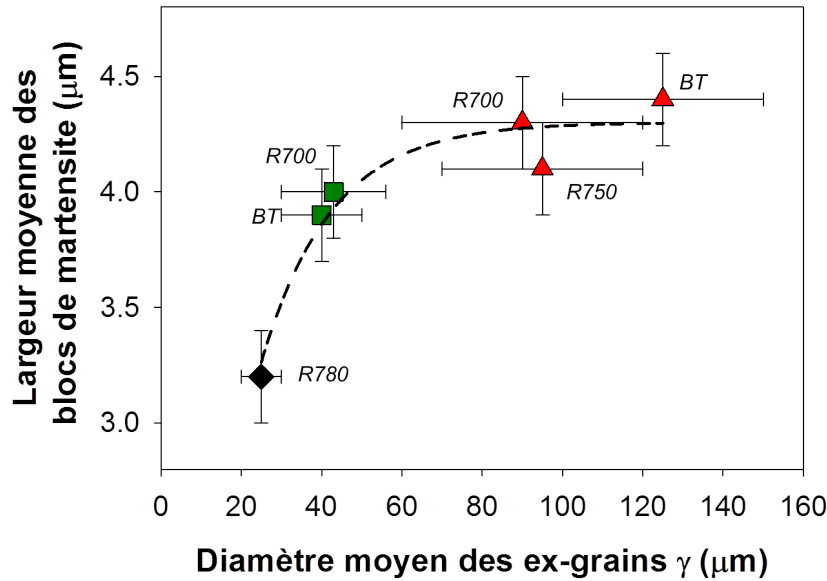


Figure 2.2 – Variation des largeurs de blocs de martensite et de la taille des ex-grains d'austénite en fonction de la température d'austénitisation.

Enfin, d'après les examens au MET, sur lames minces, pour une température d'austénitisation comprise entre 1050°C et 1200°C, la largeur des lattes de martensite semble, quant à elle, être indépendante de la température d'austénitisation, tableau 2.1.

	A1050-BT	A1150-BT	A1200-BT
Largeurs de lattes (nm)	314 ± 170	354 ± 200	396 ± 220

Tableau 2.1 – Largeurs de lattes de martensite pour les états austénitisés - bruts de trempe.

Il semblerait donc que l'influence de la température d'austénitisation diminue en fonction de l'affinement des structures de la microstructure : ex-grains d'austénite, blocs de martensite et lattes de martensite.

Conformément à nos observations, pour un acier Fe-0,2%C-2%Mn et pour une température d'austénitisation comprise entre 650°C et 1200°C (état non revenu), Morito et al. observent, une croissance des ex-grains d'austénite et des largeurs de blocs de martensite avec la température d'austénitisation. Cependant, ils observent une relation de proportionnalité entre ces deux grandeurs [Morito et al., 2006]. D'autre part, Morito et al. mettent également en évidence que la largeur des lattes de martensite est, quant à elle, indépendante de la température d'austénitisation (état non revenu) [Morito et al., 2006].

Influence de l'étape de revenu

L'étape de revenu n'a pas d'influence sur la matrice martensitique et notamment sur la largeur des lattes de martensite, tableau 2.2. Ces résultats sont toutefois différents des observations de Dronhofer et al. qui concluent à un grossissement des lattes de martensite, de 585 nm (absence de revenu) à 726 nm, après revenu à 750°C pendant 1 heure pour un acier à 12%Cr-0,2%C [Dronhofer et al., 2001], [Dronhofer et al., 2003].

Largeurs de lattes (nm)	Température de revenu (°C)			
	BT	700	750	780
A1050	314 ± 170	380 ± 150	331 ± 140	419 ± 190
A1150	354 ± 200	376 ± 210	/	383 ± 140
A1200	396 ± 220	412 ± 220	411 ± 200	382 ± 190

Tableau 2.2 – Largeurs de lattes de martensite pour les états austénitisés - revenus pendant 1 heure.

Les variants de martensite

Dans les aciers, plusieurs relations d'orientations théoriques cristallographiques entre un grain d'austénite et la microstructure martensitique résultant de la transformation austénite → martensite existent. Pour différents aciers à 9%Cr, Barcelo a observé que la relation d'orientation théorique qui décrit le mieux la transformation austénite → martensite est celle de Greninger-Troiano [Barcelo et al., 2010] :

$$\{111\}_{\gamma} \sim 1^{\circ} // \{110\}_{\alpha} \quad et \quad \langle 12, \bar{1}7, 5 \rangle_{\gamma} // \langle 17, \bar{1}7, 7 \rangle_{\alpha} \quad (2.1.1)$$

Pour un grain d'austénite donné, ces variants de martensite peuvent être représentés dans des figures de pôles, figure 2.3.

L'augmentation de la température d'austénitisation ou de revenu n'a pas d'effet sur les variants de martensite. Ils sont tous présents aux positions attendues, conformément aux observations antérieures sur ce type d'acier martensitique [Barcelo et al., 2010].

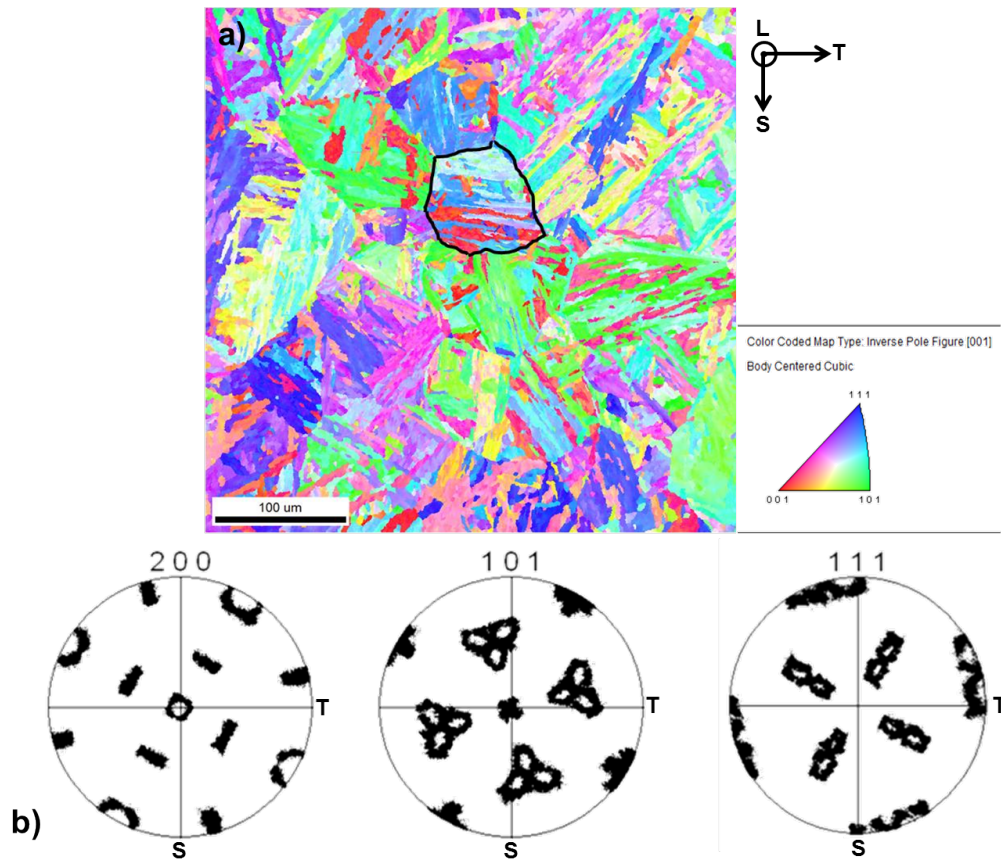


Figure 2.3 – a) Cartographie EBSD et b) figures de pôles $\{200\}$, $\{101\}$, $\{111\}$ à l'intérieur d'un ancien grain austénitique (entouré en noir sur la cartographie EBSD), austénitisé à 1200°C pendant 30 minutes et revenu à 700°C pendant 1 heure.

2.1.3 L'austénite résiduelle

Avant ces travaux de thèse, il était admis que l'acier de Grade 91, à l'état brut de trempe, ne comportait pas d'austénite résiduelle en quantité mesurable. En effet, à l'échelle macroscopique, des essais en dilatométrie montrent que la température de fin de transformation martensitique est proche de $225 \pm 25^\circ\text{C}$, valeur très supérieure à la température ambiante.

Or, des expériences de diffraction des neutrons (cf. Annexe B.7, éprouvettes prélevées dans la direction de laminage) sur les états métallurgiques austénitisés-bruts de trempe et traités thermiquement ont permis de mettre en évidence la présence de cette phase et de la quantifier.

Influence de l'étape d'austénitisation

Il a été observé, pour les états métallurgiques austénitisés - bruts de trempe, qu'augmenter la température d'austénitisation de 1050°C à 1150°C ou 1200°C a pour effet d'augmenter la quantité d'austénite résiduelle d'environ $1 \pm 0,3\%$ à environ $5,5 \pm 0,8\%$, comme le montrent les diffractogrammes des neutrons pour ces différents états métallurgiques, figure 2.4.

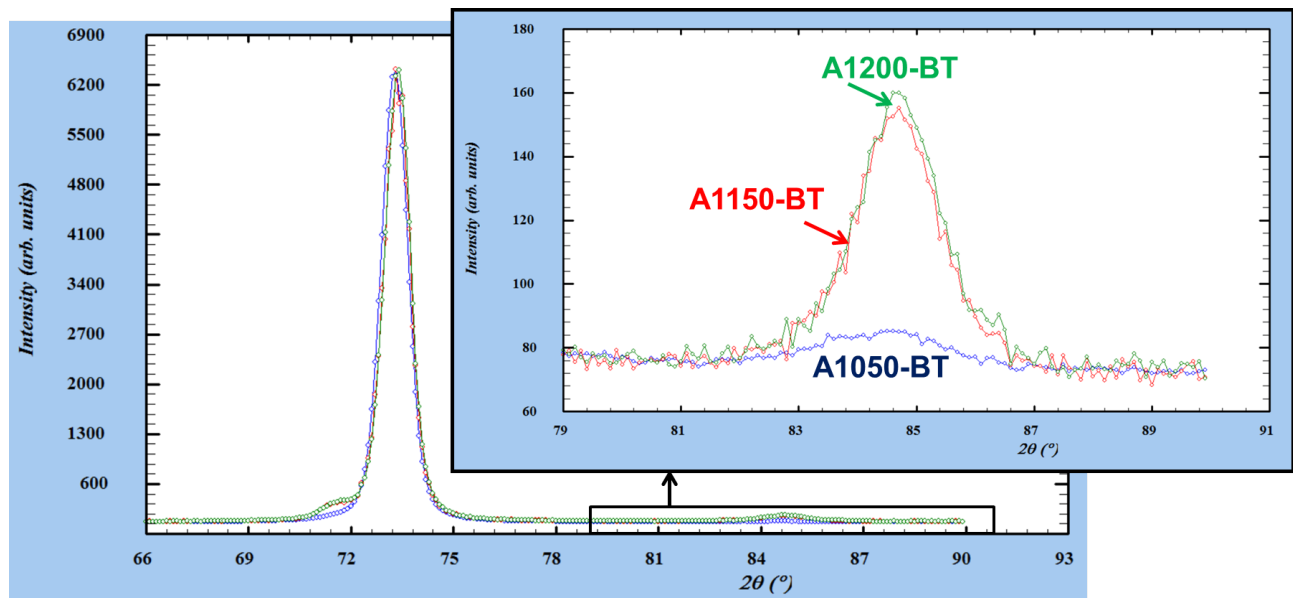


Figure 2.4 – Diffractogrammes des neutrons pour les états A1050-BT (en bleu), A1150-BT (en rouge) et A1200-BT (en vert).

Discussion

Ces résultats sont en accord avec Lai et al. et Rajasekhar et al. qui observent respectivement pour des aciers Fe-1,7%Ni-0,4%C et Fe-17%Cr-2%Ni, une augmentation de la quantité d'austénite résiduelle avec l'augmentation de la température d'austénitisation [Lai et al., 1974]¹, [Rajasekhar et al., 2009]². Dans le cas présent, cette différence de quantité d'austénite résiduelle entre les états austénitisés à 1050°C et 1150°C ou 1200°C pourrait être liée à une meilleure dissolution des précipités, notamment des NbX comme cela sera évoqué dans le paragraphe 2.1.5. En effet, une remise en solution plus importante du carbone et de l'azote à 1150-1200°C aurait tendance à abaisser la température de début de transformation martensitique (M_s), conformément à l'équation d'Andrews (équation 1.1.1 du chapitre 1), ainsi que la température de fin de transformation martensitique (M_f), comme cela est illustré sur la figure 2.5, à partir des données retraitées de Michaut [Michaut, 2013]. Une plus grande quantité d'austénite peut alors être retenue à température ambiante, après austénitisation à 1150-1200°C.

1. Lai et al n'indiquent pas le pourcentage d'austénite résiduelle mais la localise au niveau des joints des lattes de martensite.

2. Rajasekhar et al. trouvent qu'augmenter la température d'austénitisation de 950°C à 1150°C, augmente la quantité d'austénite résiduelle de 8% à 26%, mais ils n'ont pas cherché à la localiser.

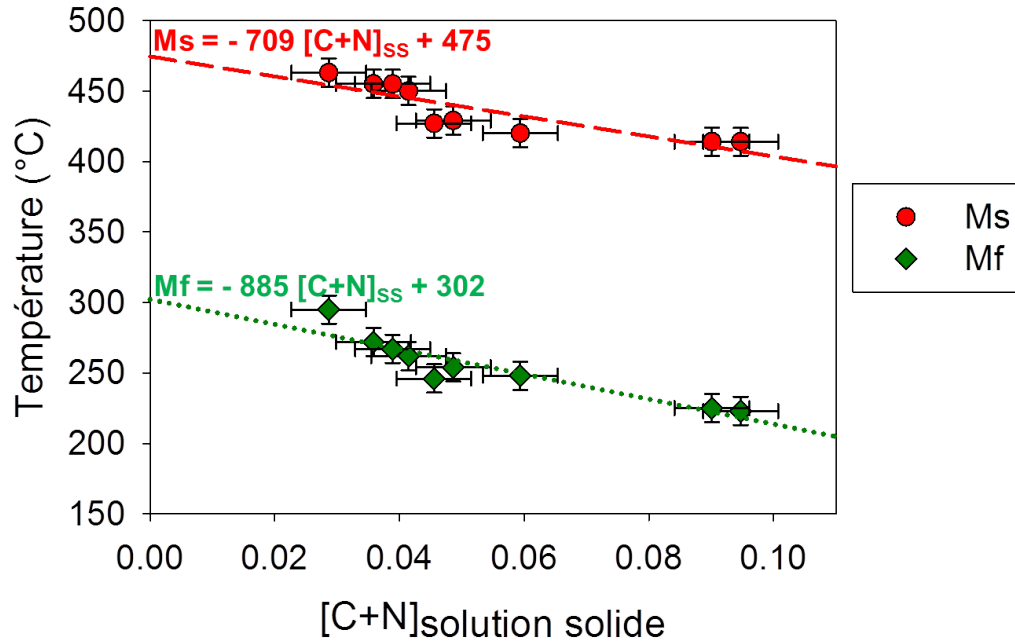


Figure 2.5 – Variation des températures de début (M_s) et de fin (M_f) de transformation austénite $\rightarrow$ martensite en fonction de la remise en solution solide du carbone et de l'azote à partir des données retraitées de Michaut [Michaut, 2013].

Certains auteurs tels que Lee et Lee³, Yang et Bhadeshia⁴ affirment que la température de début de transformation austénite $\rightarrow$ martensite dépend de la taille des ex-grains d'austénite [Lee and Lee, 2005], [Yang and Bhadeshia, 2009]. En effet, le M_s augmenterait avec la température d'austénitisation, et donc, avec la taille des ex-grains d'austénite. La quantité d'austénite résiduelle serait donc diminuée avec l'augmentation de la température d'austénitisation. Ce qui semble contraire aux tendances observées. Cependant, il est à noter que la composition chimique de leur acier comporte peu, voire pas de chrome et plus de nickel. Ce qui laisse penser que leur transformation austénite $\rightarrow$ martensite est différente de celle de l'acier de Grade 91.

Localisation de l'austénite résiduelle

De nombreux auteurs ont observé de l'austénite résiduelle au niveau de certains joints de lattes de martensite [Thomas, 1978]⁵, [Sarikaya et al., 1983]⁶, [Nakagawa and Miyazaki, 1999]⁷, [Larn and Yang, 2000]⁸. Lors des observations au MET sur lames minces, il a été supposé que certaines zones sombres (exemple sur la figure 2.6-a), d'environ 50 à 80 nm d'épaisseur, au niveau des joints de lattes, uniquement présentes dans les états austénitisés - bruts de trempe, étaient de l'austénite résiduelle. Cependant, l'étude de clichés de diffraction de deux zones contiguës, figure 2.6-c et figure 2.6-d : l'une en clair et l'autre sombre dans une image en champ clair (figure 2.6-a), a permis de mettre en évidence qu'il s'agissait de deux structures cubiques centrées d'axe de zone [001] et désorientées entre elles de 15°. Le paramètre de maille a est égal à 2,87 Å. Par conséquent, les zones sombres seraient en réalité des variants de martensite différents. Ceci est à rapprocher d'observations antérieures réalisées par Brachet, qui montrait ce type de structures de lattes de martensite d'orientations alternées (mais dans le cas illustré par Brachet avec un angle de désorientation d'environ 55° autour de l'axe $\langle 110 \rangle_M$ ($\sim \Sigma 3$) [Brachet, 1991].

3. Fe-1,8%Ni-0,8%Cr-0,23%Mo

4. Fe-5%Ni-2,3%Mn-0,13%C

5. Fe-1%Cr-1%Mo-0,3%C

6. Fe-3%Cr-2%Mn-0,5%Mo-0,25%C, Fe-3%Cr-2%Mn-0,3%C et Fe-3%Cr-2%Ni-0,5%Mo-0,25%C

7. Fe-16%Cr-7,3%Ni-1,8%Cu-1,2%Mo-0,08%Nb-0,008%C

8. Fe-5%Ni-2,3%Mn-0,13%C

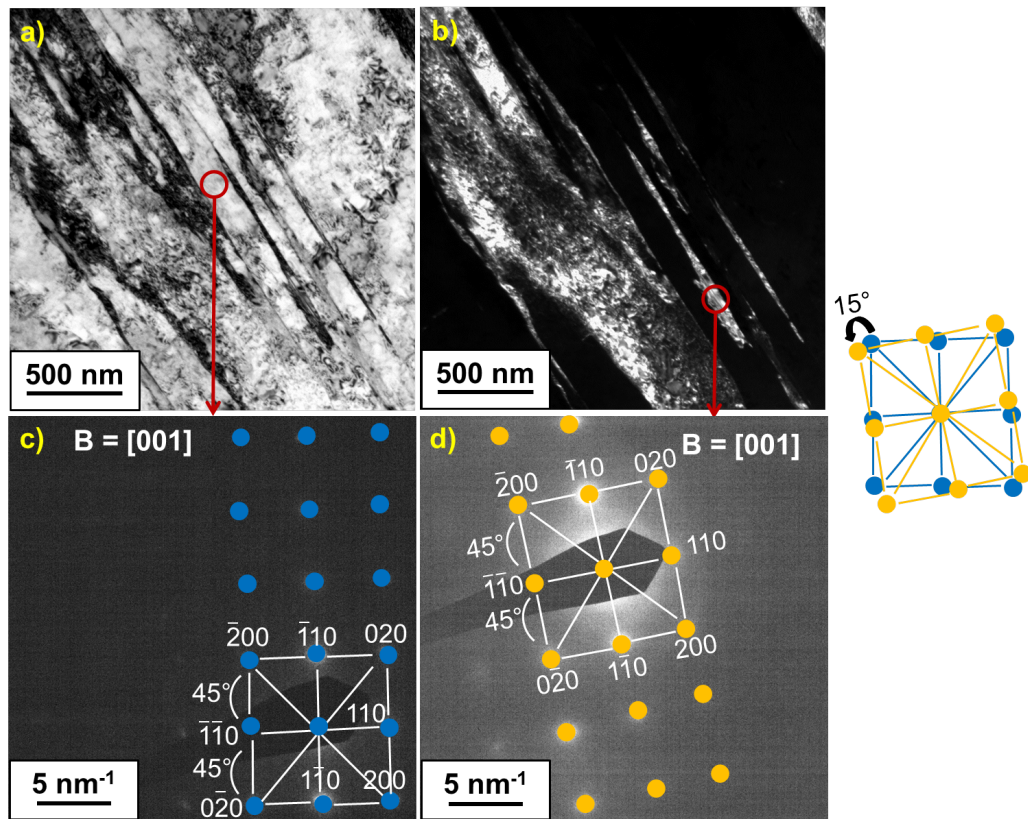


Figure 2.6 – Observations au MET de joints de lattes de l'état austénitisé à 1200°C et brut de trempe : a) en champ clair, b) en champ sombre et c), d) en mode diffraction respectivement d'une zone claire et d'une zone sombre en champ clair.

Dans le cadre de ces travaux, pour des teneurs en austénite résiduelle comprises entre 1 et 6%, il n'a pas été possible de localiser l'austénite résiduelle dans les états bruts de trempe de l'acier de Grade 91, lors des observations au MET sur lame mince.

Ceci permet sans doute d'expliquer que certains auteurs avaient conclu à l'absence d'austénite résiduelle dans cet acier, lors d'études antérieures.

Influence de l'étape de revenu

Grâce à des expériences de diffraction des neutrons *in-situ* en température, l'influence de l'étape de revenu sur l'évolution de l'austénite résiduelle a été étudiée pour un état austénitisé à 1200°C, brut de trempe.

Il est ainsi observé que l'application de températures de revenu inférieures à 600°C pendant 1 heure ne déstabilise pas l'austénite. En revanche, sa quantité est légèrement diminuée d'environ 1% après un revenu de 30 minutes à 600°C et elle disparaît totalement, au bout de 30 à 35 minutes, après un sur-revenu à 650°C, figure 2.7.

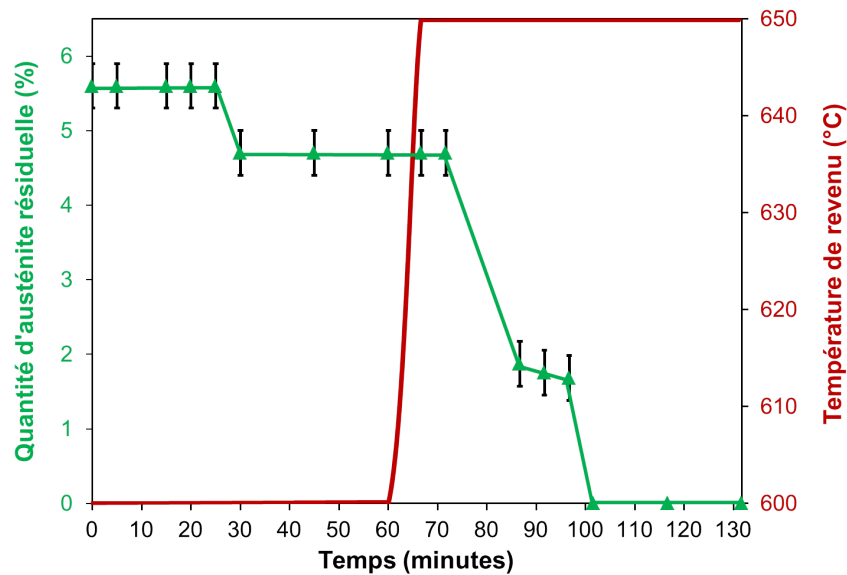


Figure 2.7 – Influence de traitements de revenu successifs à 600°C et 650°C sur la quantité d'austénite résiduelle de l'état austénitisé à 1200°C.

2.1.4 Les dislocations de transformation austénite → martensite

Les propriétés mécaniques dépendent, entre autres, de la densité résiduelle de dislocations. La densité de dislocations a été déterminée à partir de l'élargissement des pics de la structure cubique centrée, obtenus par diffraction des neutrons (cf. Annexe B.7).

Influence de l'étape d'austénitisation

Augmenter la température d'austénitisation de 1050°C à 1150°C ou 1200°C n'a pas d'effet mesurable sur la densité de dislocations des états bruts de trempe. Celle-ci reste voisine de ρ_0 égale à $(3 \pm 0,5) \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$. Cette valeur est près de 10 fois supérieure à la seule donnée de densité de dislocations extraite de la littérature sur un acier de Grade 91, austénitisé à 1100°C pendant 1 heure et refroidi à l'air [Pesicka et al., 2003]. Cette différence apparente pourrait provenir des différences de méthodes expérimentales mises en oeuvre. Pesicka et al. ont déterminé cette densité de dislocations par diffraction des rayons X. Avant d'effectuer de la diffraction des neutrons, il a été tenté de déterminer la densité de dislocations des différents états métallurgiques de cette thèse par diffraction des rayons X. Cependant, la diffraction des rayons X est dépendante de l'état de surface des échantillons analysés et il n'a pas été possible, pour enlever la couche écrouie par le polissage mécanique, d'obtenir une méthode de préparation reproductible.

Influence de l'étape de revenu

L'étape de revenu a une très forte influence sur la densité de dislocations. Seul l'état austénitisé à 1200°C a été étudié *in-situ* en température. Il est observé que pour une température de revenu comprise [Montheillet, 2009] :

- entre 20°C et 600°C : la densité de dislocations diminue faiblement, d'environ 15% et ceci serait dû à l'annihilation des dislocations de signes opposés. Afin de minimiser l'énergie du système, les dislocations ont également tendance à se ré-organiser en réseaux plus stables, notamment en joints ou parois de sous-grains (notamment au bord des lattes), formant des cellules de polygonisation.
- entre 600°C et 700°C : la densité de dislocations diminue fortement. Une chute de 60% est observée. Dans cette gamme de température, l'énergie est plus élevée pour entraîner le mouvement des dislocations et ainsi permettre l'annihilation d'un grand nombre de dislocations soit par "montée" ou par glissement.
- entre 700°C et 800°C : la densité de dislocations rediminue un peu plus faiblement, d'environ 15%. Au dessus de 700°C, les dislocations sont toujours très mobiles mais la probabilité de rencontre avec une autre dislocation est diminuée du fait de la diminution de la densité de dislocations dans l'acier.

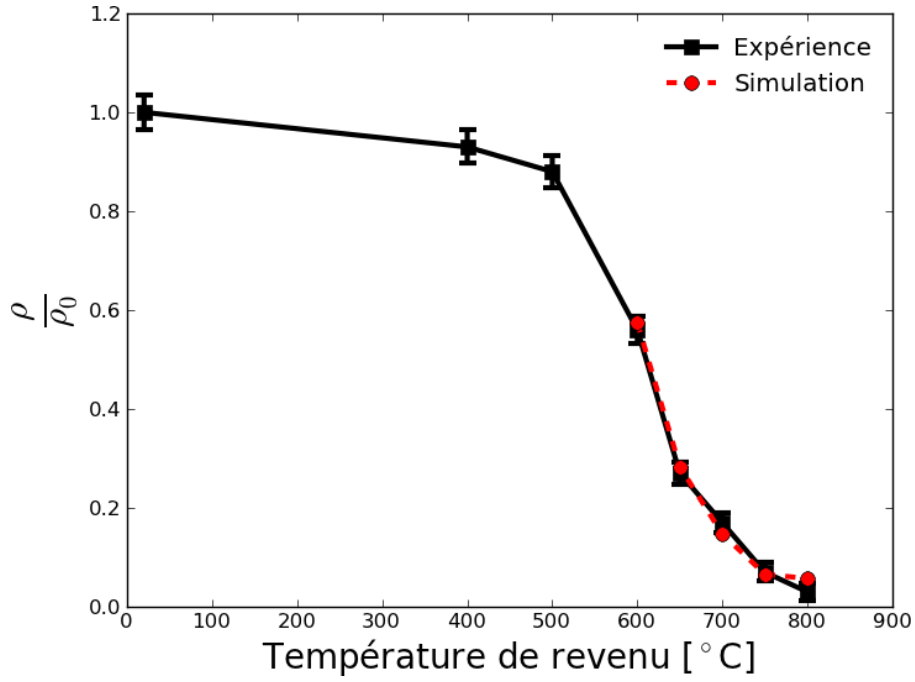


Figure 2.8 – Diminution de la densité relative de dislocations en fonction de la température de revenu (temps de revenu de 1 heure pour les revenus de 400°C à 700°C, puis de 40 minutes pour le revenu à 750°C et de 5 minutes pour le revenu à 800°C) pour l'état austénitisé à 1200°C (ρ_0 étant la densité initiale de dislocations).

D'après Lindgren et al., en couplant les deux modèles de montée des dislocations, respectivement de Sandstrom et Lagneborg et Mecking et Estrin, il est possible de décrire le mécanisme de restauration des dislocations de la manière suivante [Lindgren et al., 2008], [Sandström and Lagneborg, 1975], [Mecking and Estrin, 1980] :

$$\frac{d\rho}{dt} = 2c_\gamma c_{eq} D_0 \exp\left(\left(\frac{-Q}{RT}\right) \frac{G \cdot b^3}{kT} (\rho_i^2 - \rho_\infty^2)\right) \quad (2.1.2)$$

avec :

- $\frac{d\rho}{dt}$, la dérivée de la densité de dislocations par rapport au temps,
- c_γ , un paramètre ajustable du modèle,
- c_{eq} , la fraction à l'équilibre de lacunes dans le matériau (dépendante de la température),
- D_0 , le coefficient d'auto-diffusion,
- Q , l'énergie d'activation pour le mouvement et l'annihilation des dislocations,
- R , la constante des gaz parfaits égale à $8,314 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$,
- k , la constante de Boltzmann égale à $1,38.10^{-23} \text{ m}^2.\text{kg.s}^{-2}.\text{K}^{-1}$,
- T , la température absolue,
- G , le module de cisaillement du matériau (dépendant de la température),
- b , le vecteur de Burgers égal à $2,54.10^{-10} \text{ m}$,
- ρ_∞ , la densité de dislocations asymptotique.

Les différents paramètres du modèle : $c_\gamma \cdot c_{eq} \cdot D_0$, Q et ρ_{eq} ont été identifiés à partir de nos données de diffraction des neutrons sur l'état austénitisé à 1200°C et revenus par paliers de 400°C à 700°C pendant 1 heure, puis à 750°C pendant 40 minutes et à 800°C pendant 5 minutes (cf. Annexe B.7). Comme la restauration a lieu essentiellement entre 600°C et 800°C, seule cette gamme de température a été étudiée. De plus, comme les mécanismes de restauration des dislocations semblent être différents de 600°C à 650°C et de 700°C à 800°C, les données ont été traitées séparément. Les valeurs sont résumées dans le tableau 2.3.

Paramètres	600 à 650°C	700 à 800°C
$c_{\gamma} \cdot c_{eq} \cdot D_0$ ($\text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$)	$7,7 \cdot 10^{-5}$	$7,4 \cdot 10^{-5}$
Q ($\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$)	288	307
ρ_{eq} (m^{-2})	$8,0 \cdot 10^{14}$	$1,3 \cdot 10^{14}$

Tableau 2.3 – Identification des paramètres du modèle de restauration des dislocations d'après nos données de diffraction des neutrons "in-situ" sur l'état austénitisé à 1200°C et revenus par palier de 400°C à 700°C pendant 1 heure, puis à 750°C pendant 40 minutes et à 800°C pendant 5 minutes.

Ces paramètres identifiés laissent supposer que le mouvement et l'annihilation des dislocations serait conduite par la diffusion des éléments substitutionnels (Fe, Cr, Mo) dans le fer. En effet, si l'énergie d'activation et le coefficient de diffusion des dislocations identifiés à partir de nos données de diffraction des neutrons sont comparés à ceux du fer du chrome, du molybdène, du carbone et de l'azote, la différence d'énergie d'activation est moindre avec le fer, le chrome et le molybdène que le carbone et l'azote, tableau 2.4.

Éléments chimiques	D_0 ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)	Q ($\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$)	Domaine de Température (°C)
Fe (α)	$1,18 - 1,21 \cdot 10^{-2}$	281,5 - 281,6	775 - 896
Cr (9,13% atomique)	$9,27 \cdot 10^{-4}$	230,7	275 - 726
	$4,2 \cdot 10^{-5}$	219,4	777 - 825
Mo (1,06% atomique)	$2,36 \cdot 10^{-3}$	257,1	680 - 900
C (Fe, Cr)	$2,0 \cdot 10^{-7} - 4,5 \cdot 10^{-6}$	100,5 - 111,0	1400 - 1600
N	$7,8 \cdot 10^{-7}$	79,1	

Tableau 2.4 – Énergie d'activation et coefficient de diffusion du fer, du chrome, du molybdène, du carbone et de l'azote dans de la ferrite (α) [Gale and Totemeier, 1949]

La prédiction du modèle (traits en pointillés) est comparée aux données expérimentales (symboles) sur la figure 2.9. Le modèle représente les données expérimentales de manière satisfaisante. En effet, l'écart maximal entre le modèle et l'expérience est observé pour une température de revenu de 700°C et il est égal à 5%. Il faut toutefois pondérer ce résultat par le fait que deux jeux de coefficients ajustables ont été utilisés, respectivement entre 600 et 650°C d'une part et 700 et 800°C d'autre part. Le modèle n'est donc pas "continu" dans toute la gamme de températures de revenu explorée, probablement en raison du mécanisme d'annihilation des dislocations différents ou de cinétiques de précipitation différentes (germination ou coalescence).

Pour chaque température comprise entre 600°C et 800°C, la diminution de la densité de dislocations s'effectue au cours des 15 premières minutes (900 secondes) et sature après ce temps.

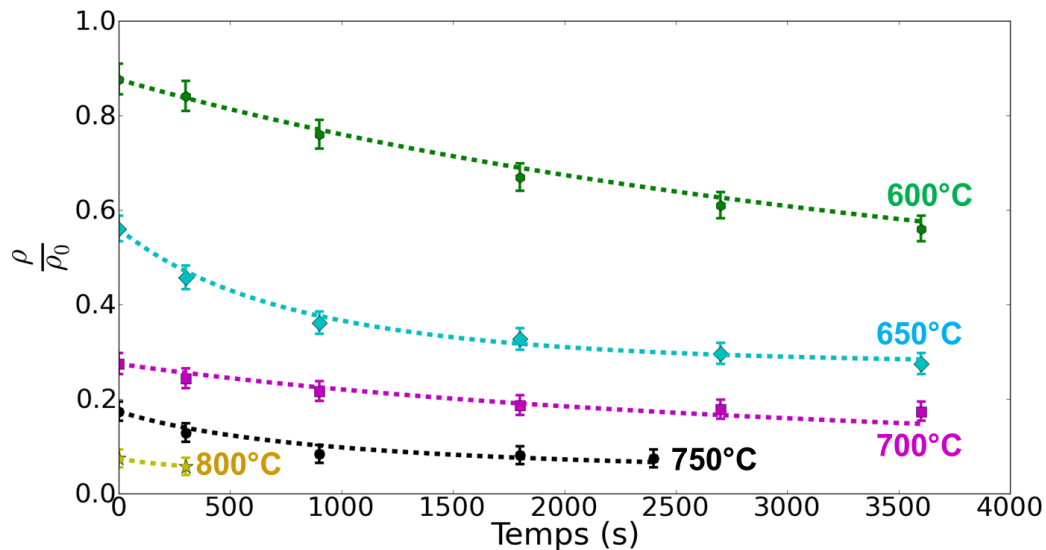


Figure 2.9 – Diminution de la densité de dislocations en fonction du temps de revenu pour des paliers isothermes de 400°C à 700°C de 3600 secondes, à 750°C de 2400 secondes et à 800°C de 300 secondes. Le temps est noté en fonction du début de chaque palier. Comparaison entre les valeurs expérimentales obtenues par diffraction des neutrons in-situ (symboles) et calculées (traits discontinus). ρ_0 est la densité de dislocations initiale de l'état métallurgique à l'état brut de trempe. Dans ce cas présent, ρ_0 est égal à $2,9 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$.

2.1.5 Les précipités

En dehors des paramètres morphologiques (taille des grains) et des densités résiduelles des dislocations, les propriétés mécaniques sont dépendantes de l'état de précipitation. Les précipités ont donc été caractérisés de manière systématique à partir de différentes méthodes expérimentales :

- par MET avec des analyses chimiques locales (en mode STEM-EDX) sur répliques extractives au carbone,
- par analyse de la structure cristallographique par diffraction des rayons X sur un résidu de précipités obtenu par dissolution sélective (cf. Annexes A.1.5 et B.4),
- par diffusion des neutrons aux petits angles (DNPA) (cf. Annexes A.1.5 et B.6).

La taille des précipités a été mesurée au MET sur des images en champ clair des répliques extractives et par diffusion des neutrons aux petits angles.

La fraction volumique des précipités $M_{23}C_6$ a été déterminée par diffraction des neutrons ainsi que par analyse de la diffraction des rayons X sur un résidu de précipités obtenu par dissolution sélective, tandis que celle des précipités intragranulaires l'a été à partir des répliques extractives.

D'autre part, il a été tenté de suivre la quantité de carbone et d'azote résiduelle en solution solide (et donc précipitée par différence) par mesures du Pouvoir ThermoElectrique (PTE).

Influence de l'étape d'austénitisation

L'étape d'austénitisation va entraîner la remise en solution solide de la majorité des précipités présents à l'état "à réception". Pour une température d'austénitisation comprise entre 1050°C et 1200°C, la totalité des précipités $M_{23}C_6$ et la majeure partie des (V,Nb)X (secondaires) sont dissous mais il subsiste quelques MX (primaires) avec $M=(90\%Nb,V,Cr)$, nommés par simplification NbX. Contrairement à Yoshino et al. qui observent un enrichissement en niobium de 80% à 95% avec l'augmentation de la température d'austénitisation de 1050°C à 1200°C, il n'a pas été observé d'évolution de composition chimique de ces précipités dans cette gamme de température. D'après les résultats de diffraction des rayons X sur un résidu obtenu par dissolution sélective, la fraction volumique des NbX semble ne pas varier significativement avec l'augmentation de la température d'austénitisation. Cette fraction serait proche de 0,1% pour les différentes températures d'austénitisation, mais il est possible que cette technique ne permette pas de détecter les faibles variations de fraction volumique de NbX. Cependant, d'après les observations au MET sur répliques extractives au carbone, figure 2.10, il semblerait que la densité en nombre diminue avec l'augmentation de la température d'austénitisation de 1050°C à 1150°C ou 1200°C. De plus, comme le montre la figure 2.11, la taille des précipités NbX croît approximativement linéairement avec la température d'austénitisation, bien que le coefficient de corrélation de la droite ne soit pas très satisfaisant ($R=0,4$), du fait d'un écart-type important sur le diamètre moyen de ces précipités de l'état austénitisé à 1150°C. Ce résultat est quasiment en adéquation avec celui de Yoshino et al. qui ob-

serve, cependant, une augmentation exponentielle de la taille des précipités NbX en fonction de la température d'austénitisation [Yoshino et al., 2008].

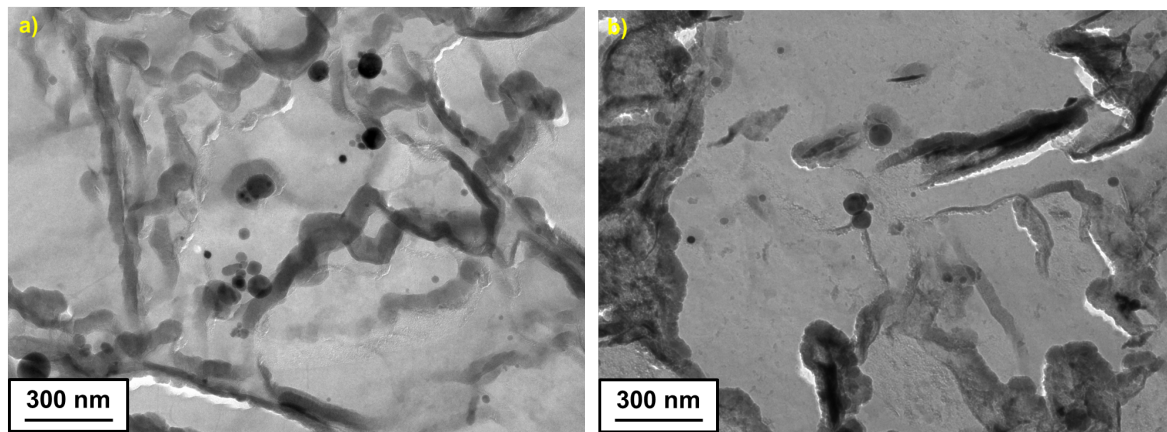


Figure 2.10 – Observations au MET en champ clair des états a) austénitisé à 1050°C et brut de trempe et b) austénitisé à 1200°C et brut de trempe (répliques extractives au carbone).

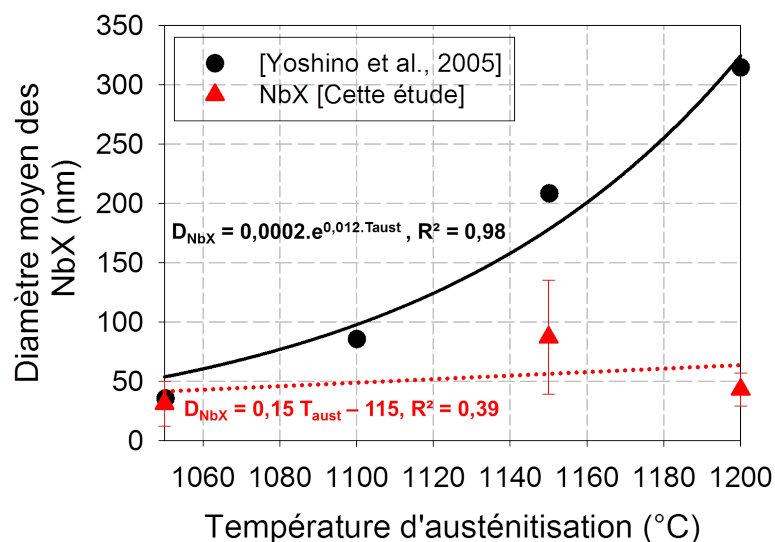


Figure 2.11 – Taille des précipités MX en fonction de la température d'austénitisation.

Les observations au MET sur répliques extractives au carbone, d'une densité en nombre de NbX plus importante pour l'état austénitisé à 1050°C permettrait de valider les hypothèses concernant la croissance des ex-grains d'austénite ainsi que les différences de température M_s et de quantité d'austénite résiduelle avec l'augmentation de la température d'austénitisation.

D'autre part, dans tous les états austénitisés - bruts de trempe, des précipités M_3C avec $M=(75\%Fe, 25\%Cr)$ sont observés. Ils se forment au cours du refroidissement, lorsque les premiers variants de martensite se forment. Comme l'observent Yoshino et al., pour une nuance de Grade 91 (0,09%massique de carbone) le diamètre moyen des précipités M_3C augmente avec la température d'austénitisation, figure 2.12 [Yoshino et al., 2008]. Cela pourrait être dû à la plus grande dissolution de précipités NbX, et par conséquent, à une plus grande quantité de carbone disponible en solution solide lorsque la température d'austénitisation augmente. Il semblerait que cette variation de diamètre de M_3C (coefficient de pente de 0,14) soit quasiment identique à celle du diamètre des NbX (coefficient de pente de 0,15) mais est deux fois plus rapide que celle de Yoshino et al. concernant les M_3C (coefficient de pente de 0,073) [Yoshino et al., 2008]. Enfin, la fine taille de précipités M_3C de l'état austénitisé à 1050°C (~ 15 nm) leur permet d'être également détectés par DNPA. D'après la DNPA, leur fraction volumique serait d'environ 0,5%.

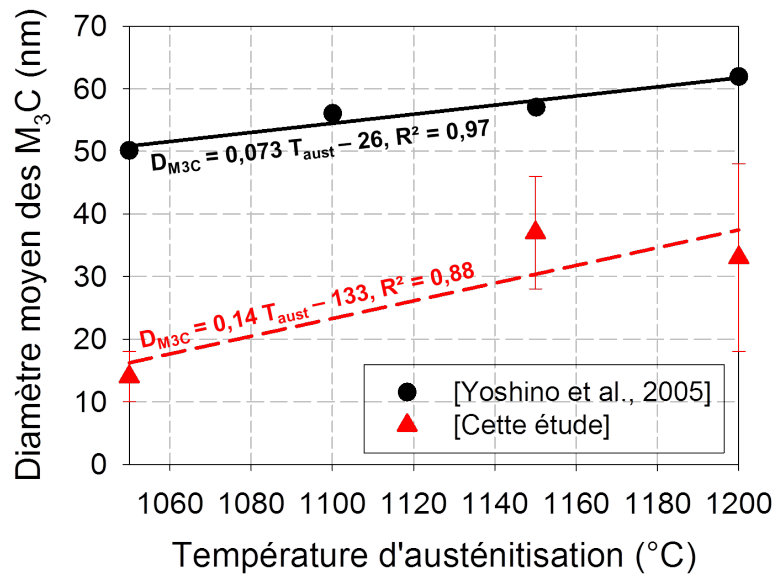


Figure 2.12 – Taille des précipités M_3C en fonction de la température d'austénitisation [Yoshino et al., 2008].

Influence de l'étape de revenu

L'application d'une étape de revenu va entraîner la précipitation des carbures alliés. Ce phénomène peut être suivi par mesure du pouvoir thermoélectrique (PTE) qui est particulièrement sensible à la quantité de carbone et d'azote en solution solide.

Pour les trois états austénitisés - bruts de trempe, on observe sur la figure 2.13) :

- entre la température ambiante et 400°C

Le PTE ne varie quasiment pas, rendant compte d'une précipitation inexistante ou en faibles quantités de carbone et d'azote.

- entre 400°C et 650°C

Une augmentation importante du PTE signe d'une précipitation intense de carbone et d'azote. L'essentiel de la précipitation a lieu dans cette gamme de température.

- entre 650°C et 800°C

Le PTE ne varie plus. Augmenter la température de revenu au-dessus de 650°C n'entraînerait donc pas de précipitation supplémentaire de carbone et d'azote. Cependant, des changements de nature chimique, de taille ou des fractions volumiques des différents types de précipités sont possibles.

La différence de PTE entre l'état austénitisé à 1050°C et les états austénitisés à 1150°C et 1200°C - bruts de trempe serait soit due à la différence de quantité d'austénite résiduelle, comme cela a été évoqué au paragraphe 2.1.3, soit du carbone et de l'azote remis en solution solide (notamment de NbX et de M_3C), comme cela a été évoqué au paragraphe 2.1.5. Comme la densité de dislocations ne varie pas entre les états austénitisés à 1050°C et 1150°C ou 1200°C, il est considéré que les dislocations n'ont pas d'effet sur le PTE⁹.

9. Bien que Borrelly observe une augmentation du PTE en fonction de la densité de dislocations pour les aciers inoxydables Fe-16 à 18%Cr-6,5 à 8,5%Ni-0,08 à 0,15%C-0 à 1%Si-0 à 2%Mn-0,04%P-0,03%S, acier 304L, acier 316L et une diminution du PTE en fonction de la densité de dislocations pour un acier inoxydable Fe-24 à 26%Cr-19 à 21%Ni-0,15%C-1,5 à 2,5%Si-2%Mn-0,04%P-0,015%S [Borrelly, 1979].

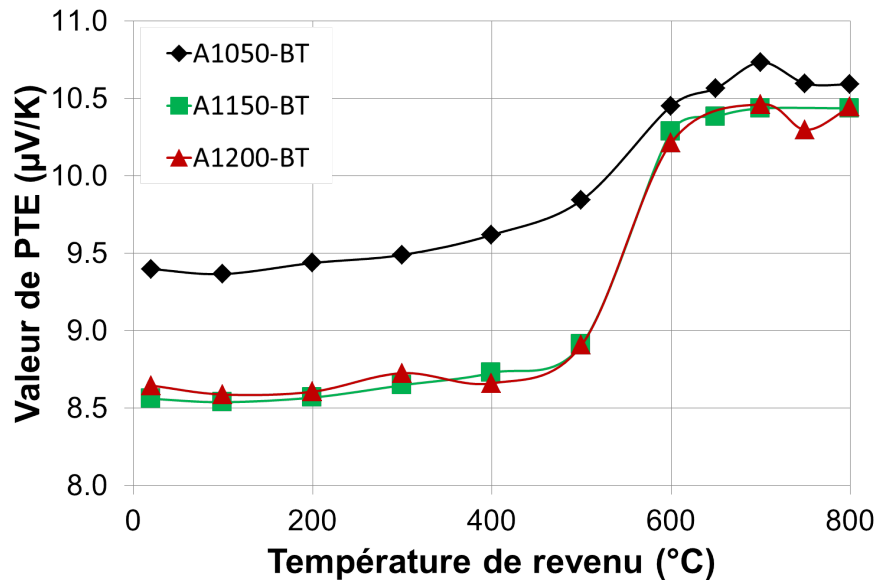


Figure 2.13 – Influence de la température de revenu sur la valeur du PTE.
Ecart-type maximum de $\pm 0,04 \mu\text{V.K}^{-1}$.

Les précipités des états revenus à 700°C, 750°C et 780°C ont été caractérisés.

Précipités intergranulaires

Pour tous les états métallurgiques étudiés, des précipités M_{23}C_6 , avec $\text{M}=(60\%\text{Cr}, 30\%\text{Fe}, 10\%\text{Mo})$ ont été observés. Cette composition chimique est conforme avec celle obtenue par simulation avec le logiciel MatCalc. La composition chimique de ces précipités ne varie pas significativement en fonction de la température d'austénitisation ou de revenu. Leur diamètre moyen est compris entre 50 et 200 nm. Comme le montre la figure 2.14-a, l'étape d'austénitisation ne semble pas avoir d'influence significative sur la taille de ces précipités. En revanche, pour les températures d'austénitisation de 1050°C et 1200°C, figures 2.14-b et 2.14-d, augmenter la température de revenu à 780°C semble entraîner la croissance des précipités M_{23}C_6 . Concernant l'état austénitisé à 1150°C, figures 2.14-c, cette tendance n'est pas observée et ceci pourrait être dû à la mauvaise qualité de la réplique de l'état revenu à 700°C (cf. Annexes A.1.5 et B.3.2).

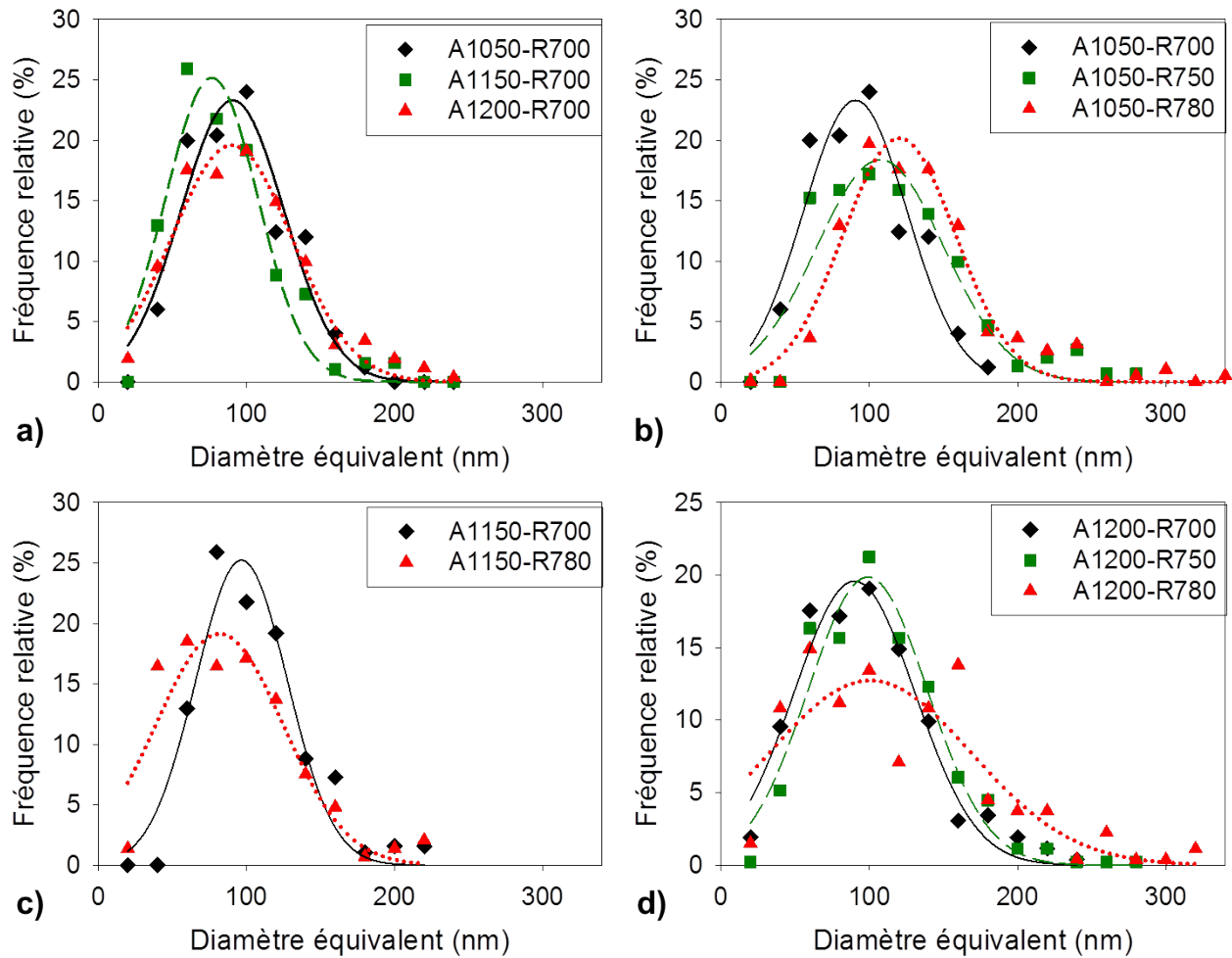


Figure 2.14 – Influence a) de la température d'austénitisation pour les états revenus à 700°C et de revenu pour les états austénitisés respectivement b) à 1050°C, c) à 1150°C et d) à 1200°C sur la taille des précipités $M_{23}C_6$ observés sur répliques extractives au carbone. La distribution des précipités $M_{23}C_6$ est supposée de type Gaussien.

Concernant la fraction volumique des précipités $M_{23}C_6$, déterminée à partir de la diffraction des neutrons et par diffraction des rayons X sur un résidu obtenu par dissolution sélective, du fait des écarts-types importants sur les mesures, il ne semble pas y avoir de différences significatives entre les différents états métallurgiques. Elle est comprise entre 1,3% et 2,0%, tableau 2.5.

Etats métallurgiques	Diffraction des neutrons (%)	Diffraction des rayons X (%)
A1050-R780	1,3 ± 0,7	1,5 ± 0,1
A1150-R700	1,5 ± 0,8	1,6 ± 0,1
A1200-R700	1,8 ± 0,6	1,7 ± 0,1
A1200-R750	2,0 ± 0,8	1,6 ± 0,1

Tableau 2.5 – Fraction volumique des précipités $M_{23}C_6$ déterminée par diffraction des neutrons sur une éprouvette massive et par diffraction des rayons X sur un résidu obtenu par dissolution sélective.

Précipités intragranulaires

Les précipités intragranulaires ont été étudiés par DNPA et sur répliques extractives au MET. Pour traiter les données de DNPA, la taille des précipités est supposée répartie selon deux gaussiennes de sphères : une première dont le diamètre moyen est inférieur à 5 nm (classe I) et une seconde dont le diamètre moyen est compris entre 5 et 15 nm (classe II). D'autre part, à partir des observations MET, il a également été possible de déterminer une distribution en taille de précipités, supérieure à 10 nm (classe III), portant à trois le nombre de classes de précipités intragranulaires, figure 2.15.

Il existe un recouvrement entre la classe II de précipités intragranulaires obtenue en DNPA et la classe III, obtenue au MET.

Dans la suite de ce paragraphe, ces trois classes vont toujours être traitées séparément.

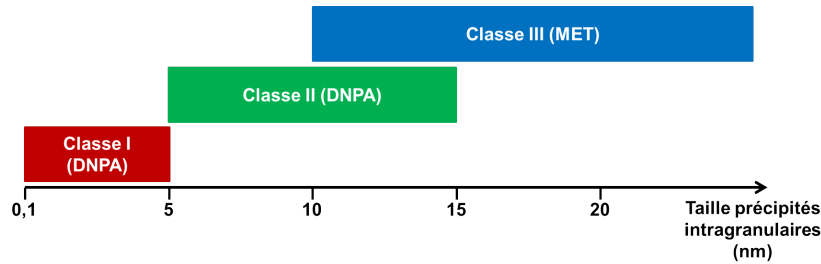


Figure 2.15 – Les trois classes de précipités et les méthodes expérimentales associées.

Nature chimique

D'après des analyses (EDS) au MET effectuées sur répliques extractives au carbone, la nature chimique des précipités intragranulaires dépend des températures d'austénitisation et de revenu.

Comme l'illustre la figure 2.16, augmenter la température de revenu de 700°C à 780°C entraîne la transformation des précipités métastables M_2X avec $M=(80\%Cr, 10\%V, 5\%Fe, 5\%(Nb,Mo))$ en MX (majoritairement des $(V,Nb)X$ avec $X=(C,N)$). La cinétique de transformation est plus rapide pour l'état austénitisé à 1050°C que pour ceux austénitisés à 1150°C et 1200°C. En effet, pour l'état austénitisé à 1050°C, et revenu à 780°C, on observe uniquement des précipités MX alors qu'il subsiste encore des précipités de composition apparente entre les M_2X et les MX, pour cette même température de revenu pour les états austénitisés à 1150°C et 1200°C.

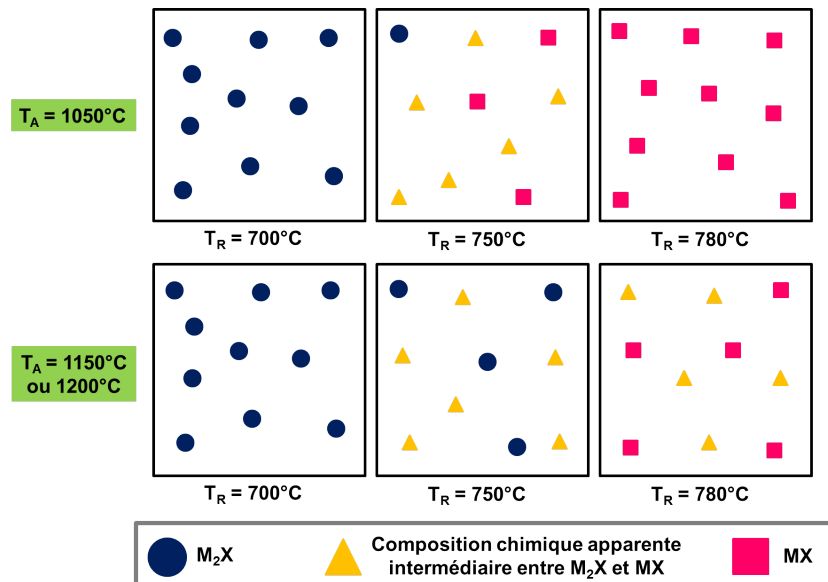


Figure 2.16 – Évolution schématique de la nature chimique des précipités intragranulaires en fonction de la température d'austénitisation et de revenu. Les tailles, les formes ainsi que les fractions volumiques des précipités intragranulaires ne sont pas respectées.

Sur le schéma de la figure 2.16, les tailles, les formes ainsi que les fractions volumiques des précipités intragranulaires ne sont pas respectées. Seules les proportions des différents types : M_2X , MX et précipités de composition chimique apparente intermédiaire le sont.

En DNPA, il est possible d'obtenir des informations sur la composition chimique des particules analysées à l'aide du rapport entre le contraste magnétique et le contraste nucléaire, noté A (cf. Annexe B.6). Les rapports A "théoriques" des différents précipités intragranulaires susceptibles d'être présents sont notés dans le tableau 2.6. Pour certains précipités, un intervalle de valeurs est indiqué car plusieurs paramètres de maille, soit trouvés dans la littérature (pour les $M_{23}C_6$), soit mesurés expérimentalement (pour les M_2X , cf. paragraphe 2.1.5) ont été testés. De plus, d'après Mathon et al., le rapport A des M_2C , dans les aciers à 7-12%Cr, décroît de 6,6 à 2,4 lorsque la teneur en chrome augmente [Mathon et al., 2000].

Précipités	$(Cr_{0,8}Fe_{0,2})_2N$	VC	$M_{23}C_6$	$V(C,N)$	$(Nb,V)C$
$A_{théorique}$	1,1 à 1,2	2,3	2,7 à 2,9	3,1	3,6
Précipités	VN	$(Cr_{0,8}Fe_{0,2})_2C$	$(V_{0,8}Nb_{0,2})N$	$(Cr_{0,8}Fe_{0,2})_2(C,N)$	NbC
$A_{théorique}$	4,7	4,9 à 6,8	9,8	7 à 12	12,8

Tableau 2.6 – Valeurs théoriques calculées du rapport A, classées par ordre croissant, des différents précipités intragranulaires susceptibles d'être présents (pour les M_2X , la stoechiométrie a été déduite des résultats de microanalyse au MET).

D'après la figure 2.17, les rapports A des classes I (précipités où $D < 5nm$) et II (précipités où $5 < D < 15nm$) sont différents, peu dépendants de la température d'austénitisation et de revenu. Dans le cas des précipités de classe I, le rapport A obtenu expérimentalement est compris entre 2,0 et 2,4. D'après les valeurs théoriques du rapport A, ces précipités peuvent autant être assimilés à des VC ou des Cr_2N . Dans le cas des précipités de classe II, le rapport A obtenu expérimentalement est compris entre 3,2 et 3,6. D'après les valeurs théoriques du rapport A, ces précipités peuvent autant être assimilés à des $V(C,N)$, $(Nb,V)C$, VN ou des Cr_2C .

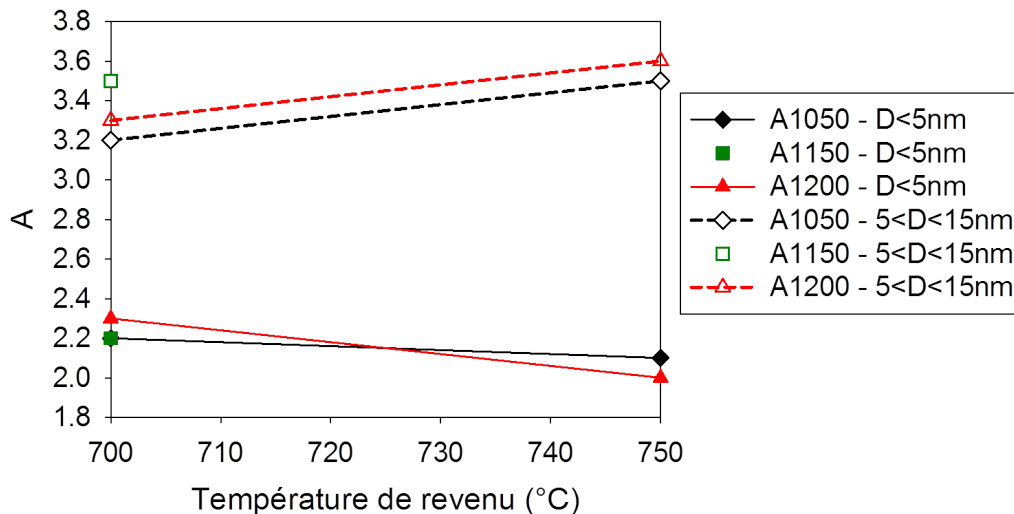


Figure 2.17 – Évolution du rapport A, obtenu en DNPA en fonction de la température de revenu.

Diamètre moyen et fraction volumique

D'après les figures 2.18-a, 2.18-c, 2.18-e, augmenter la température d'austénitisation de 1050°C à 1200°C n'a pas d'effet significatif sur la taille des précipités intragranulaires. Cependant, d'après les figures 2.18-b, 2.18-d, 2.18-f, la fraction volumique est fortement augmentée. Ceci pourrait être pour partie à la plus grande remise en solution solide du carbone et de l'azote lors de l'austénitisation à plus haute température (1200°C) et ainsi, lors du revenu, à une précipitation intragranulaire plus importante du fait de la plus grande réserve d'atomes interstitiels (C,N) en solution solide.

Augmenter la température de revenu de 700°C à 780°C entraîne une diminution de la fraction volumique des précipités intragranulaires (cf. figure 2.18). C'est la tendance inverse qui est observée pour les états austénitisés à 1150°C sur les répliques extractives au carbone et pourrait être dû à la qualité de la réplique.

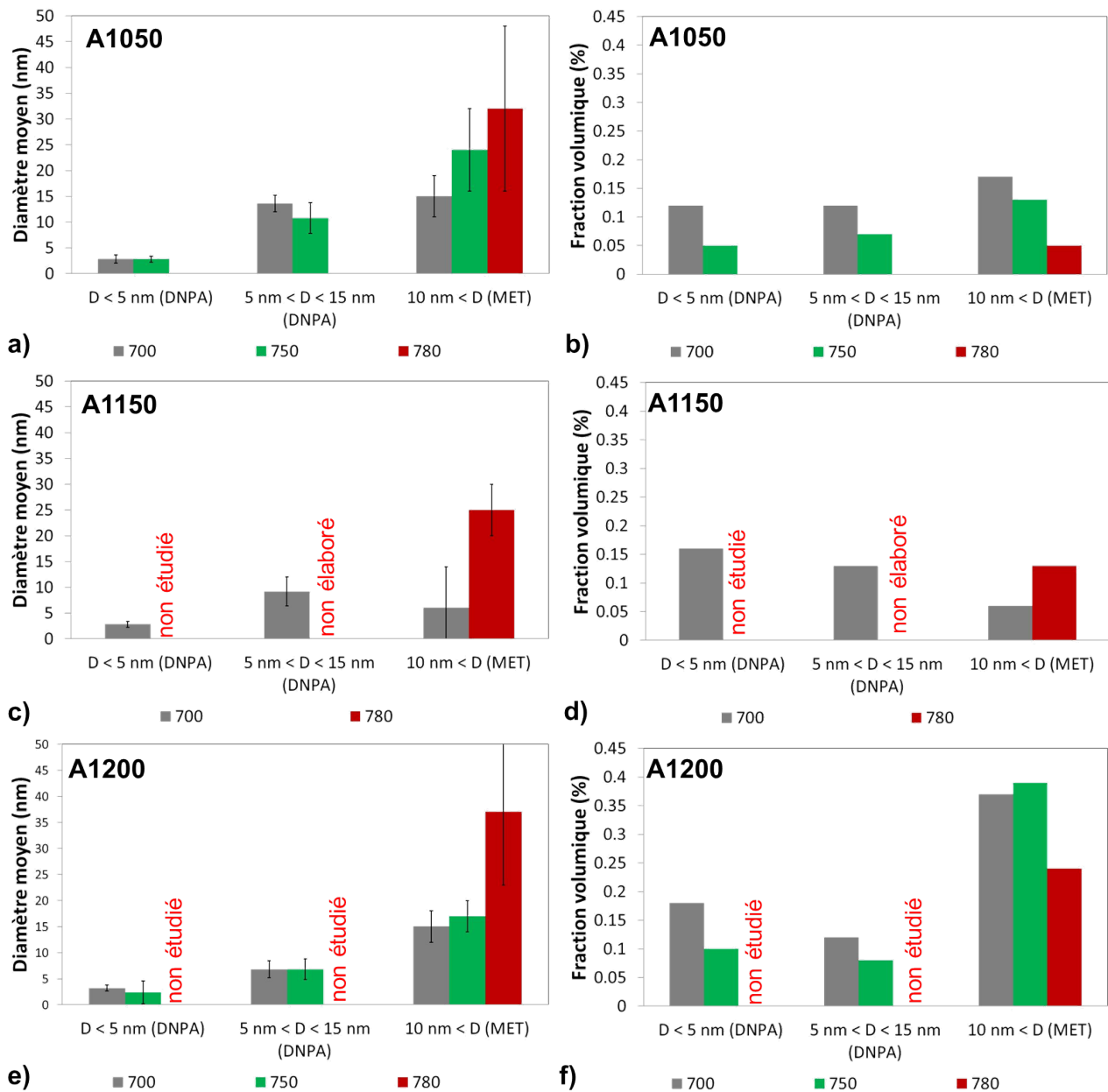


Figure 2.18 – Influence de la température d'austénitisation et de revenu sur la taille des précipités intragranulaires.

On attendait plutôt, lors d'une augmentation de la température de revenu, une diminution de la fraction volumique des classes I (précipités où $D < 5\text{nm}$) voire II (précipités où $5 < D < 15\text{nm}$) et une augmentation de la fraction volumique de la classe III (précipités où $D > 10\text{nm}$) puisque la germination est atténuée au profit de la croissance et de la coalescence des précipités.

Le résultat opposé observé sur la classe III pourrait être dû à une mauvaise différenciation des "gros" précipités intragranulaires et des "petits" précipités M_{23}C_6 sur répliques extractives au carbone. Comme le montre la figure 2.19, entre environ 50 et 100 nm, il existe un recouvrement des distributions des deux types de précipités. Près de la moitié des précipités identifiés comme étant des M_{23}C_6 présentent le même ordre de grandeur de taille que les précipités intragranulaires de type III. Ainsi, pour un précipité de diamètre compris entre environ 50 et 100 nm, il est donc difficile, sans analyse chimique ou cristallographique, d'identifier avec certitude le type de précipité. Ceci conduit à minimiser le diamètre moyen et la fraction volumique des précipités de classe III.

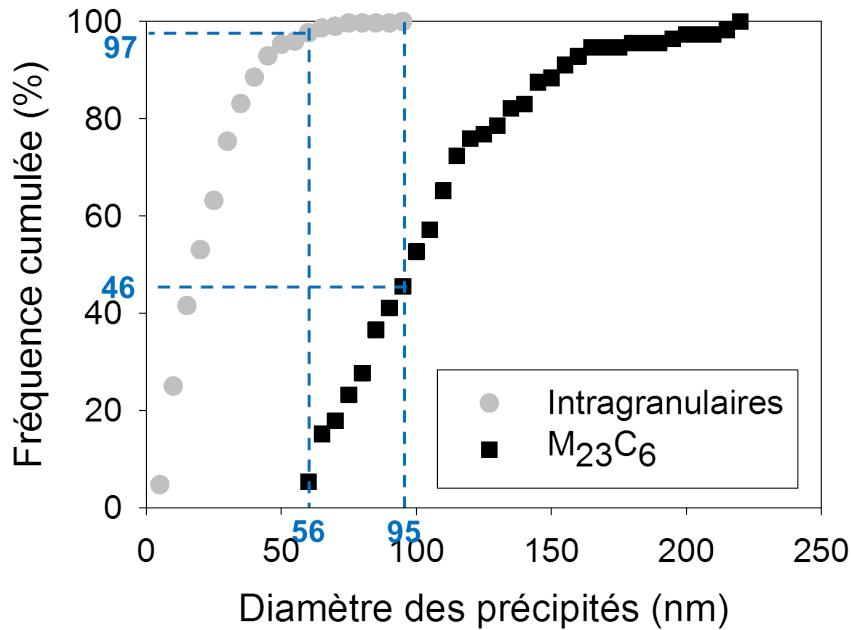


Figure 2.19 – Fréquence cumulée en fonction des diamètres des précipités intragranulaires et des $M_{23}C_6$ de l'état austénitisé à 1150°C et revenu à 780°C.

Enfin, il est important de noter que même pour une température de revenu de 780°C, la fraction volumique des précipités intragranulaires des états austénitisés à 1200°C reste supérieure à celle des états austénitisés à 1050°C.

Caractérisation des précipités métastables M_2X

Les précipités métastables M_2X , identifiés, dans un premier temps, à partir de la composition chimique ont été plus finement caractérisés car :

- ces précipités ne sont pas usuellement observés dans l'acier de Grade 91.

Brachet a observé que lorsque que du vanadium et, dans une moindre mesure, du niobium est ajouté à un acier 9Cr-1Mo(N), les précipités M_2X sont déstabilisés au profit des MX [Brachet, 1991]. Cependant, quelques auteurs observent des précipités M_2X en faible quantité dans l'acier de Grade 91 [Jakobova et al., 1999]¹⁰, [Kaneko et al., 2004]¹¹, [Chilukuru et al., 2009]¹², [Kabadwal et al., 2010]¹³.

- leurs paramètres de maille peuvent être différents au sein d'un même acier (cf. tableau 2.7) [Shen et al., 2008]¹⁴

Pour identifier la structure cristallographique, les paramètres de maille et le nombre d'atomes de chrome des précipités M_2X , du MET à haute résolution ainsi que de la spectroscopie de perte d'énergie des électrons (EELS) ont été utilisées sur trois précipités (numéroté de 1 à 3) pour l'état métallurgique austénitisé à 1200°C, laminé à 500°C de 25% et revenu à 700°C. Cet état métallurgique a été choisi car il comportait, sur répliques extractives au carbone, des précipités intragranulaires, uniquement de composition chimique apparente de type M_2X . La figure 2.20 montre la structure cristallographique hexagonale compacte des trois précipités. Les données sont résumées et comparées aux données de la littérature dans le tableau 2.7 [Shen et al., 2008]. Les précipités M_2X étudiés présentent de plus faibles variations du paramètre de maille a par rapport aux données de Shen et al. D'autre part, plus le diamètre équivalent d'un précipité M_2X est important, plus le nombre d'atomes de chrome est élevé et les paramètres de maille a et c sont faibles. Ceci laisse bien penser que les précipités M_2X sont métastables et que leur chimie varie en fonction de leur taille.

10. Austénitisé à 1050°C pendant 1 heure et revenu en-dessous de 700°C pendant 1 heure.

11. Austénitisé à 1200°C et revenu à 750°C pendant 15 minutes.

12. Austénitisé à 1050°C pendant 7 heures et doublement revenu à 570°C pendant 10 heures et 15 minutes puis à 690°C pendant 10 heures.

13. Austénitisé à 1035°C pendant 30 minutes et revenu à 500°C, 740°C et 800°C pendant 2 heures.

14. Fe-9,88%Cr-0,003%C-1,20%Mo-0,20%V-0,20%Nb-0,43%Mn-0,37%Ni-0,10%Si-0,084%N et Fe-9,88%Cr-0,003%C-0,51%Mo-2,09%W-0,20%V-0,20%Nb-0,43%Mn-0,37%Ni-0,10%Si-0,084%N, austénitisés à 1050°C pendant 1 heure et revenus à 600, 650, 700, 750 ou 780°C pendant 2 heures.

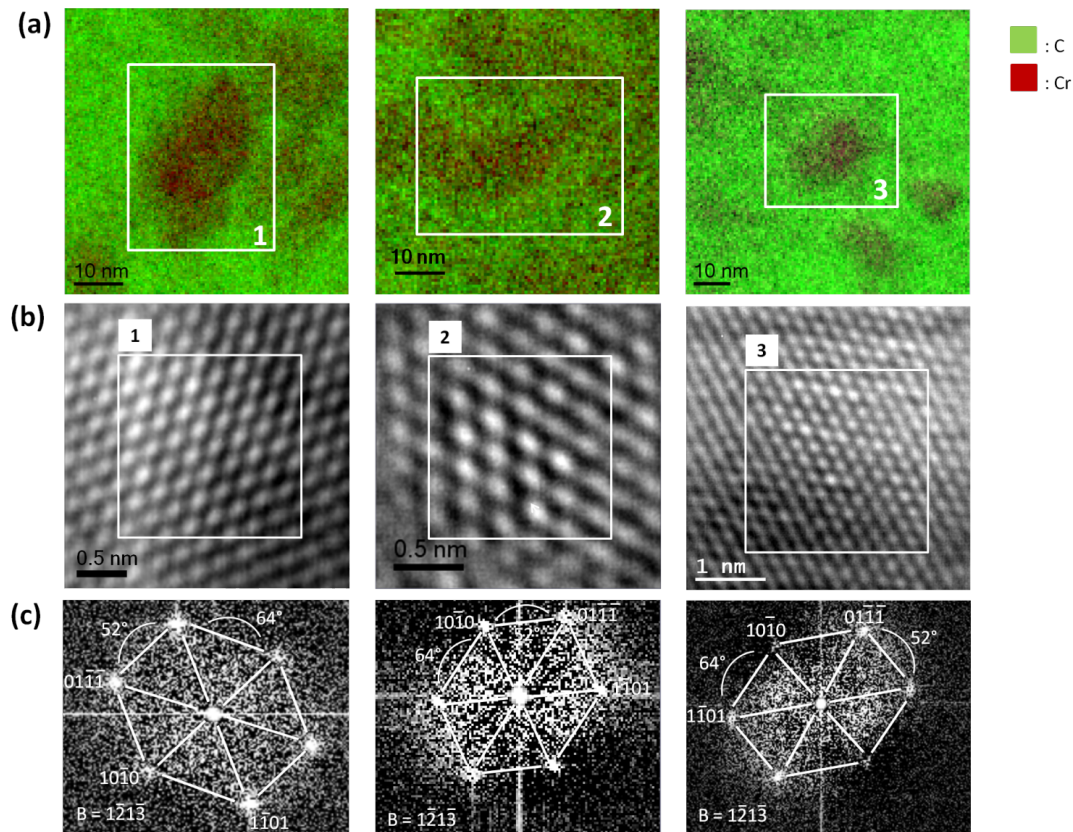


Figure 2.20 – Caractérisations fines de trois précipités M_2X : a) cartographies du chrome (raie L_3 en rouge) et du carbone (raie K en vert), b) images en haute résolution des précipités correspondants et c) transformées de Fourier des précipités correspondants (J. Ribis - CEA/SRMA).

Précipités	a (nm)	c (nm)	D_{eq} (nm)	N_{Cr}
1	0,255	0,431	16,5	$6,9 \cdot 10^8$
2	0,275	0,445	11.6	$1,4 \cdot 10^8$
3	0,279	0,468	7,3	$8,7 \cdot 10^7$
[Shen et al., 2008]	0,280	0,445	/	
	0,478	0,444		
	0,776	0,444		

Tableau 2.7 – Tailles (diamètre équivalent), paramètres de maille et nombre d'atomes de chrome pour les trois précipités M_2X étudiés (J. Ribis - CEA/SRMA) et pour ceux étudiés par Shen et al. [Shen et al., 2008].

2.1.6 Les calculs à l'équilibre thermodynamique métastable

Deux logiciels ont été utilisés pour effectuer des calculs à l'équilibre thermodynamique : MatCalc et ThermoCalc, dont les bases de données sont de type "CALPHAD" ¹⁵.

Les calculs ont été effectués dans le but de voir, si à l'équilibre thermodynamique, il est possible d'anticiper les différences observées en termes de précipitation entre les états métallurgiques austénitisés à 1050°C et 1200°C - bruts de trempe ainsi qu'entre les états revenus à 700°C et 780°C qui constituent les états enveloppes.

15. Les calculs Thermo-Calc ont été réalisés par C. Toffolon-Masclet (CEA/SRMA)

Les états austénitisés - bruts de trempe

Les fractions volumiques des précipités de l'état austénitisé à 1050°C et de celui austénitisé à 1200°C, brut de trempe, obtenues à partir des simulations avec les logiciels MatCalc et Thermo-Calc sont notées dans le tableau 2.8 et sont comparées aux données expérimentales. D'après les simulations avec le logiciel Thermo-Calc, à 1050°C subisteraient deux types de précipités dans la phase austénitique : les NbX et les (V,Nb)X. Lorsque la température d'austénitisation est augmentée à 1200°C, les précipités (V,Nb)X sont remis en solution solide et il est attendu uniquement des NbX dont la fraction volumique est légèrement augmentée. Concernant les simulations avec le logiciel MatCalc, il n'est pas possible de distinguer les précipités NbX des (V,Nb)X. Lorsque la température d'austénitisation est augmentée la fraction volumique des précipités "MX" est divisée par un facteur supérieur à 4.

Logiciel	Précipités	Fraction volumique NbX (%)	Fraction volumique (V,Nb)X (%)
Thermo-Calc	1050°C	0,013	0,098
	1200°C	0,020	0
MatCalc	1050°C	0,14	
	1200°C	0,03	
Expérience	1050°C	0,1 ± 0,1	0
	1200°C		

Tableau 2.8 – Fractions volumiques des précipités NbX et (V,Nb)X obtenues à partir des logiciels Thermo-Calc et MatCalc et des données expérimentales pour deux températures d'austénitisation : 1050°C et 1200°C.

Pour les deux températures d'austénitisation, les deux logiciels prédisent des quantités similaires de précipités "MX" primaires et semblent montrer une plus grande remise en solution de ces derniers lorsque la température d'austénitisation est augmentée. De plus, les quantités calculées sont très proches des valeurs déterminées expérimentalement pour l'état austénitisé à 1050°C, brut de trempe.

Cependant, le logiciel Thermo-Calc prédit une phase (V,Nb)(C,N) non observée expérimentalement et le logiciel MatCalc ne permet pas de distinguer les deux types de MX "primaires" : NbX et (V,Nb)(C,N).

Pour l'état austénitisé à 1200°C, brut de trempe, l'expérience n'a pas pu mettre en évidence une variation de fraction volumique comparé à l'état austénitisé à 1050°C alors que les calculs effectués avec ces deux logiciels la prédisent. Les fractions volumiques déterminées par Thermo-Calc et MatCalc sont inférieures à la limite de résolution de la technique utilisée (analyse de la structure cristallographique par diffraction des rayons X sur un résidu de précipités obtenu par dissolution sélective), permettant ainsi de comprendre pourquoi aucune variation n'a été observée expérimentalement entre les états austénitisés à 1050°C et 1200°C.

Les états austénitisés et revenus

Le logiciel MatCalc ne permet pas la coexistence des deux types de précipités MX et M₂X. Or, en étudiant les états austénitisés - revenus, nous avons mis en évidence le changement progressif des M₂X en MX avec l'augmentation de la température de revenu. Par conséquent, le logiciel MatCalc n'a pas été utilisé pour l'étude suivante. D'autre part, le logiciel Thermo-Calc ne permet pas de prendre en compte l'influence de la température d'austénitisation. Ainsi, les fractions volumiques des précipités déterminées dans le tableau 2.9, pour un revenu à 700°C et à 780°C, sont indépendantes de la température d'austénitisation. Elles sont comparées aux données expérimentales.

Lorsque la température de revenu est augmentée de 700°C à 780°C, Thermo-Calc ne prédit pas les mêmes phases intragranulaires. Alors que pour un revenu à 700°C, on obtient seulement des précipités M₂X, pour un revenu à 780°C, on observe une diminution de la fraction volumique des M₂X ainsi que la présence de NbX et de (V,Nb)(C,N). Ces calculs thermodynamiques semblent confirmer le changement de nature chimique des précipités intragranulaires avec l'augmentation de la température d'austénitisation.

Par comparaison avec les données expérimentales, Thermo-Calc prédit correctement les phases présentes pour une température de revenu de 700°C (peu importe la température d'austénitisation) et pour l'état austénitisé

à 1200°C et revenu à 780°C. En revanche, il ne prédit par la transformation totale des M_2X en MX constatée expérimentalement pour une température d'austénitisation de 1050°C et un revenu à 780°C. La base de données de type "CALPHAD" peut donc être améliorée.

T. revenu (°C)	Technique	Fraction volumique $M_{23}C_6$ (%)	Fraction volumique NbX (%)	Fraction volumique (V,Nb)X (%)	Fraction volumique M_2X (%)
700	ThermoCalc	1,95	0	0	0,49
	Expérience (A1050-R700)	non étudié		0	< 0,43
780	Expérience (A1200-R700)	$1,6 \pm 0,2$	$0,01 \pm 0,01$	0	$0,5 \pm 0,15$
	Thermo-Calc	1,87	0,01	0,14	0,29
	Expérience (A1050-R780)	$1,4 \pm 0,1$	$0,01 \pm 0,01$	$0,06 \pm 0,03$	0
	Expérience (A1200-R780)	non étudié		< 0,65	

Tableau 2.9 – Fractions volumiques des précipités calculées par Thermo-Calc et comparées aux données expérimentales, pour deux températures de revenu : 700°C et 780°C.

2.1.7 Bilan sur l'influence d'un "simple" traitement thermique

L'influence d'un "simple" traitement thermique sur la microstructure de l'acier a été étudiée. Il a pu être mis en évidence que :

- **L'étape d'austénitisation**, et plus précisément l'augmentation de la température d'austénitisation de 1050°C à 1150°C ou 1200°C a pour effet :
 - de dissoudre de manière plus importante les carbonitrides de niobium de type "MX", même si les expériences de dissolution sélective n'ont pas permis de confirmer cette tendance (probablement du fait d'une précision insuffisante), tout en entraînant une légère croissance des précipités résiduels,
 - d'augmenter fortement le diamètre des ex-grains d'austénite (précipités MX moins nombreux pour épingler les joints de grains).
Pour une vitesse de chauffage fixée à 10°C.s⁻¹ et pour une température d'austénitisation de 1150°C et de 1200°C, il est observé un phénomène de croissance "anormale" des grains d'austénite, conformément à des données de la littérature.
 - d'augmenter également la largeur des blocs de lattes de martensite sans évolution significative de la taille des lattes elles-mêmes,
 - de diminuer la quantité d'austénite résiduelle à l'état brut de trempe.

Cependant, l'augmentation de la température d'austénitisation n'a pas d'effet sur la sélection des variants de martensite ainsi que sur la densité de dislocations à l'état brut de trempe.

- **L'étape de revenu**, et plus précisément l'augmentation de la température de revenu de 700°C à 750°C puis à 780°C n'a pas d'effet sur la taille des ex-grains d'austénite, des blocs et des lattes de martensite ainsi que sur la micro-texture des variants de martensite.

En revanche, l'étape de revenu va entraîner :

- la disparition de l'austénite résiduelle,
- une diminution de la densité de dislocations, de plus en plus poussée, avec l'augmentation de la température de revenu.

Ce phénomène a été décrit par un modèle de restauration des dislocations qui, si identifié sur deux gammes de températures de revenu, reproduit bien les résultats expérimentaux.

- la précipitation. Pour une température de revenu de 700°C, des précipités M₂₃C₆ (intergranulaires et majoritaires) et M₂X (intragranulaires) sont observés. Lorsque la température de revenu est augmentée, les précipités intragranulaires M₂X se transforment progressivement en MX. Cette transformation est complète pour l'état austénitisé à 1050°C. Mais pour les états austénitisés à 1150°C et 1200°C, cette transformation est incomplète à 780°C, la phase "MX" étant pourtant considérée comme la phase précipitée d'équilibre (en dehors des M₂₃C₆). Ces tendances ont été qualitativement reproduites par des calculs avec le logiciel Thermo-Calc. Il est également observé une croissance à la fois des précipités intergranulaires et intragranulaires pour une température de revenu de 780°C.

2.2 Influence de l'étape de laminage en phase austénitique métastable sur la microstructure

Une fois bien étudié l'effet des traitements thermiques (austénitisation et revenu), il reste à mieux comprendre l'impact potentiel d'un traitement intermédiaire de type "austéniformage".

La température ou la direction de laminage (unidirectionnel ou bidirectionnel (croisé)) n'ayant pas une influence majeure, ces paramètres ne seront pas étudiés spécifiquement dans cette partie.

2.2.1 Les ex-grains d'austénite

L'application d'une étape de laminage en phase austénitique métastable, avec un pourcentage de réduction en épaisseur de 50%, conduit à la texturation morphologique des ex-grains d'austénite, figure 2.21 (certains ex-grains d'austénite ont été entourés en rouge). Ils sont allongés dans la direction de laminage ainsi que dans la direction transverse (facteur de forme de 2,4 pour un laminage de 50% au lieu de 1,5 pour un laminage de 0% ou 25% dans le plan TS) mais leur diamètre moyen reste semblable aux états non laminés.

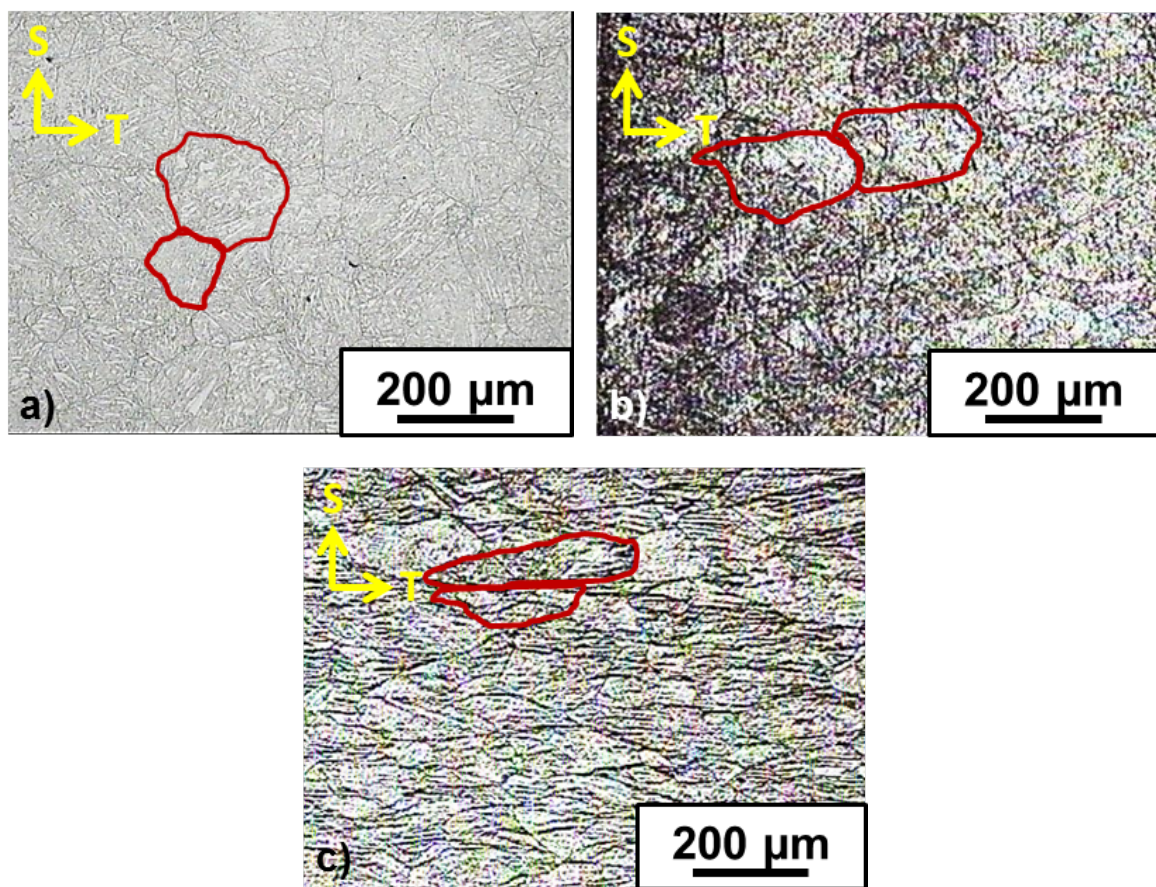


Figure 2.21 – Ex-grains d'austénite observés en microscopie optique des états métallurgiques : a) A1200-R700, électro-attaqué avec la solution des répliques, b) A1200-L500,25%-R700, électro-attaqué avec la solution pour révéler les joints d'ex-grains d'austénite et c) A1200-L600,50%-R700, électro-attaqué avec la solution pour révéler les joints d'ex-grains d'austénite (cf. Annexe B.1.2).

2.2.2 La matrice martensitique

L'étape de laminage ne semble pas avoir d'impact sur la largeur des blocs de martensite (environ une centaine de lattes ont été mesurées sur deux lames minces pour chaque état métallurgique). En revanche, elle semble diminuer la largeur des lattes de martensite. Comme l'indique le tableau 2.10, plus le pourcentage de réduction en épaisseur est important, plus la largeur des lattes de martensite est affinée.

$T_{\text{austénitisation}} \text{ (}^{\circ}\text{C)}$	Largeur de lattes (nm)		
	Non laminés	Laminage 25%	Laminage 50%
1050	315 - 420	250 - 295	270 - 295
1150	315 - 420	250 - 295	/
1200	315 - 420	250 - 295	200 - 255

Tableau 2.10 – Valeurs minimales et maximales des largeurs moyennes des lattes de martensite pour les différents états métallurgiques laminés de 0%, 25% et 50% de réduction en épaisseur, brut de trempe et revenus à 700°C, 750°C et 780°C (déterminées au MET sur lames minces après mesures d'une centaine de lattes par état métallurgique).

Les variants de martensite

L'application d'une étape de laminage pourrait modifier les relations d'orientation entre un grain d'austénite et la martensite résultante. Certains auteurs tels que Miyamoto et al. observent même une sélection de variants dans les états austéniformés [Miyamoto et al., 2010], [Miyamoto et al., 2012]. Au cours de nos travaux, la sélection de variants n'a pas été vérifiée. Cependant, on remarque que plus le pourcentage de réduction en épaisseur est élevé, plus les variants de martensite s'écartent de leur orientation observée pour un état non laminé, conduisant à des amas de points plus informes, sur les figures de pôles, figure 2.22. Cela peut être lié à la désorientation intragranulaire initiale dans un grain d'austénite. En effet, plus le pourcentage de laminage en phase austénitique métastable est élevé, plus les désorientations à l'intérieur d'un grain d'austénite peuvent être élevées. Ainsi, dans un même ex-grain d'austénite, pour un même variant, il peut être observé plusieurs orientations, s'étendant dans l'espace des textures, sur un domaine correspondant à la désorientation maximale à l'intérieur d'un grain d'austénite. La figure 2.22 (a et b) montre que cette désorientation interne à l'ancien grain austénitique impacte la microstructure pour une même condition de revenu.

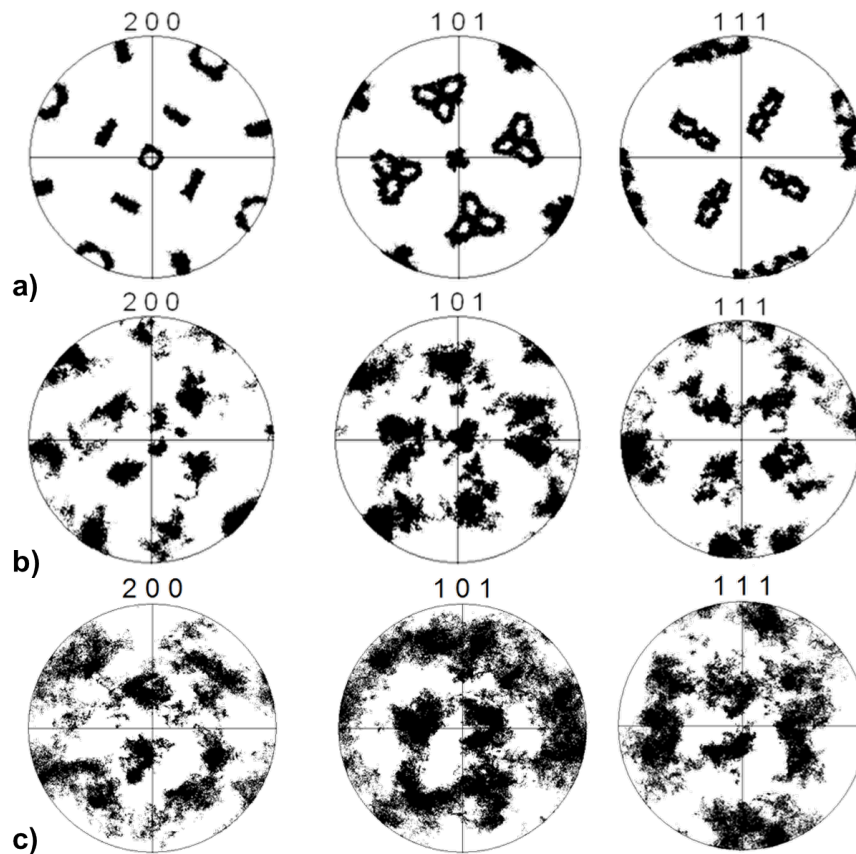


Figure 2.22 – Figures de pôles $\{200\}$, $\{101\}$, $\{111\}$ de l'état : a) austénitisé à 1200°C et revenu à 700°C, b) austénitisé à 1200°C, laminé de 25% et revenu à 700°C et c) b) austénitisé à 1200°C, laminé de 50% et revenu à 780°C.

2.2.3 L'austénite résiduelle

D'après les analyses en diffraction des neutrons de l'austénite résiduelle est toujours observée dans les états bruts de trempe. L'étape de laminage a une influence complexe sur l'austénite résiduelle. En effet, dans le cas des états austénitisés à 1050°C, l'étape de laminage augmente la quantité d'austénite résiduelle, qui passe d'environ 1% à 5-6%. Alors que dans le cas des états austénitisés à 1150°C ou 1200°C, l'étape de laminage diminue la quantité d'austénite résiduelle, de 5-6% à 1%. Les quantités d'austénite résiduelle pour les différents états métallurgiques bruts de trempe sont résumées dans le tableau 2.11.

$T_{\text{austénitisation}}$ (°C)	Laminage 0%	Laminage 25%	Laminage 50%
1050	$1,0 \pm 0,2$	$6,0 \pm 0,8$	$4,6 \pm 0,8$
1150	$5,1 \pm 0,6$	non mesuré	
1200	$5,6 \pm 0,8$	$1,4 \pm 0,2$	$1,3 \pm 0,2$

Tableau 2.11 – Fraction volumique d'austénite résiduelle dans les différents états métallurgiques bruts de trempe (diffraction des neutrons).

Du fait d'une taille de grains plus élevée et d'une plus grande partie du carbone et de l'azote (et également du niobium) remise en solution solide pour une austénitisation effectuée à 1200°C, la matrice austénitique déformée par laminage pourrait être différente entre un état austénitisé à 1050°C par rapport aux états austénitisés à 1150°C et 1200°C.

Dans le cas de l'état austénitisé à 1050°C, la température M_d (température en-dessous de laquelle, l'austénite se transforme en martensite avec l'aide d'une déformation élastique et d'une déformation plastique locale, ou

température au-dessus de laquelle la transformation austénite/martensite est retardée par la déformation), définie au chapitre 1, paragraphe 1.2.4, pourrait être supérieure à 600°C. Sous cette hypothèse, pour les états austénitisés à 1050°C, appliquer une déformation dans l'intervalle de température M_s à plus de 600°C (ce qui est le cas ici), favoriserait la transformation austénite → martensite.

Dans le cas des états austénitisés à 1150°C ou 1200°C, la température M_d pourrait être inférieure à 500°C et appliquer une déformation entre M_s et M_d retarderait la transformation austénite → martensite.

Cependant, cette hypothèse est très critiquable. La différence de teneur en carbone et en azote entre la matrice austénitique d'un état austénitisé à 1050°C et des états austénitisés à 1150°C ou 1200°C n'est seulement que de 0,03% massique. Il serait remarquable que cette quantité puisse décaler de plus de 100°C la température M_d . D'autre part, l'application d'une étape de laminage de 50% semble favoriser la déstabilisation de l'austénite résiduelle lors du revenu subséquent. Celle-ci a totalement disparu dès 400°C, alors qu'il faut atteindre plus de 600°C dans les autres cas, tableau 2.12 (cf. Annexe B.7).

États initiaux	Températures et temps de revenu de disparition de l'austénite résiduelle
A1200-BT	Après 1h à 600°C, la quantité d'austénite résiduelle diminue légèrement. Elle disparaît après 30 à 35 minutes à 650°C.
A1200-L500,25%-BT	Après 0 à 5 minutes à 650°C, l'austénite résiduelle est totalement déstabilisée.
A1200-L600,25%-BT	Après 1h à 600°C, la quantité d'austénite résiduelle diminue légèrement. Elle disparaît après 15 à 20 minutes à 650°C.
A1200-L600,50%-BT	L'austénite résiduelle est déstabilisée en-dessous de 400°C.

Tableau 2.12 – Températures et temps de revenu à partir desquels l'austénite résiduelle est déstabilisée.

2.2.4 Les dislocations introduites par laminage en phase austénitique métastable

"Héritage" des dislocations par la martensite

L'étape de laminage en phase austénitique métastable entraîne la formation de dislocations qui pourraient être transmises, ou non, à la martensite lors de la transformation austénite → martensite. De fait, les états laminés - bruts de trempe présentent une densité de dislocations légèrement (au vu des barres d'erreur) supérieure à celle des états bruts de trempe après une simple austénitisation, comme cela est illustré sur la figure 2.23. La densité de dislocations semble varier proportionnellement au pourcentage de réduction en épaisseur selon l'équation 2.2.1. Ces résultats sont intéressants et originaux dans la mesure où de nombreux auteurs proposent ce mécanisme sans le démontrer expérimentalement [Brown et al., 1964], [Gerberich et al., 1964], [Johari and Thomas, 1965], [Gulyaev, 1965], [Ault et al., 1967], [Skarek et al., 1967], [Maki and Wayman, 1976] et [Cho et al., 2010].

Il est important de noter que la majeure partie des dislocations serait produite par la transformation martensitique elle-même : 3.10^{15} dislocations par m^2 . Un laminage de 25% de réduction en épaisseur n'apporte qu'environ 20% de dislocations supplémentaires et un laminage de 50% de réduction en épaisseur qu'environ 40%.

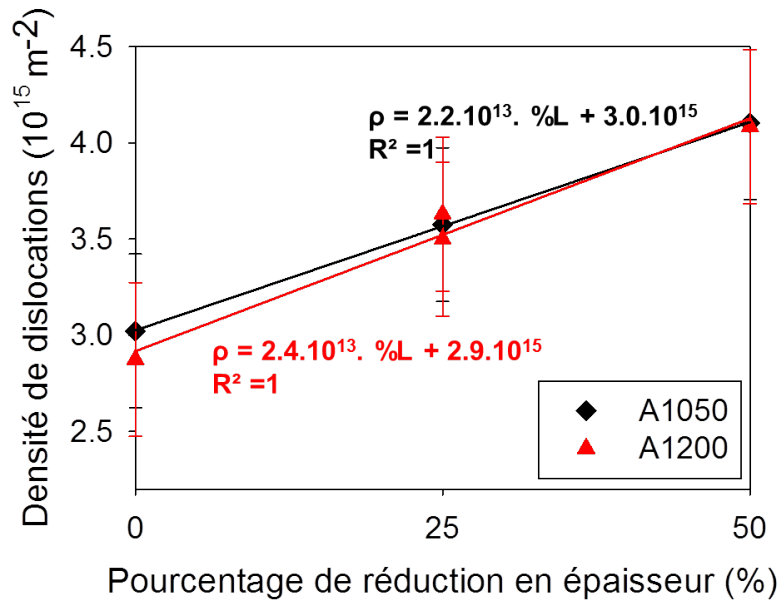


Figure 2.23 – Évolution de la densité de dislocations en fonction du pourcentage de laminage en phase austénitique métastable (%L).

$$\rho(m^{-2}) = 2,3 \cdot 10^{13} \times \%Laminage_{\gamma} + 3,0 \cdot 10^{15} \quad (2.2.1)$$

Comme cela a été montré au paragraphe 2.1.4, l'étape de revenu va entraîner l'annihilation des dislocations. La présence d'une étape de laminage préliminaire en phase austénitique métastable ne va pas accélérer le mécanisme de restauration. Au contraire, il semblerait qu'entre 650°C et 800°C, ce mécanisme soit légèrement ralenti du fait de l'étape de laminage en phase austénitique métastable, figure 2.24.

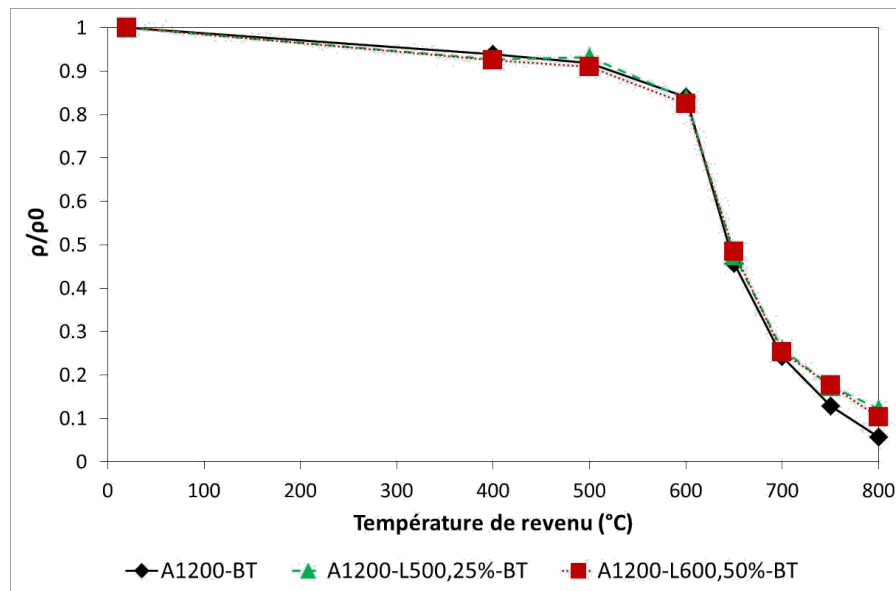


Figure 2.24 – Évolution de la densité de dislocations normalisée par rapport à la densité de dislocations initiale de chaque état métallurgique (déterminée par diffraction des neutrons in-situ) en fonction de la température de revenu (temps de revenu de 1 heure par les paliers isothermes de 400°C à 700°C, puis de 40 minutes pour le palier à 750°C et de 5 minutes pour le palier à 800°C) pour les états austénitisés à 1200°C, non laminé, laminé de 25% et de 50% de réduction en épaisseur, bruts de trempe.

Afin d'identifier à quoi est due cette restauration limitée des états laminés par rapport à l'état non laminé, le modèle de restauration des dislocations présenté au paragraphe 2.1.4 de ce chapitre a également été appliqué

aux états laminés, tableau 2.13. Il ne semble pas y avoir de différences évidentes des paramètres identifiés entre les états non laminés et laminés.

Ainsi d'après cette identification, l'ajout de dislocations supplémentaires dans les états non laminés ne semble donc pas perturber la restauration des dislocations.

États	Paramètres à 600-650°C			Paramètres à 700-800°C		
	$c_{\gamma} \cdot c_{eq} \cdot D_0$	Q	ρ_{∞}	$c_{\gamma} \cdot c_{eq} \cdot D_0$	Q	ρ_{∞}
A1200	$7,7 \cdot 10^{-5}$	288	$8,0 \cdot 10^{14}$	$7,4 \cdot 10^{-5}$	307	$1,3 \cdot 10^{14}$
A1200-L500,25%	$6,0 \cdot 10^{-5}$	289	$9,9 \cdot 10^{14}$	$7,4 \cdot 10^{-5}$	312	$4,4 \cdot 10^{14}$
A1200-L600,25%	$3,8 \cdot 10^{-5}$	286	$9,9 \cdot 10^{14}$	$7,5 \cdot 10^{-5}$	303	$2,0 \cdot 10^{14}$
A1200-L600,50%	$5,7 \cdot 10^{-5}$	290	$9,9 \cdot 10^{14}$	$4,0 \cdot 10^{-5}$	307	$4,3 \cdot 10^{14}$

Tableau 2.13 – Identification des paramètres du modèle de restauration des dislocations pour les états A1200, A1200-L500,25%, A1200-L600,25% et A1200-L600,50%, avec C en $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, Q en $\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ et ρ_{∞} en m^{-2} .

Localisation des dislocations

Les dislocations introduites au cours du laminage en phase austénitique métastable et héritées par la martensite peuvent ne pas être réparties uniformément dans un ex-grain d'austénite. Elles pourraient avoir tendance à se concentrer au niveau des joints de grains d'austénite ou dans les anciennes bandes de cisaillement, comme semblent le montrer les cartographies EBSD des états austénitisés à 1200°C et revenus à 750°C, laminés de 0%, 25% et 50%, figure 2.25¹⁶. En effet, plus le pourcentage de réduction en épaisseur est important, plus il existe des zones, aux niveaux des joints d'ex-grains d'austénite ou de bandes de cisaillement, non indexables selon les relations d'orientation de Kurjumov-Sachs (KS), Nishiyama-Wassermann (NW), Greninger-Troiano (GT) ou de Pitsch et qui indiquent la présence de rotations cristallines locales internes.

Les états laminés sont donc des états métallurgiques non homogènes.

16. Ces cartographies EBSD ont été traitées par C. Cayron, avec son logiciel ARPGE.

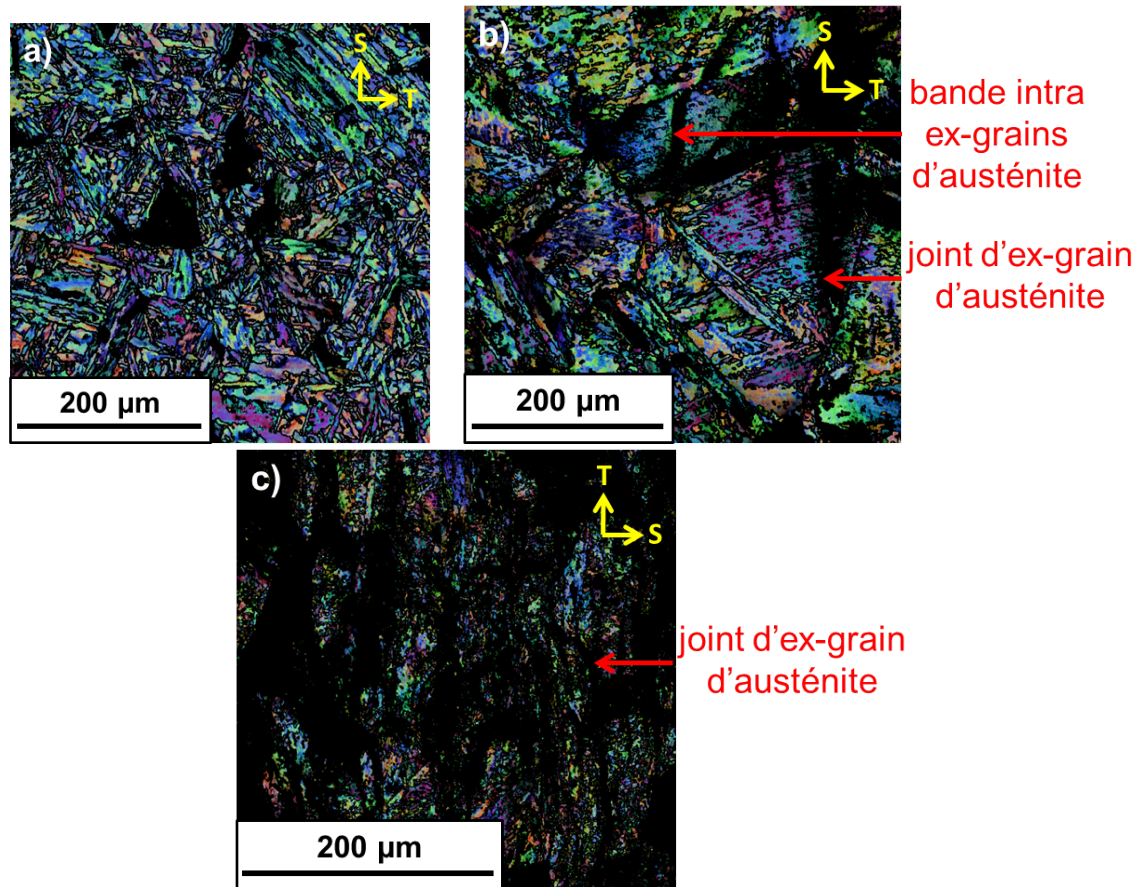


Figure 2.25 – Observations en MEB-EBSD des zones indexées selon les relations d'orientation KS (vert), NW (bleu), GT (jaune), Pitsch (rouge) et non indexés (en noir) des états austénitisés à 1200°C, a) laminé de 0%, b) laminé de 25%, c) laminé de 50% et revenu à 750°C.

2.2.5 La recristallisation

Taille, quantité, forme des grains recristallisés

Les cartographies EBSD des états austénitisés à 1200°C, laminés de 50% et revenus à 750°C ou à 780°C ont permis de visualiser la présence d'"îlots singuliers", à la fois au niveau des joints et à l'intérieur des anciens ex-grains d'austénite (cf. figure 2.26) dans la martensite, dont la taille et la quantité croissent significativement avec la température de revenu (cf. tableau 2.14). L'ensemble des points de chaque îlot semble présenter la même orientation cristallographique, figure 2.26-a. Cependant, de par leur forme et leur taille, ces îlots singuliers ne peuvent être assimilés à des blocs ou des lattes de martensite.

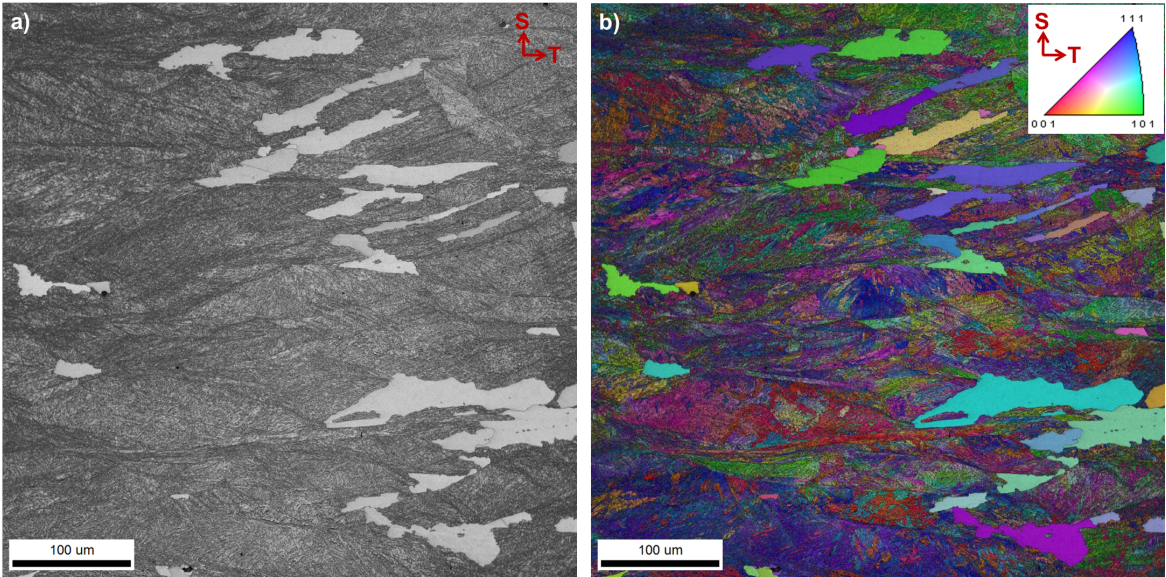


Figure 2.26 – Cartographies EBSD : a) en qualité d'image et b) en qualité d'image + orientations des pixels de l'image par rapport au plan d'analyse, de l'état austénitisé à 1200°C, laminé de 50% de réduction en épaisseur et revenu à 780°C.

	A1200-L600,50%-R750	A1200-L600,50%-R780
Taille moyenne (µm)	20 × 10	60 × 20
Fraction surfacique de îlots singuliers (%)	0,04	11

Tableau 2.14 – Fraction surfacique de îlots singuliers dans les états A1200-L600,50%-R750 et A1200-L600,50%-R780.

Tortuosité des joints, précipités alignés

Une analyse plus approfondie de ces îlots, figure 2.27, semble montrer que les blocs et les lattes de martensite ont disparu mais que les précipités n'ont pas été affectés pas ces changements microstructuraux : ils restent alignés. De plus, les joints de ces îlots ne sont pas très réguliers. Ces îlots semblent être des zones recristallisées composées de ferrite et de précipités.

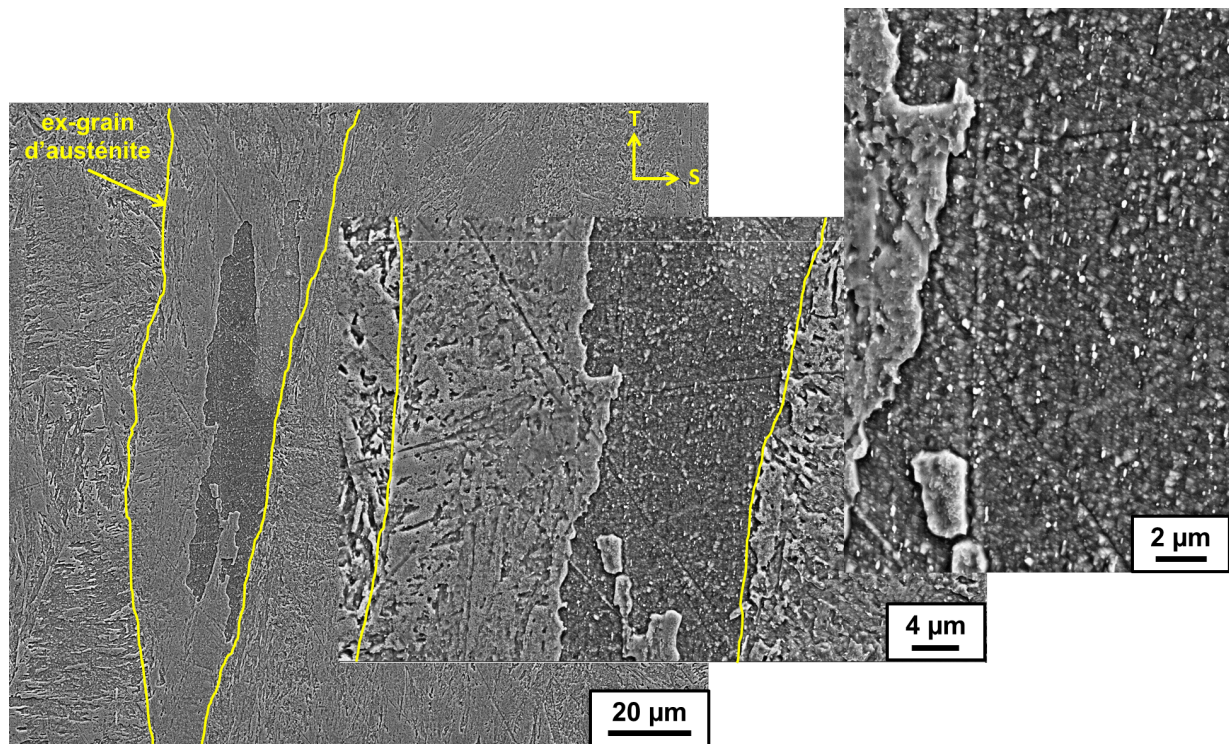


Figure 2.27 – Observations au MEB-FEG d'un îlot singulier dans l'état austénitisé à 1200°C, laminé de 50% et revenu à 750°C, attaqué au Villela (cf. Annexe B.1).

Validation de la recristallisation, étude de la germination et de la croissance de ces zones recristallisées

Afin de vérifier si ces îlots singuliers sont des zones recristallisées et afin de pouvoir étudier la germination et la croissance de ces îlots, un pavé de dimensions 10(S)×5(T)×15(L) mm³ de l'état A1200-L600,50%-R750 a été successivement :

- cartographié au MEB-EBSD après repérage d'une zone de dimensions 920(T)×250(S)µm²,
- revenu pendant 1 heure à 780°C sous vide secondaire ($3,2 \cdot 10^{-6}$ mbar) pour éviter d'oxyder la surface et donc la zone d'analyse,
- cartographié au MEB-EBSD, sur la même zone repérée précédemment,
- revenu pendant 4 heures à 780°C sous vide secondaire ($2,1 \cdot 10^{-6}$ mbar),
- cartographié au MEB-EBSD, sur la même zone repérée précédemment.

On souhaite notamment savoir si ces îlots sont des zones recristallisées, si elles prennent naissance au niveau des zones très déformées, concentrées en dislocations : les joints des ex-grains d'austénite ou des bandes de cisaillement (cf. paragraphe 2.2.4 de ce chapitre), si lors de la croissance, ils franchissent les joints des ex-grains d'austénite et si elles présentent une relation d'orientation éventuelle avec un ex-grain d'austénite voisin.

La zone analysée avant et après traitements thermiques est représentée sur la figure 2.28. Les îlots sont les zones uniformes blanches ou gris clair. Le pourcentage surfacique de ces îlots est noté dans le tableau 2.15. Par comparaison avec le tableau 2.14, les fractions surfaciques des îlots des états A1200-L600,50%-R750 et A1200-L600,50%-R780 revenu sous air sont très proches (moins de 5%) de celle de l'état A1200-L600,50%-R750 non traité et revenu d'une heure à 780°C sous vide secondaire. La fraction surfacique des îlots croît avec la température et le temps de revenu.

La martensite semble être plus grossière (largeurs des blocs de martensite plus élevées) dans l'état revenu à 780°C pendant 5 (1+4) heures que dans l'état non traité et revenu à 780°C pendant 1 heure (cf. figure 2.28-c comparée aux figures 2.28-a et 2.28-b).

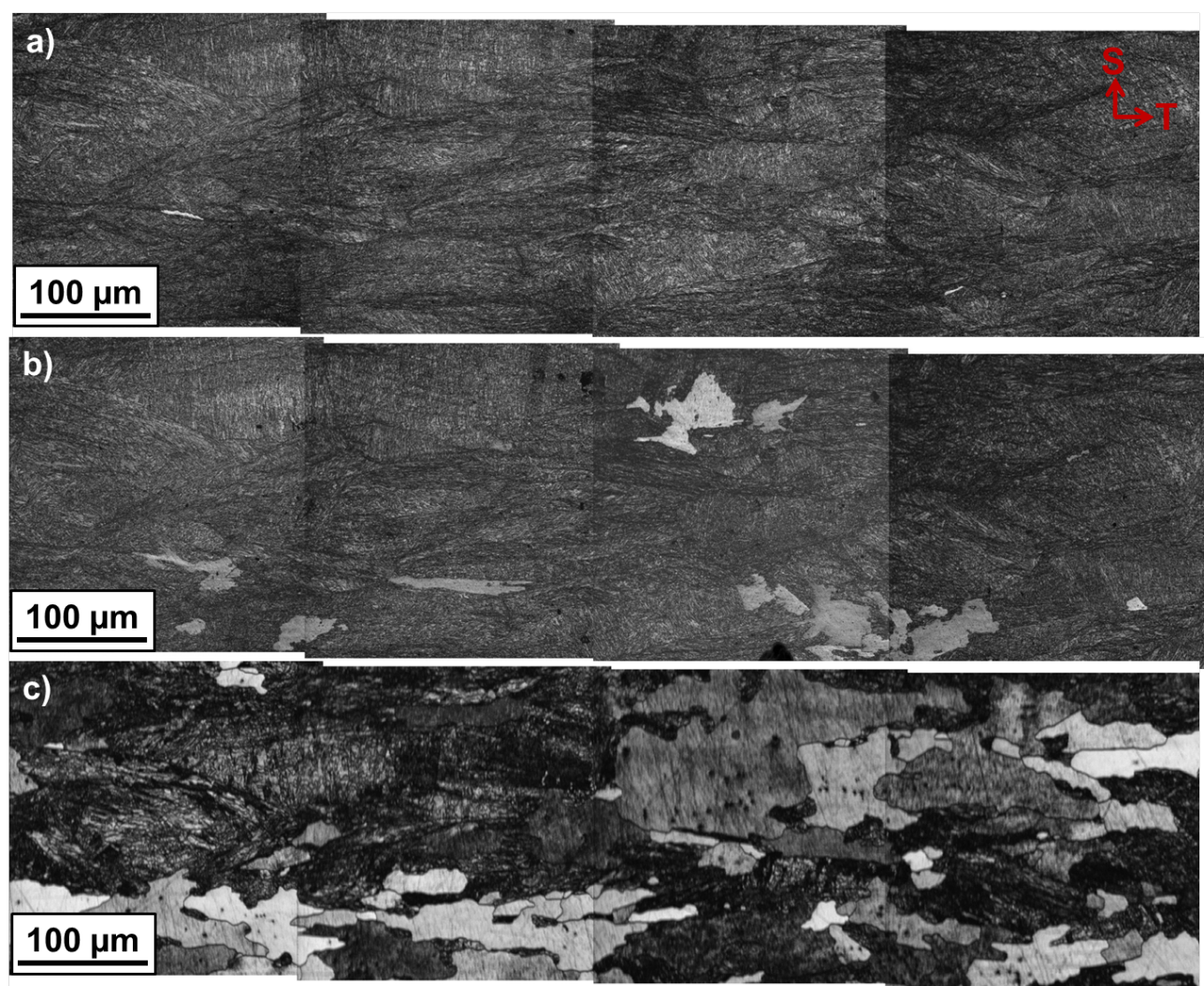


Figure 2.28 – Cartographie EBSD en qualité de cliché de l'état A1200-L600,50%-R750 a) non traité, b) revenu à 780°C pendant 1 heure, c) revenu à 780°C pendant 1+4 heures (même zone pour les trois cartographies). Les îlots sont les zones uniformes blanches ou gris clair.

A1200-L600,50%-R750	non traité	780°C, 1 heure	780°C, 1+4 heures
Fraction surfacique (%)	0,05	5,6	54

Tableau 2.15 – Fraction surfacique des îlots singuliers dans les états A1200-L600,50%-R750 non traité, revenu 1 heure à 780°C et revenu 1 heure puis 4 heures à 780°C.

La figure 2.29 représente l'évolution du "Grain Orientation Spread" (GOS), soit la moyenne des désorientations de chaque pixel d'un même grain par rapport à l'orientation moyenne du grain. Dans notre cas, les grains sont les blocs de martensite ou les îlots singuliers car le critère de désorientation choisi entre les grains est de 10°, qui est le même critère choisi pour détecter les blocs de martensite. Une faible valeur de "GOS" signifie que le grain comporte de faibles désorientations internes, ce qui correspond à la définition d'un grain recristallisé. Tandis qu'une valeur élevée de "GOS" signifie que le grain comporte de fortes désorientations internes. L'ensemble des îlots singuliers présentent une valeur de "GOS" nulle, permettant d'affirmer qu'il s'agit de zones recristallisées. Dans les zones martensitiques, il est observé une diminution des valeurs de "GOS" avec l'augmentation du temps de revenu, signe que la martensite se restaure. Sur la figure 2.29-a, les zones recristallisées sont localisées au niveau des joints des ex-grains d'austénite ne contenant pas les déformations internes les plus élevées. Alors que des zones recristallisées coalescent vers l'intérieur des ex-grains d'austénite avec l'augmentation de la température ou du temps de revenu, d'autres germes

toujours aux joints des ex-grains d'austénite (cf. figures 2.29-b et 2.29-c).

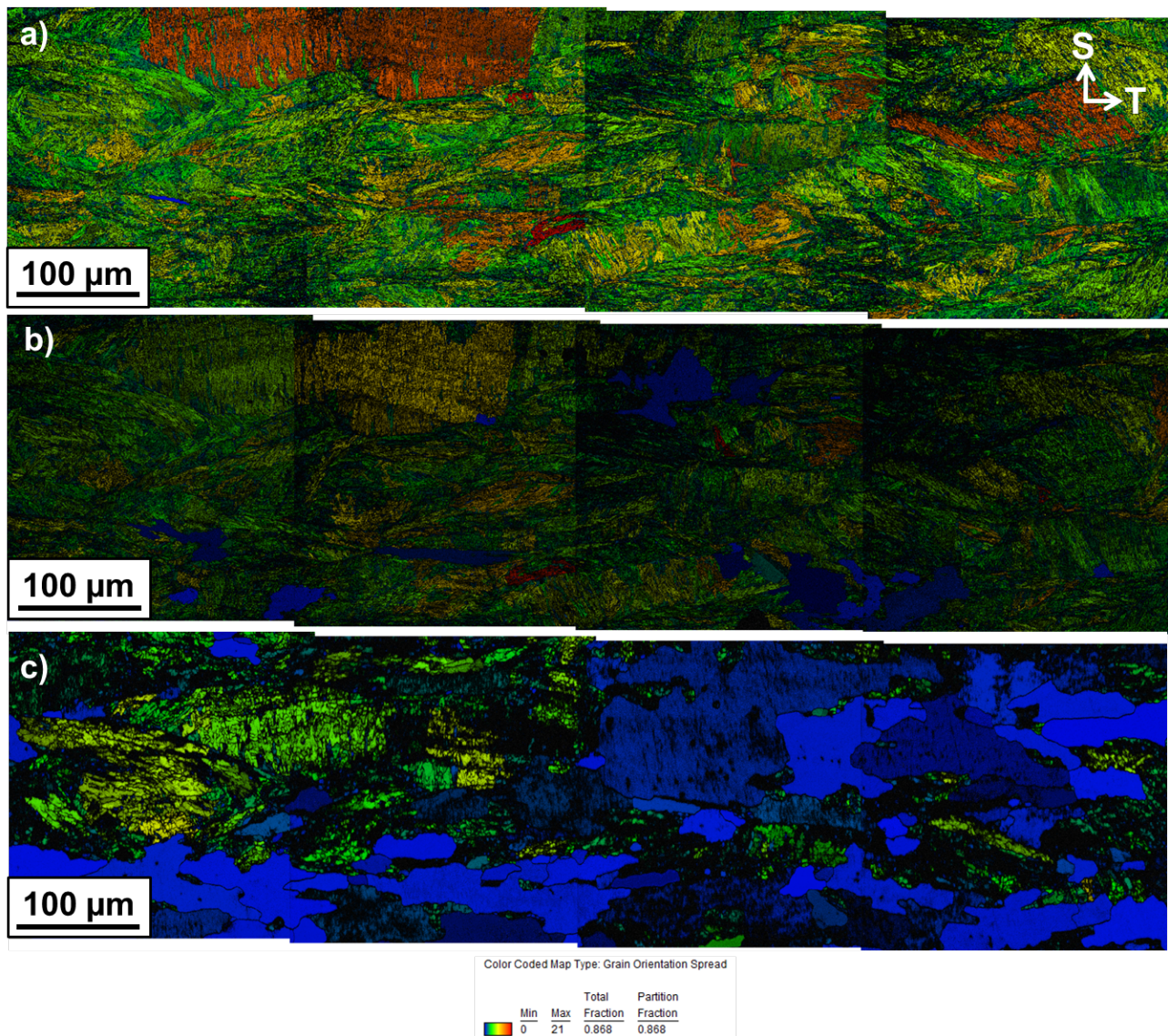


Figure 2.29 – Cartographie EBSD en "Grain Orientation Spread" de l'état A1200-L600,50%-R750 a) non traité, b) revenu à 780°C pendant 1 heure, c) revenu à 780°C pendant 1+4 heures.

Ce phénomène de recristallisation est dû à la présence et à la croissance d'un germe, proche des joints d'ex-grains d'austénite, contenant une plus faible densité de dislocations que les autres et qui est séparé de la matrice environnante par des interfaces à fortes désorientations. Au cours de sa croissance, le germe va "balayer" uniquement la structure martensite et les dislocations (une chute de la dureté est visible et sera évoquée au chapitre 3 paragraphe 3.1.3) et ainsi laisser inchangée la précipitation (puisque les précipités sont incohérents). C'est pourquoi, il est observé des précipités alignés sur la figure 2.27.

L'étude des orientations cristallographiques relatives entre les zones recristallisées et les ex-grains d'austénite a montré que (cf. figure 2.30) :

- l'orientation cristallographique d'une zone recristallisée est identique à celle d'un variant de martensite d'un ex-grain d'austénite voisin, montrant que la recristallisation germe probablement dans un bloc de martensite.
- l'orientation cristallographique d'une zone recristallisée n'est pas forcément identique avec un variant de martensite de l'ex-grain austénitique qui la contient, signe que la recristallisation pousse dans un grain d'austénite avec lequel elle n'est probablement pas en relation d'orientation.

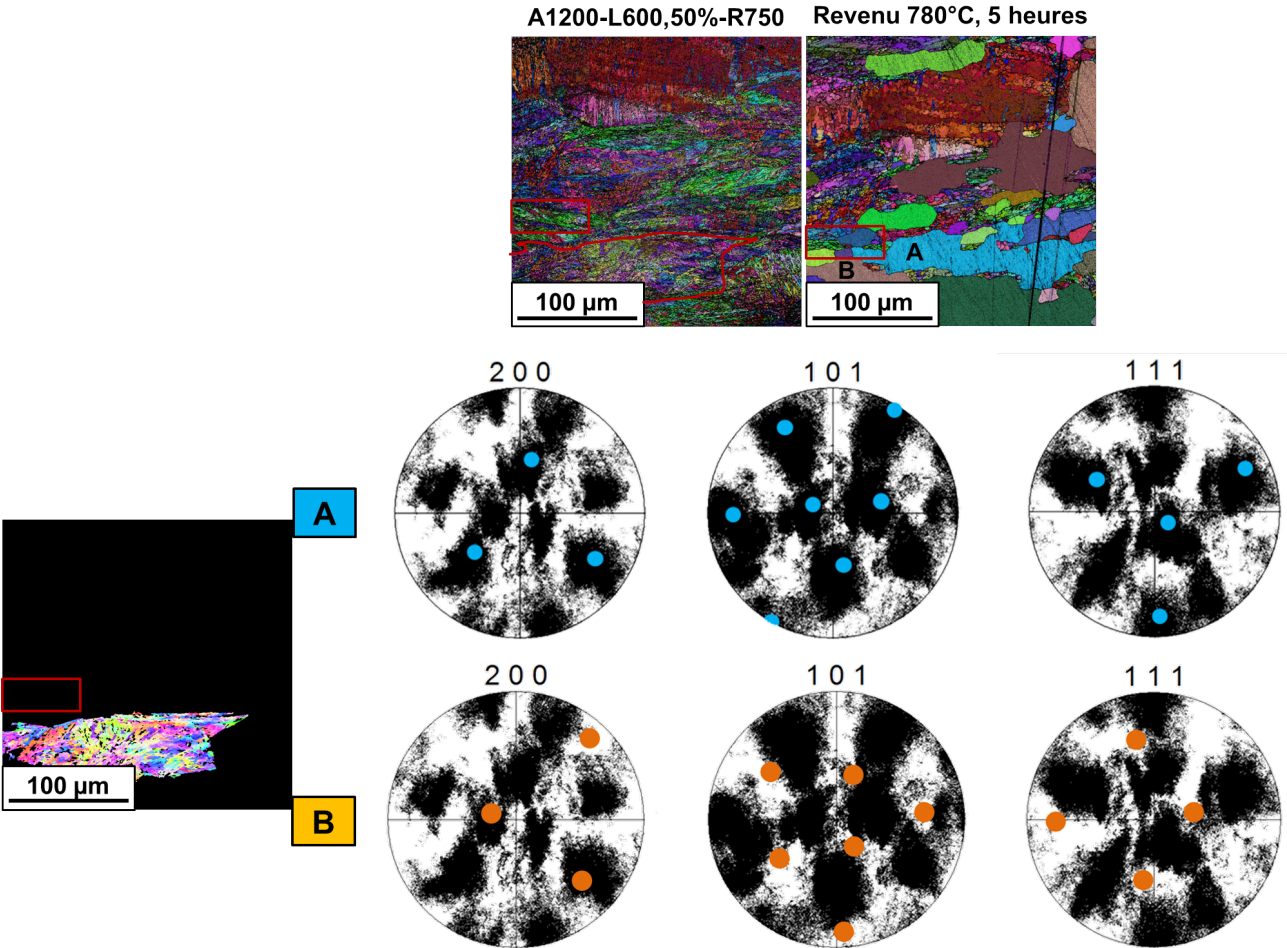


Figure 2.30 – Figures de pôles de deux zones recristallisées nommées "A" et "B" et d'un même ex-grain d'austénite. La zone recristallisée A présente la même orientation cristallographique qu'un variant de martensite de l'ex-grain d'austénite choisi alors que la zone recristallisée B n'a pas la même orientation cristallographique que l'un des 24 variants.

Afin de voir si la recristallisation produit une microstructure texturée dans l'état métallurgique A1200-L600,50%-R750, revenu à 780°C pendant (1+4) heures, la fraction surfacique de zones recristallisées à mi-épaisseur dans les différents plans de coupe a été mesurée. Les valeurs sont résumées dans le tableau 2.16. La fraction surfacique de zones recristallisées est sensiblement la même dans les différents plans, permettant d'affirmer que les zones recristallisées ne sont pas texturées morphologiquement.

Plan	TS	LS	LT
Fraction surfacique (%)	54	55	57

Tableau 2.16 – Fraction surfacique des zones recristallisées dans les plans TS, LS et LT.

La recristallisation n'a lieu que dans les états austénitisés à 1200°C, laminés de 50% et revenus au dessus de 750°C. Ceci est une preuve supplémentaire que l'étape de laminage en phase austénitique métastable d'un état austénitisé à 1050°C est quelque peu différente de celle d'un état austénitisé à 1200°C. Les effets opposés de l'étape de laminage en phase austénitique métastable sur la quantité d'austénite résiduelle ne sont donc pas un phénomène isolé.

Il s'agit d'une autre marque d'"héritage" de la déformation en phase austénitique métastable par la martensite. Il est cependant remarquable que ce "faible" surplus (en moyenne) de dislocations modifie à ce point le comportement en recristallisation (mais d'après le paragraphe précédent, ce surplus de dislocations est distribué de manière très homogène).

2.2.6 Les précipités

La précipitation caractéristique des états métallurgiques austéniformés a été caractérisée par MET sur répliques extractives au carbone, par DNPA, par diffraction des neutrons et par mesures du PTE. Il s'agit notamment de voir si l'étape d'austéniformage a pu affiner la précipitation après revenu, ce qui pourrait impacter les propriétés mécaniques.

Les états bruts de trempe

Tous comme les états non laminés, les états laminés de 25% et 50% présentent une dissolution totale des précipités $M_{23}C_6$ et des $(V,Nb)X$. Seuls subsistent quelques MX primaires riches en niobium, nommés NbX, non dissous au cours de l'étape d'austénitisation, et de la cémentite M_3C , apparue au cours du refroidissement après la transformation austénite $\rightarrow$ martensite.

D'après la figure 2.31, l'étape de laminage en phase austénitique métastable n'a pas d'effet significatif sur le diamètre moyen des NbX.

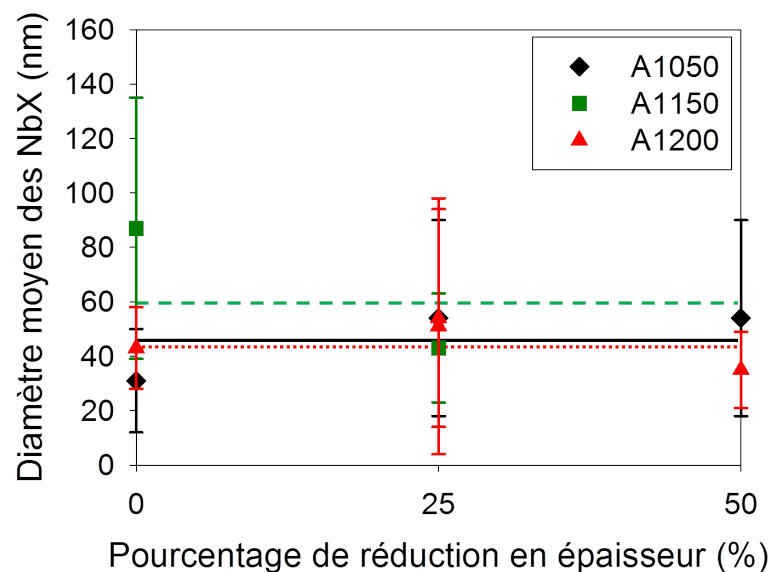


Figure 2.31 – Évolutions du diamètre moyen des NbX en fonction du pourcentage de réduction en épaisseur.

Concernant la cémentite M_3C , figure 2.32, pour les états austénitisés à 1150°C et 1200°C, l'application d'une étape de laminage de 25% ou 50% semble diminuer la taille de ces précipités d'un facteur 2. Concernant les états austénitisés à 1050°C, il n'est pas observé de cémentite sur les répliques extractives des états laminés à 25% et 50% mais il est possible que leur présence puisse être détectée par DNPA (mais les mesures n'ont pas été faites pour ces deux états métallurgiques particuliers).

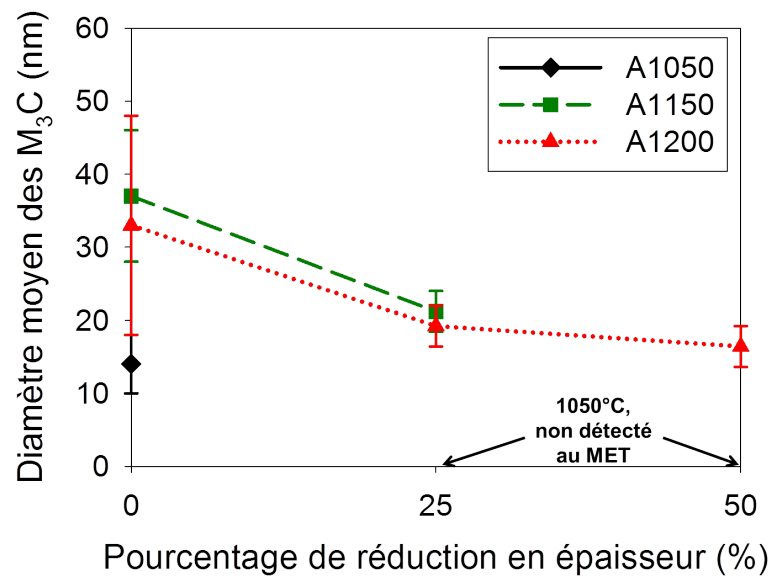


Figure 2.32 – Évolutions du diamètre moyen des M3C en fonction du pourcentage de réduction en épaisseur.

D'autre part, par DNPA, il a été possible de déterminer une fraction volumique de cémentite des différents états métallurgiques, résumée dans le tableau 2.17. La fraction volumique des états austénitisés à 1150°C et 1200°C, bruts de trempe n'a pas pu être obtenue car la cémentite a été détectée uniquement sur répliques extractives au carbone.

Il est difficile de conclure quant à une influence du pourcentage de réduction en épaisseur sur la fraction volumique des M₃C. Cependant, pour un laminage de 25% de réduction en épaisseur, la fraction volumique de ces précipités est divisé de moitié lorsque la température d'austénitisation est augmentée de 1150°C à 1200°C.

États	A1050-BT	A1150-L600,25%-BT	A1200-L500,25%-BT	A1200-L500,50%-BT
f _v M ₃ C (%)	0,49	0,80	0,33	0,22

Tableau 2.17 – Fractions volumiques des précipités M₃C, déterminée par DNPA, des différents états métallurgiques bruts de trempe.

L'évolution au cours du revenu de la microstructure martensitique suivie par mesures du PTE

L'évolution au cours du revenu de la microstructure martensitique a été suivie par mesures du PTE, comme l'illustre la figure 2.33.

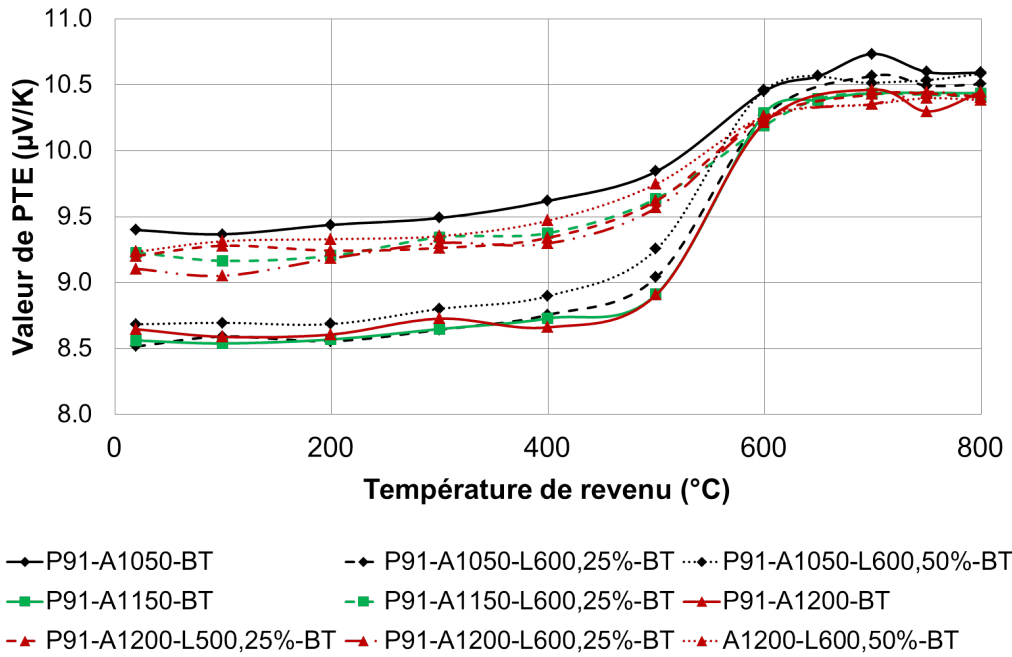


Figure 2.33 – Influence de la température de revenu sur les valeurs du PTE pour tous les états métallurgiques élaborés au cours de cette thèse (temps de revenu = 1 heure). Ecart-types maximum de $\pm 0,05 \mu V \cdot K^{-1}$.

Il est possible de classer les différents états métallurgiques selon deux catégories :

- ceux dont la valeur du PTE à l'état brut de trempe est autour de $8,6 \pm 0,1 \mu V \cdot K^{-1}$:
Il s'agit des états austénitisés à 1150°C et 1200°C non laminés et des états austénitisés à 1050°C et laminés de 25% et 50%.
- ceux dont la valeur du PTE à l'état brut de trempe est autour de $9,2 \pm 0,2 \mu V \cdot K^{-1}$:
Il s'agit de l'état austénitisé à 1050°C non laminé et des états austénitisés à 1150°C et 1200°C et laminés de 25% et/ou 50%.

Une valeur de PTE de $10,5 \pm 0,1 \mu V \cdot K^{-1}$ correspond à une précipitation totale du carbone et de l'azote.

Pour expliquer ces différences de valeurs, l'une des hypothèses avancées est que les états austénitisés à 1150°C et 1200°C non laminés et ceux austénitisés à 1050°C et laminés de 25% et 50% contiennent 0,04 % en masse de carbone et d'azote de plus (soit environ 31% de la teneur totale) remis en solution solide, par rapport aux autres états métallurgiques.

D'après l'équation 2.2.2, établie par Brachet [Brachet et al., 1995] :

$$\Delta PTE = K_{C+N} \Delta([C] + [N]) \quad (2.2.2)$$

où [C] et [N] sont les concentrations massiques respectives du carbone et de l'azote en solution solide.

Brachet a identifié le paramètre K_{C+N} comme étant égal à $15 \mu V \cdot K^{-1} \cdot \% \text{ masse}^{-1}$ [Brachet et al., 1995]. Caballero a identifié un facteur K_C de $20 \mu V \cdot K^{-1} \cdot \% \text{ masse}^{-1}$ pour un acier Fe-13%Cr-0,45%C-0,38%Ni-0,32%Si-0,44%Mn, proche de la valeur déterminée par Brachet [Caballero et al., 2004]. Ainsi, si tout le carbone et l'azote était remis en solution solide (0,088 % masse de C + 0,04 % masse de N = 0,128% masse totale de C et N), d'après l'équation 2.2.2 :

- avec $K_{C+N} = 15 \mu V \cdot K^{-1} \cdot \% \text{ masse}^{-1}$, la variation de PTE entre un état brut de trempe et revenu à 800°C serait de 1,92. Or c'est exactement la variation de PTE qui est observée entre les états revenus et les états dont la valeur de PTE est de $8,6 \pm 0,1 \mu V \cdot K^{-1}$. Ceci signifierait que ces derniers états, dont les états austénitisés à 1050°C et laminés de 25% et 50%, ont du carbone et d'azote uniquement en solution solide. Par comparaison avec l'état austénitisé à 1050°C, cela indiquerait que l'étape de laminage entraîne une remise en solution solide des NbX et ce n'est pas le cas.
- avec $K_{C+N} = 20 \mu V \cdot K^{-1} \cdot \% \text{ masse}^{-1}$ (Caballero l'utilise uniquement pour décrire le comportement du carbone vis-à-vis du PTE mais il serait pris pour décrire le carbone et l'azote [Caballero et al., 2004]), le carbone et l'azote en solution solide correspondant aux valeurs de PTE sont donnés dans le tableau 2.18.

Valeur PTE ($\mu\text{V.K}^{-1}$)	8,0	8,6	9,2	10,5	9,2 - 8,6 = 0,6
$([C] + [N])_{\text{précipités}}$ (% massique)	0	0,03	0,06	0,13	0,03
Pourcentage $([C] + [N])$ consommé	0	23	46	100	23

Tableau 2.18 – Relation entre la valeur de PTE et le pourcentage de carbone et d'azote précipités (% massique) d'après l'équation 2.2.2.

Or,

$$([C] + [N])_{\text{précipités}} = ([C] + [N])_{\text{total}} - ([C] + [N])_{\text{solutionsolide}} \quad (2.2.3)$$

Et :

$$([C] + [N])_{\text{précipités}} = f_{\text{massique,précipité}} \cdot \% \text{massique}_{\text{précipité}} \quad (2.2.4)$$

avec :

- $f_{\text{massique,précipité}}$, la fraction massique du précipité considéré,
- $\% \text{massique}_{\text{précipité}}$, le pourcentage massique de carbone et d'azote dans le précipité considéré.

Par conséquent, la fraction massique de précipités est égale à :

$$f_{\text{massique,précipités}} = \frac{([C] + [N])_{\text{total}} - ([C] + [N])_{\text{solutionsolide}}}{\% \text{massique}_{\text{précipité}}} \quad (2.2.5)$$

A partir de l'équation 2.2.6, il est possible de remonter à la fraction volumique du précipité :

$$f_{\text{volumique,précipité}} = \frac{f_{\text{massique,précipité}}}{f_{\text{massique,précipité}} + \frac{\rho_{\text{précipité}}}{\rho_{\text{matrice}}} \cdot (1 - f_{\text{massique,précipité}})} \quad (2.2.6)$$

avec $\rho_{\text{précipité}}$ et ρ_{matrice} respectivement les densités volumiques du précipité et de la matrice.

Dans le cas des précipités :

- $\text{Nb}(\text{C}_{0,5}\text{N}_{0,5})$, le pourcentage massique de carbone et azote est de :

$$\frac{0,5.M_C + 0,5.M_N}{0,5.M_C + 0,5.M_N + M_{Nb}} = 12,2\% \text{massique}. \quad (2.2.7)$$

avec M_C , M_N et M_{Nb} les masses molaires, respectivement du carbone égale à 12 g.mol⁻¹, de l'azote égale à 14 g.mol⁻¹ et du niobium égale à 93 g.mol⁻¹.

- $(\text{Fe}_{0,85}\text{Cr}_{0,15})_3\text{C}$, le pourcentage massique de carbone est de :

$$\frac{0,25.M_C}{0,85.0,75.M_{Fe} + 0,15.0,75.M_{Cr} + 0,25.M_{Nb}} = 6,73\% \text{massique}. \quad (2.2.8)$$

avec M_{Fe} , M_{Cr} , les masses molaires, respectivement du fer égale à 56 g.mol⁻¹ et du chrome égale à 52 g.mol⁻¹.

Il a été observé que l'étape de laminage n'avait pas d'effet sur la précipitation des NbX (cf. 2.2.6 de ce chapitre, figure 2.31). Donc la différence de PTE constatée, de $0,6 \pm 0,3 \mu\text{V.K}^{-1}$, qui équivaut à 0,03% massique de $[C+N]_{\text{précipités}}$, entre les états non laminés et laminés, serait exclusivement due à la précipitation des M_3C . Ceci correspondrait à une différence de fraction volumique de M_3C de 0,47%. Il s'agit bien de l'ordre de grandeur des fractions volumiques déduites des expériences de DNPA pour les états ayant un PTE de $9,2 \pm 0,2 \mu\text{V.K}^{-1}$ (cf. tableau 2.17). Cependant, il s'agit de valeurs qui minimisent la fraction volumique de cémentite observés dans ces états puisqu'elle n'a été observée que par DNPA, donc de taille inférieure à 20 nm.

La valeur de PTE de $8,6 \pm 0,1 \mu\text{V.K}^{-1}$ pourrait correspondre à une fraction volumique :

- de $0,24 \pm 0,04\%$ de NbX précipités,
- ou de $0,1\%$ de NbX précipités comme cela est observé expérimentalement et de $0,31 \pm 0,1\%$ de M_3C précipités.

Une deuxième hypothèse pour expliquer les différences de valeurs serait que le PTE est sensible à la quantité d'austénite résiduelle ($\gamma_{\text{résiduelle}}$), figure 2.34. Dans ce cas, il était possible de déduire une relation entre ces deux grandeurs, linéaire afin de pouvoir comparer avec les données de la littérature, équation 2.2.9.

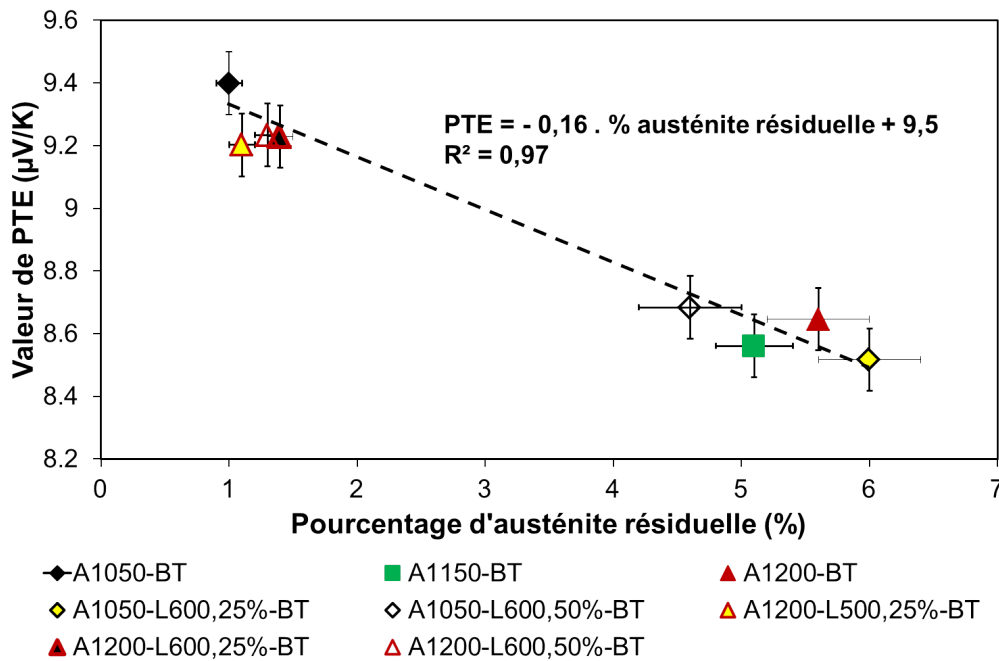


Figure 2.34 – Évolution de la valeur de PTE en fonction du pourcentage d'austénite résiduelle.

$$PTE(\mu V.K^{-1}) = -0,16.\gamma_{résiduelle} + 9,5 \quad (2.2.9)$$

Cette relation n'est pas usuelle. En effet, par exemple, Caballero observe une augmentation du PTE avec la quantité d'austénite résiduelle [Caballero et al., 2004].

Si cette hypothèse est validée¹⁷, il serait alors possible de connaître la quantité d'austénite résiduelle dans un état métallurgique sans avoir à effectuer de la diffraction des neutrons.

Les états revenus

La figure 2.33 montre que la précipitation des états laminés a également lieu entre 400 et 650°C, comme pour les états non laminés et qu'au-delà, le PTE ne variant plus, tout le carbone et l'azote aurait précipité (à la fraction d'équilibre).

Précipités intergranulaires

Concernant les précipités intergranulaires $M_{23}C_6$, observées au MET sur répliques extractives au carbone, il n'est pas observé de variation de composition chimique ou de taille en fonction du pourcentage de réduction en épaisseur, figure 2.35. De plus, à l'identique des états non laminés, appliquer une température de revenu de 780°C augmente légèrement la taille de ces précipités par rapport à un revenu à 700°C ou 750°C.

17. Pour valider l'hypothèse que le PTE est sensible à l'austénite résiduelle, pour l'acier de Grade 91, il faudrait :

- effectuer différents traitements d'austénitisation avec des températures comprises entre 1050°C et 1150°C, supérieures à 1200°C mais inférieures à 1250°C (car il y a un risque de former de la ferrite δ), en espérant que la quantité d'austénite résiduelle soit respectivement comprise entre 1% et 5-6% et supérieure à 6%,
- mesurer par diffraction des neutrons, la quantité d'austénite résiduelle,
- faire des mesures de PTE.

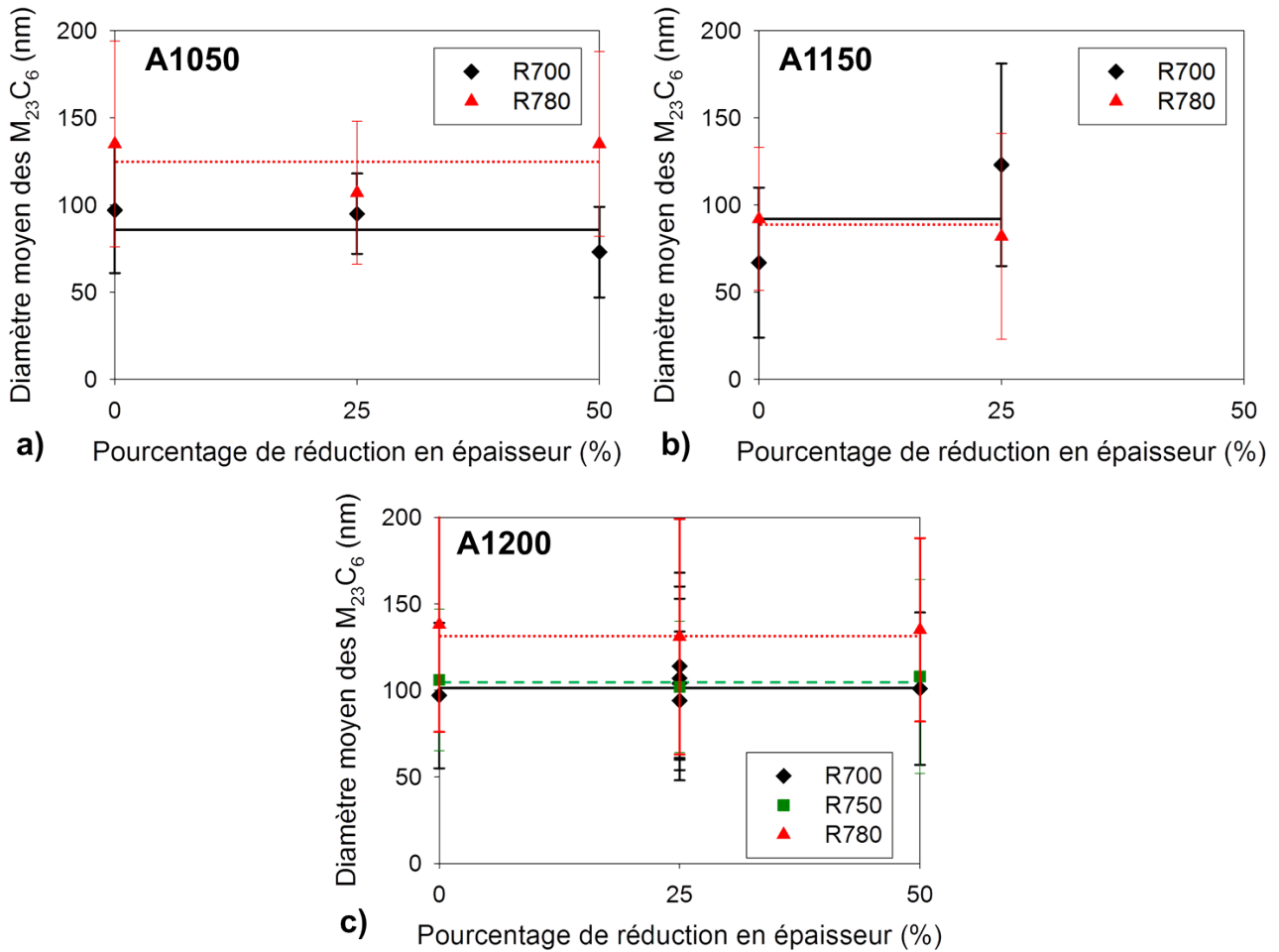


Figure 2.35 – Évolutions du diamètre moyen (moyenne des mesures) des $M_{23}C_6$ en fonction du pourcentage de réduction en épaisseur (observées au MET sur répliques extractives au carbone).

La fraction volumique des précipités $M_{23}C_6$ a été déterminée par diffraction des neutrons par comparaison de l'aire du pic $\{110\}$ apparenté à de la ferrite et de l'aire des pics $\{440\}$, $\{531\}$, $\{442\}$ et $\{600\}$ apparentés à des précipités $M_{23}C_6$. D'après les données EBSD, la matrice n'est pas texturée cristallographiquement. Les résultats sont présentés sur la figure 2.36. Il semblerait que la fraction volumique des précipités $M_{23}C_6$ augmente très légèrement, en moyenne, en fonction du pourcentage de réduction en épaisseur. Or, la fraction volumique maximale de précipités $M_{23}C_6$ est de 1,6% s'il est considéré que tout le carbone se trouve dans ces précipités ($[C]_{total} = 0,088$ % massique). En effet, d'après l'équation 2.2.5, le pourcentage massique de carbone dans un précipité $M_{23}C_6$ est égal à :

$$\frac{6.M_C}{6.M_C + 23.0, 6.M_{Cr} + 23.0, 3.M_{Fe} + 23.0, 1.M_{Mo}} = 5\%_{massique} \quad (2.2.10)$$

La fraction massique maximale de $M_{23}C_6$ est de 1,7%. En convertissant la fraction volumique en fraction massique, selon l'équation 2.2.6, il est obtenu 1,6%. Or, d'après la diffraction des neutrons, des fractions volumiques de $M_{23}C_6$ supérieures sont obtenues dans les états laminés de 25% ou de 50% de réduction en épaisseur par rapport à la fraction volumique maximale déterminée à partir de la composition chimique de la nuance de Grade 91 étudiée. Ceci pourrait indiquer qu'il y aurait un potentiel effet de texturation cristallographique des états laminés qui se répercuterait sur les intensités respectives des pics de diffraction des précipités.

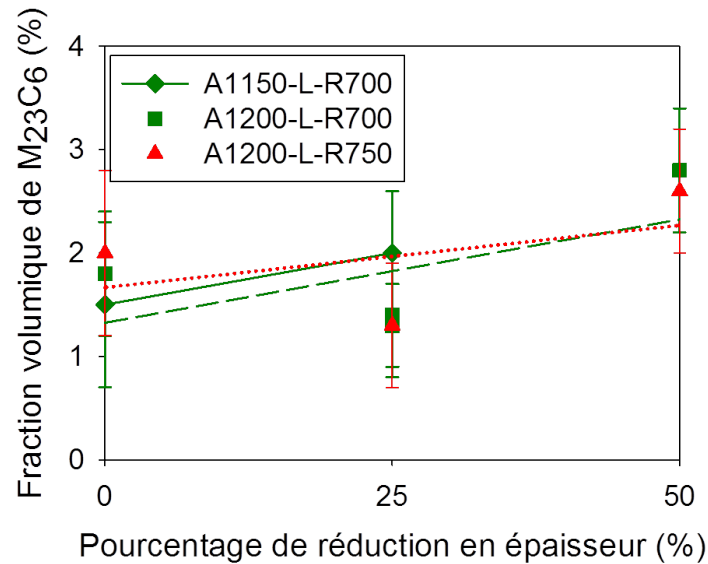


Figure 2.36 – Évolutions de la fraction volumique des $M_{23}C_6$ en fonction du pourcentage de réduction en épaisseur (d'après la diffraction des neutrons).

Précipités intragranulaires

Les trois classes de précipités intragranulaires identifiées dans les états non laminés (- revenus) se retrouvent dans les états laminés (- revenus). Pour rappel :

- *Classe I* : il s'agit des précipités de diamètre inférieur à 5 nm, analysés par DNPA
- *Classe II* : il s'agit des précipités de diamètre compris entre 5 et 15 nm, analysés par DNPA
- *Classe III* : il s'agit de précipités de diamètre supérieur à 10 nm, observés sur répliques extractives au MET.

Nature chimique

Concernant les précipités de classe I ($D < 5\text{nm}$), il semblerait que la composition chimique soit dépendante du pourcentage de réduction en épaisseur, figure 2.37-a. En effet, pour une température de revenu de 700°C , le rapport du contraste magnétique et du contraste nucléaire, A , augmente linéairement en fonction du pourcentage de réduction en épaisseur. Par comparaison avec les valeurs théoriques de A des différents précipités, ces précipités de faibles tailles peuvent être assimilés à des VC, tableau 2.6. Cependant, l'évolution de composition chimique en fonction du pourcentage de réduction en épaisseur indique qu'il s'agirait plus probablement de M_2X . Qui plus est, ils s'appauvrissent en chrome avec l'augmentation du pourcentage de réduction en épaisseur (A diminue avec l'augmentation de la teneur en chrome) d'après Mathon et al. [Mathon et al., 2000]. Les états austénitisés à 1200°C et revenus à 750°C présentent un rapport A maximal pour un pourcentage de réduction en épaisseur de 25%. La chute du rapport A , à une valeur proche de la valeur théorique de A des VC, pour un laminage de 50% de réduction en épaisseur peut être liée au phénomène de recristallisation. Au lieu de germer à partir des précipités M_2X plus ou moins riche en chrome, il est possible que des précipités VC se forment dans la ferrite recristallisée.

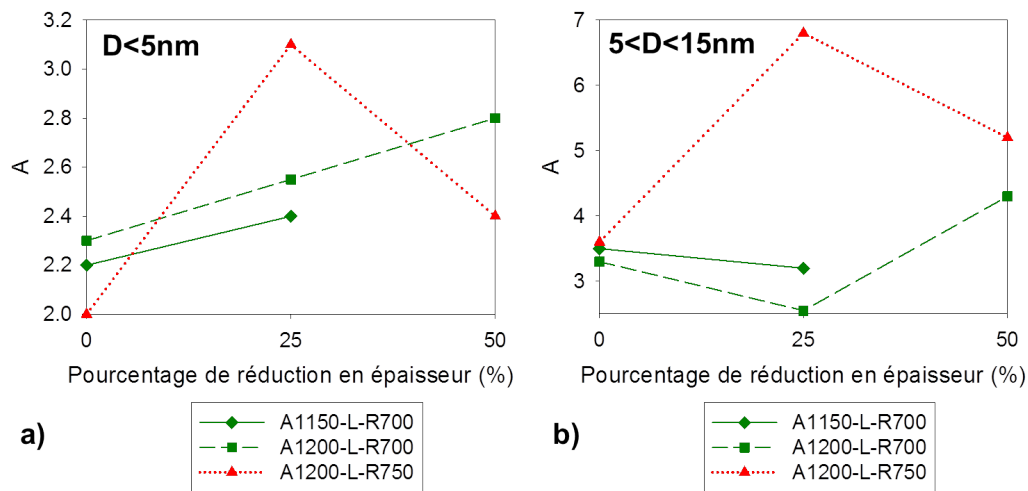


Figure 2.37 – Évolutions du rapport A , obtenu en DNPA, en fonction du pourcentage de réduction en épaisseur.

Pour les précipités de classe II ($5 < D < 15\text{nm}$), l'influence du pourcentage de réduction en épaisseur sur leur composition chimique est complexe.

Pour un laminage de 25% de réduction en épaisseur, on observe :

- une faible diminution du rapport A (et donc un faible enrichissement en chrome) en fonction du pourcentage de réduction en épaisseur pour les états austénitisés à 1150°C et 1200°C et revenus à 700°C. Il convient de noter que pour l'état A1200-L500,25%-R700, le rapport A de la classe II est identique à celui de la classe I.
- une augmentation du rapport A (et donc d'un appauvrissement en chrome) en fonction du pourcentage de réduction en épaisseur pour les états austénitisés à 1200°C et revenu à 750°C.

L'application d'un laminage de 50%, après une austénitisation à 1200°C, inverse cette tendance, on observe :

- une augmentation du rapport A (et donc un appauvrissement en chrome) pour les états austénitisés à 1200°C et revenu à 700°C,
- une diminution du rapport A (et donc un enrichissement en chrome) pour l'état austénitisé à 1200°C et revenu à 750°C.

Ainsi, pour une température de revenu de 700°C, un laminage de 25% conduirait donc à germer des précipités appauvris en chrome par rapport à un état non laminé. Lorsque ces derniers coalescent, leurs compositions chimiques varient moins que pour les états non laminés : ils ne s'appauvrissent pas, ou moins, en chrome. Toujours pour cette même température de revenu et pour un laminage de 50% ou pour une température de revenu de 750°C et pour un laminage de 25%, il semblerait que le laminage entraîne la germination et la croissance de précipités appauvris en chrome par rapport à un état non laminé. Ceci signifie que la cinétique de transformation des M_2X en MX est plus rapide lorsqu'un laminage de 50% est effectué que lorsque l'acier n'est pas laminé pour une température de revenu de 700°C. Un effet d'accélération de la diffusion thermique, via les courts-circuits que constituent les dislocations, n'est pas à exclure. Il peut aussi être envisagé un effet des dislocations en plus grande densité sur la "germination" des précipités.

Pour les précipités de classe III, donc observés au MET sur répliques extractives, il n'est pas constaté de différence de composition chimique des états laminés (- revenus) par rapport aux états non laminés (- revenus). La figure 2.16 reste vérifiée pour les états laminés (- revenus).

Diamètre moyen et fraction volumique

Pour les trois classes de précipités étudiés, l'application d'une étape de laminage en phase austénitique métastable ne va pas avoir d'influence notable sur le diamètre moyen des précipités intragranulaires comme le montre la figure 2.38.

De plus, comme cela a été observé pour les précipités intragranulaires, augmenter la température de revenu à 780°C des états laminés, va également entraîner une croissance des précipités.

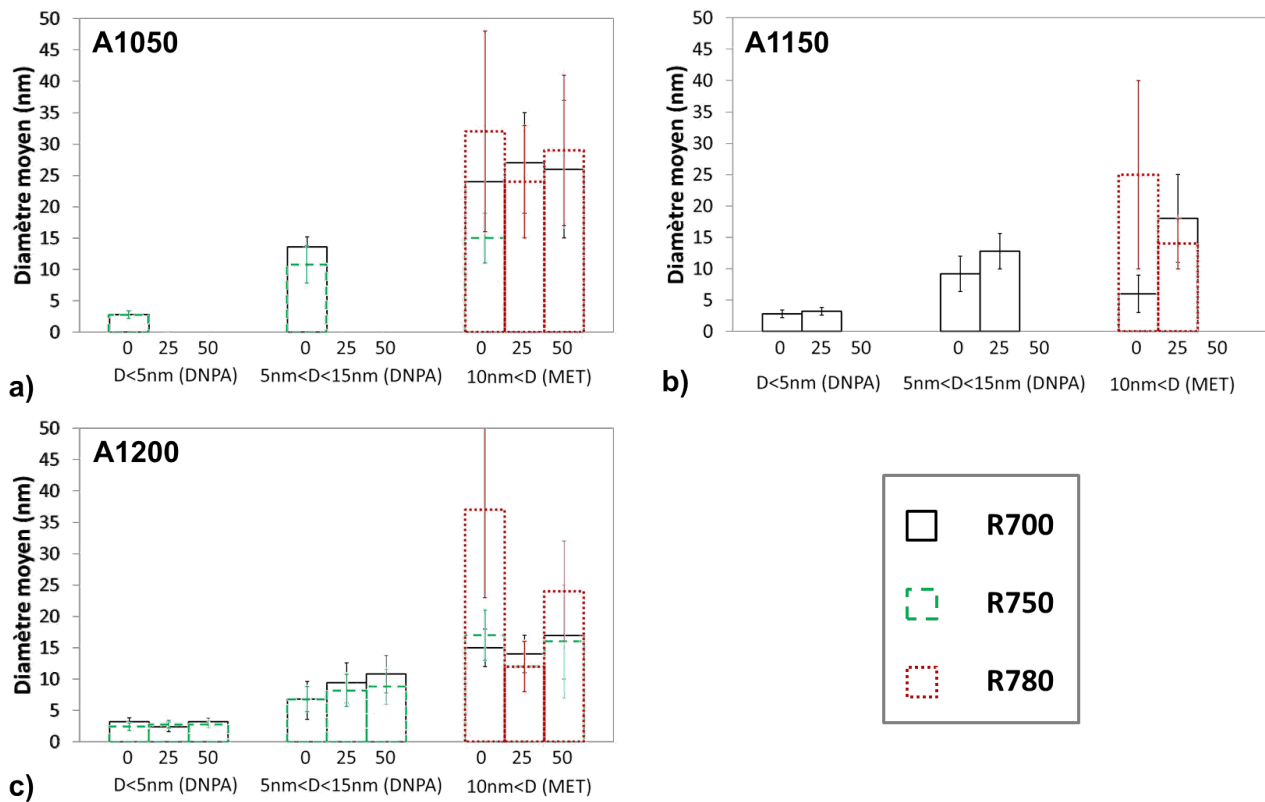


Figure 2.38 – Évolutions des diamètres moyens des précipités intragranulaires en fonction du pourcentage de réduction en épaisseur et de la température de revenu.

L'étape de laminage en phase austénitique métastable ne va également pas avoir d'influence notable sur la fraction volumique des trois classes de précipités intragranulaires, figure 2.39. Cependant, il peut être remarqué que deux états métallurgiques présentent une fraction volumique de précipités intragranulaires, observée sur répliques extractives au carbone, plus faibles que celle des autres états auxquels ils sont comparés. Il s'agit de l'état austénitisé à 1150°C et revenu à 700°C et de l'état austénitisé à 1200°C, laminé de 25% de réduction en épaisseur et revenu à 750°C. Cette différence pourrait être due à la mauvaise qualité des répliques. Après revenu, une diminution de la fraction volumique de toutes les classes de précipités est constatée (10nm < D, observés au MET). Pour la dernière classe, comme cela a été précisé au paragraphe 2.1.5, il est plutôt attendu une augmentation de la fraction volumique en fonction de l'augmentation de la température de revenu. Du fait qu'il existe un recouvrement, en termes de taille, des précipités intragranulaires et des précipités $M_{23}C_6$, il est possible que des précipités intragranulaires soient confondus avec des $M_{23}C_6$.

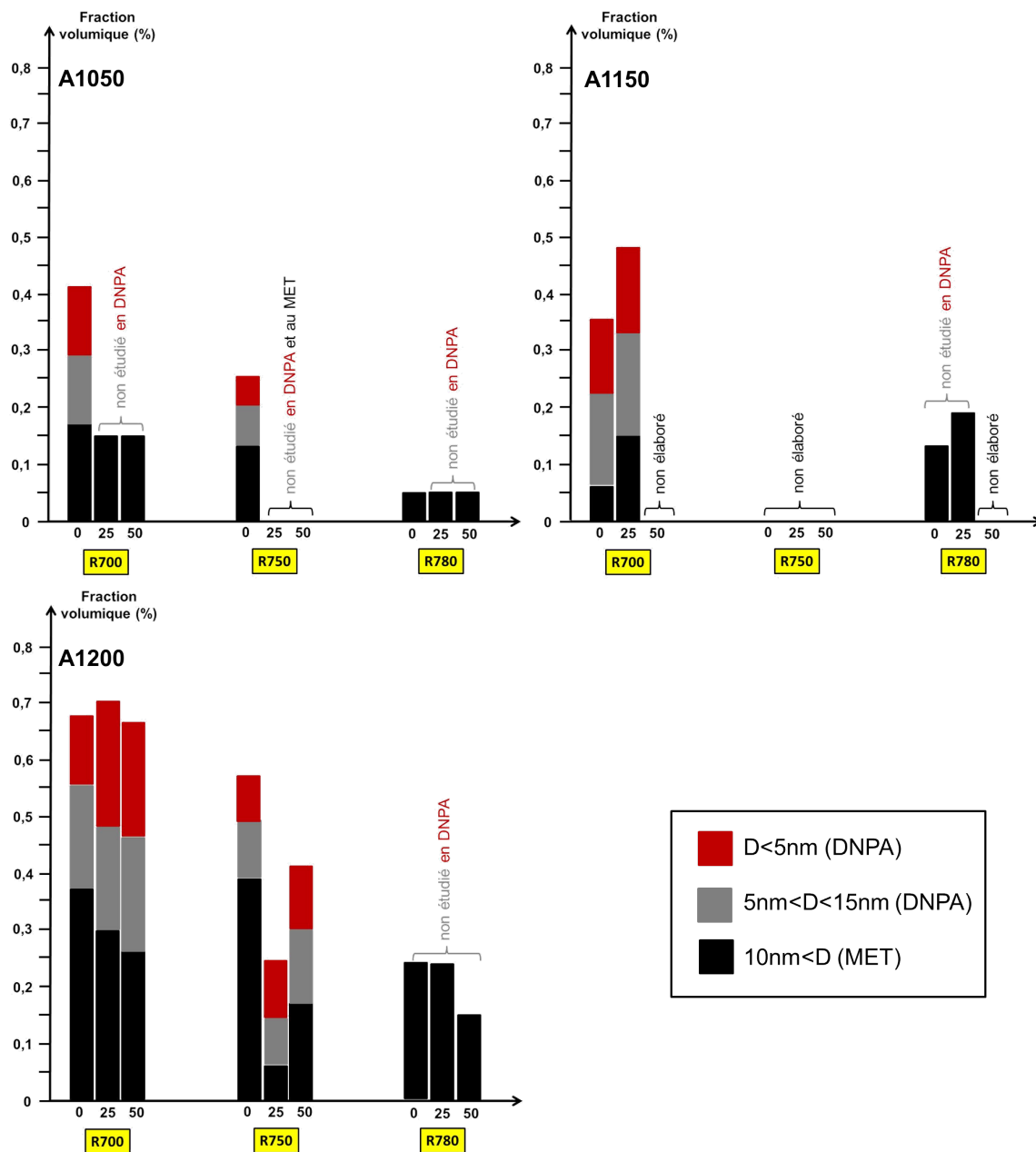


Figure 2.39 – Évolutions des fractions volumiques des précipités intragranulaires en fonction du pourcentage de réduction en épaisseur et de la température de revenu.

D'autre part, l'analyse des fractions volumiques des précipités intragranulaires montrent qu'il existe bien un recouvrement des classes II et III des précipités intragranulaires. En effet, pour l'état austénitisé à 1200°C et revenu à 700°C, la fraction volumique de 0,67% correspond à une quantité de carbone et d'azote consommée de 0,079% massique soit 61% de la quantité totale. Il ne resterait que 0,05% massique de carbone pour former des $M_{23}C_6$, soit 1% volumique. Cette valeur est très inférieure à celles observées expérimentalement.

2.2.7 Bilan sur l'influence d'une étape de laminage en phase austénitique métastable

L'étape de laminage en phase austénitique métastable a pour effet :

- d'allonger les ex-grains d'austénite dans le sens de laminage et dans le sens transverse pour un laminage de 50% de réduction en épaisseur. Cependant, ce phénomène n'est pas observé pour un laminage de 25% de réduction en épaisseur,
- d'affiner les lattes de martensite. Plus le pourcentage de réduction en épaisseur est important, plus les lattes de martensite sont fines,
- d'augmenter la quantité d'austénite résiduelle pour les états austénitisés à 1050°C mais de la diminuer pour les états austénitisés à 1150°C ou 1200°C. Au cours du revenu, l'austénite résiduelle de l'état laminé de 50% de réduction en épaisseur se déstabilise à plus faible température de revenu que l'état non laminé.
- d'augmenter la densité de dislocations. **Il y a bien "héritage" des dislocations introduites en phase austénitique métastable par la martensite.** Ces dislocations introduites au cours du laminage ont tendance à se concentrer au niveau des joints des grains d'austénite et de bandes de cisaillement internes aux grains d'austénite.
- entraîner après revenu à 750°C et 780°C, **une recristallisation partielle seulement dans les états austénitisés à 1200°C et laminés de 50% de réduction en épaisseur, autre marque de l'"héritage" des dislocations introduites en phase austénitique métastable par la martensite.**

Cependant, l'étape de laminage en phase austénitique métastable ne semble pas avoir d'effet important sur les largeurs des blocs de martensite (en dehors des zones fortement déformées ou recristallisées) ainsi que sur la précipitation. Nous n'avons pas observé de différence significative de taille et de fraction volumique entre les états non laminés et laminés (les zones recristallisées n'ont pas pu être observées au MET).

Enfin, la température ou le schéma de laminage (unidirectionnel ou bidirectionnel (croisé), n'ayant pas une influence majeure, leur effet n'a pas été développé dans cette partie.

2.3 Conclusion

L'influence des différentes étapes du traitement thermomécanique de type "austéniformage" sur la microstructure a été étudiée. Il en résulte que :

- **L'étape d'austénitisation**, et notamment l'augmentation de la température d'austénitisation de 1050°C à 1200°C, va essentiellement avoir un impact sur le diamètre des ex-grains d'austénite et sur la largeur des blocs de martensite. La croissance du grain austénitique serait due à la dissolution d'une plus grande quantité de "MX" mais cette étude n'a pas permis de mettre en évidence ce phénomène, probablement à cause d'une précision de mesure insuffisante. De plus, la température d'austénitisation influe sur la quantité d'austénite résiduelle dans les états bruts de trempe. Celle-ci augmente avec la température d'austénitisation. Pour les états revenus, plus la température d'austénitisation est élevée, plus la fraction volumique de précipités intragranulaires est augmentée. Pour tous les autres paramètres microstructuraux : lattes de martensite, dislocations, diamètres de précipités, l'étape d'austénitisation n'a pas d'influence.

La figure 2.40 résume les changements microstructuraux dus à la température d'austénitisation. Chaque paramètre a été normalisé par rapport à celui de l'état austénitisé à 1200°C, température d'austénitisation qui présente les plus grandes valeurs des paramètres microstructuraux étudiés :

- D_γ , le diamètre des ex-grains d'austénite
- Facteur de forme D_γ , le facteur de forme des ex-grains d'austénite,
- B, la largeur des blocs de martensite,
- L, la largeur des lattes de martensite,
- $\gamma_{résiduelle}$, le pourcentage d'austénite résiduelle,
- ρ , la densité de dislocations,
- $D_{M_{23}C_6}$, le diamètre moyen des précipités $M_{23}C_6$,
- $F_v M_{23}C_6$, la fraction volumique des précipités $M_{23}C_6$,
- D_{intra} , le diamètre moyen des précipités intragranulaires,
- $F_v intra$, la fraction volumique des précipités intragranulaires.

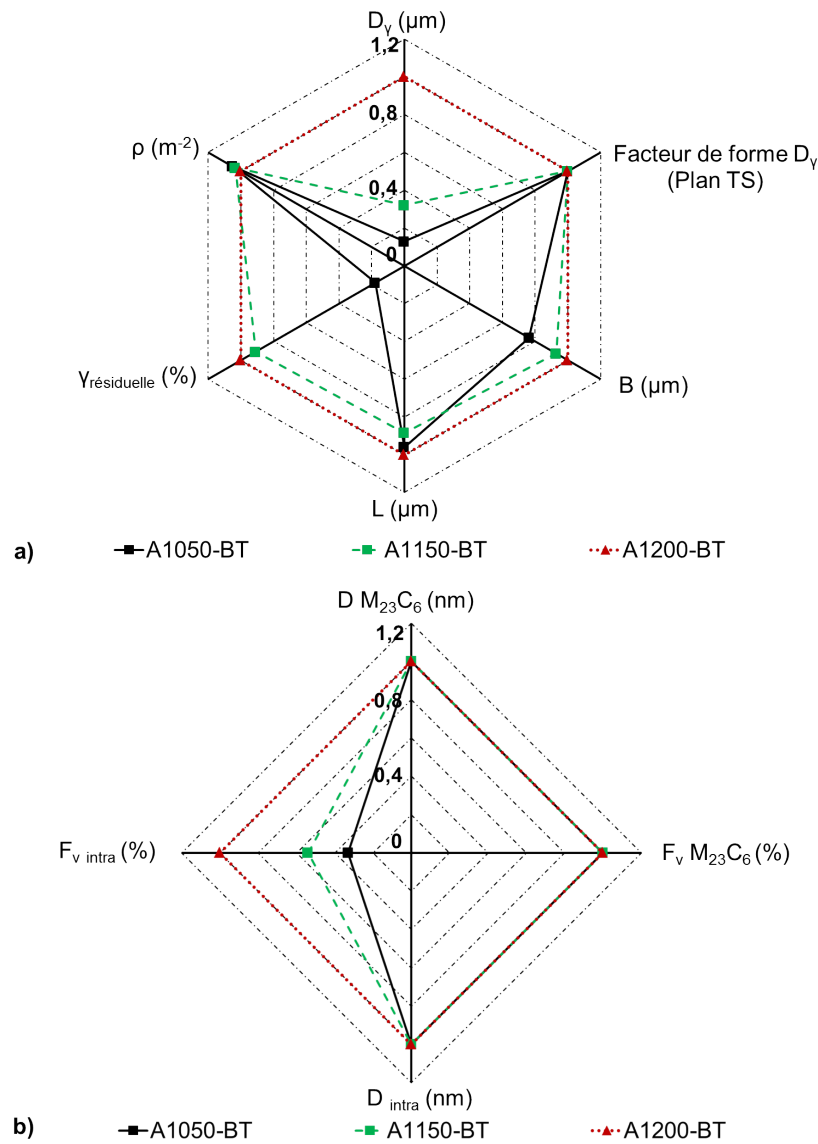


Figure 2.40 – Évolutions des différents paramètres microstructuraux en fonction de la température d'austénitisation.

- **L'étape de laminage** et notamment l'augmentation du pourcentage de réduction en épaisseur de 0 à 50% va avoir pour effet :
 - de texturer morphologiquement les ex-grains d'austénite,
 - d'affiner légèrement les lattes de martensite,
 - d'augmenter la densité de dislocations même si une grande majorité est apportée par la transformation martensitique (au moins 75% ici),
 - d'augmenter (pour les états austénitisés à 1050°C) ou de diminuer (pour les états austénitisés à 1150°C et 1200°C) la quantité d'austénite résiduelle.

En revanche, l'étape de laminage n'influe pas sur les tailles des ex-grains d'austénite et des blocs de martensite. D'autre part, le pourcentage de réduction en épaisseur n'affecte pas la précipitation. La figure 2.41 résume les changements microstructuraux dus au pourcentage de réduction en épaisseur. Chaque paramètre a été normalisé par rapport à celui de l'état laminé de 50% de réduction en épaisseur. Pour représenter l'effet de la température d'austénitisation, la normalisation a été faite par rapport à la température d'austénitisation maximale. Il est fait de même avec le pourcentage de réduction en épaisseur.

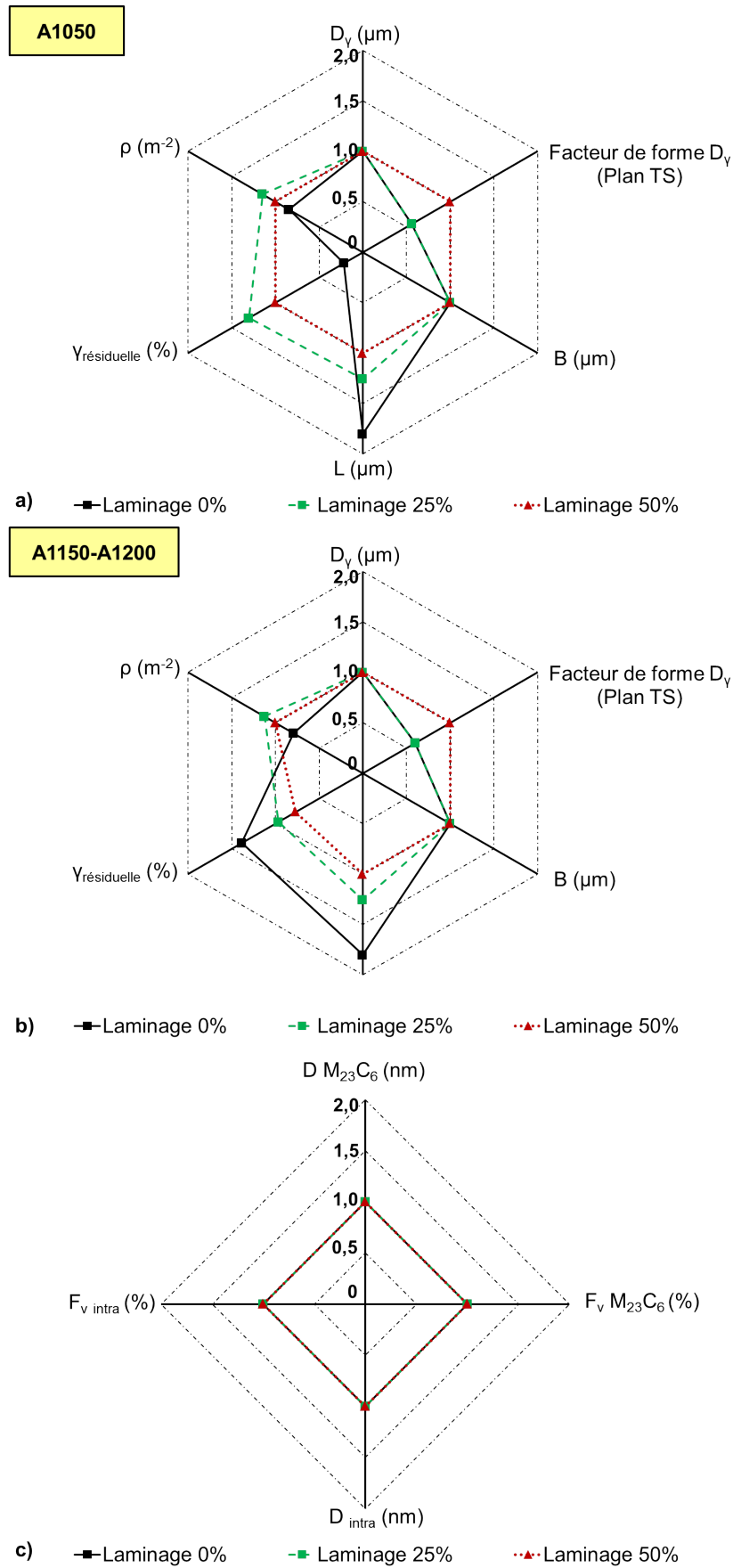


Figure 2.41 – Évolutions des différents paramètres microstructuraux en fonction du pourcentage de réduction en épaisseur : a) pour un état austénitisé à 1050°C - brut de trempe, b) pour un état austénitisé à 1200°C - brut de trempe, et c) pour tous les états revenus (pour toutes les températures d'austénitisation).

- **L'étape de revenu** et notamment l'augmentation de la température de revenu de 700°C à 780°C a pour effet :
 - de diminuer la densité de dislocations. La restauration des dislocations a pu être modélisée et les données expérimentales sont représentées de manière satisfaisante,
 - de déstabiliser l'austénite résiduelle,
 - d'augmenter le diamètre moyen des précipités intergranulaires et intragranulaires,
 - d'augmenter la fraction volumique de tous les précipités excepté pour les précipités intragranulaires, du fait d'un recouvrement de taille des précipités $M_{23}C_6$ et intragranulaires.
- La température de revenu n'a pas d'effet la matrice martensitique.
- La figure 2.42 résume les changements microstructuraux dus à la variation de la température de revenu. Chaque paramètre a été normalisé par rapport à celui de l'état revenu à 780°C. La température de revenu maximale a été choisie pour rester cohérent avec les normalisations effectuées précédemment.

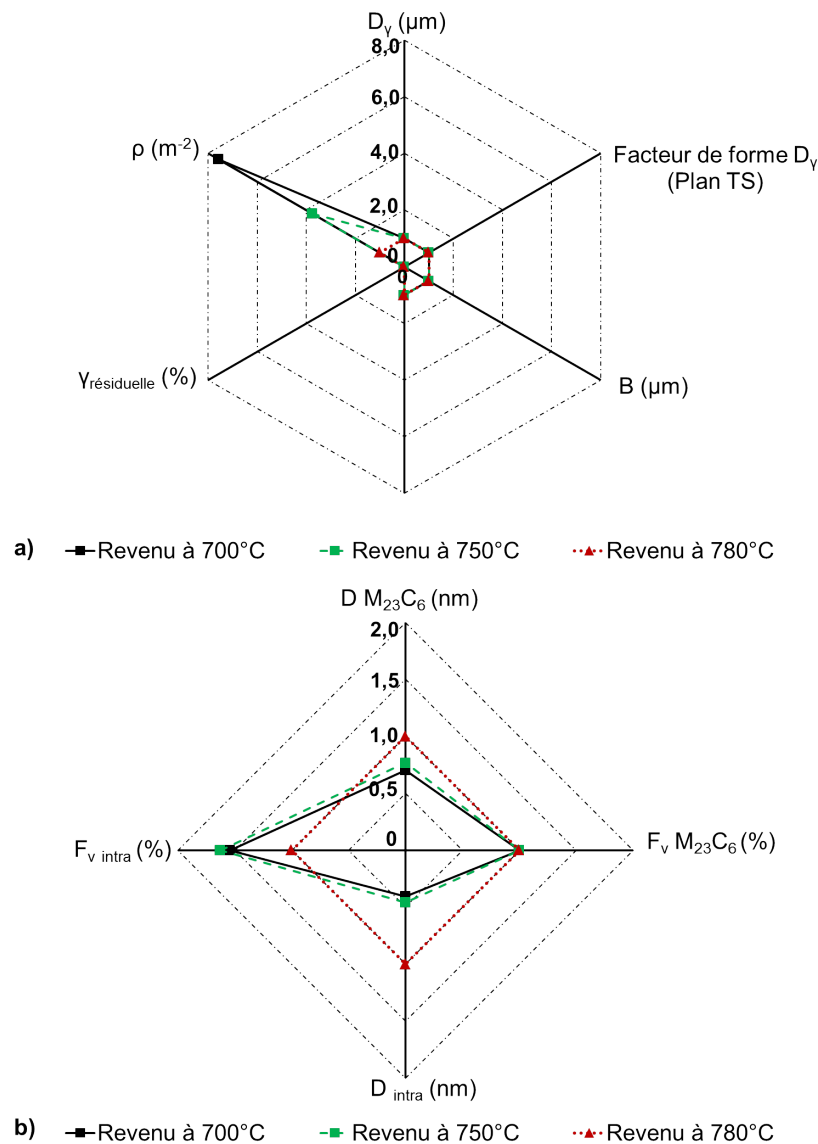


Figure 2.42 – Évolutions des différents paramètres microstructuraux en fonction de la température de revenu.

CHAPITRE 3

Influence du traitement thermomécanique sur les propriétés mécaniques à basse température de l'acier de Grade 91

Ce troisième chapitre a pour but de présenter l'influence de chaque étape du traitement thermomécanique de type "austéniformage" sur les propriétés mécaniques à basse température (20°C). Les propriétés mécaniques ont été synthétisées en établissant deux liens : le premier, entre la dureté et la limite d'élasticité ou la résistance mécanique, le second entre l'allongement total et la striction des éprouvettes de traction. Pour relier ces propriétés mécaniques : dureté, limite d'élasticité et résistance mécanique à la microstructure, un modèle de durcissement structural a été identifié. Dans un dernier temps, l'influence des différents paramètres du traitement de type "austéniformage" sur la résilience est étudiée. Les propriétés mécaniques à basse température de l'acier de Grade 91 de référence de notre étude ont été comparées aux données de la littérature dans le chapitre 1. Dans ce chapitre, nous comparons les propriétés de l'ensemble des états métallurgiques générés à celles de l'acier de Grade 91 de référence.

Sommaire

3.1 Dureté à 20°C	107
3.1.1 Influence d'un "simple" traitement thermique : austénitisation et revenu	107
3.1.2 Influence de l'étape de laminage en phase austénitique métastable	108
3.1.3 Influence de la présence de zones recristallisées	110
3.2 Traction à 20°C	112
3.2.1 Relation linéaire entre la résistance mécanique, la limite d'élasticité et la dureté à 20°C	112
3.2.2 Relation linéaire entre l'allongement total et la striction à 20°C	114
3.2.3 Influence d'un "simple" traitement thermique (austénitisation et revenu) sur l'allongement total	115
3.2.4 Influence de l'étape de laminage en phase austénitique métastable sur l'allongement total	117
3.2.5 Influence de la température et de la direction de laminage sur les propriétés de traction à 20°C	119
3.2.6 Bilan sur la dureté et la traction à 20°C	120
3.3 Modèle de durcissement structural	121
3.3.1 Démarche	121
3.3.2 Etat de l'art	121
3.3.3 Les hypothèses du modèle de durcissement structural	123
3.3.4 Domaine de validité du modèle	124
3.3.5 Identification de la contribution des différents paramètres microstructuraux au durcissement structural	125
3.3.6 Bilan sur le modèle de durcissement structural à 20°C	135
3.4 Résilience	137
3.4.1 Influence d'un "simple" traitement thermique : austénitisation et revenu	137

3.4.2	Influence de l'étape de laminage en phase austénitique métastable	139
3.4.3	Influence du sens de prélèvement des éprouvettes	141
3.4.4	Mécanismes de rupture fragile	142
3.4.5	Bilan sur la résilience	146
3.5	Lien entre la traction à 20°C et la résilience	147
3.5.1	Relations linéaires	147
3.5.2	Compromis entre résistance et ductilité/ténacité	149
3.6	Conclusion	152

3.1 Dureté à 20°C

Dix mesures de dureté Vickers, sous une charge de 500 grammes, ont été effectuées sur les différents états métallurgiques dans le plan TS à la température ambiante.

3.1.1 Influence d'un "simple" traitement thermique : austénitisation et revenu

Influence de l'étape d'austénitisation

L'influence de l'étape d'austénitisation (qui inclue une phase finale de trempe à l'eau) sur la dureté a été déterminée à partir des états métallurgiques austénitisés - bruts de trempe. Comme l'illustre la figure 3.1, augmenter la température d'austénitisation de 1050°C à 1200°C a pour effet de diminuer linéairement la dureté de l'acier de Grade 91 d'environ 7%. Comme cela sera discuté au paragraphe 3.3 de ce chapitre, cette tendance suit principalement l'augmentation de la taille des ex-grains d'austénite ou des largeurs de blocs de martensite. A contrario, la remise en solution solide plus poussée du carbone et de l'azote avec l'augmentation de la température d'austénitisation irait dans le sens d'augmenter la dureté et ce paramètre ne paraît donc pas prépondérant. Enfin, l'austénite résiduelle est considérée comme ayant une influence négligeable sur la dureté du fait de sa faible quantité et du fait qu'elle probablement très contrainte (donc plastifiée) et donc comme ayant une dureté proche de la martensite.

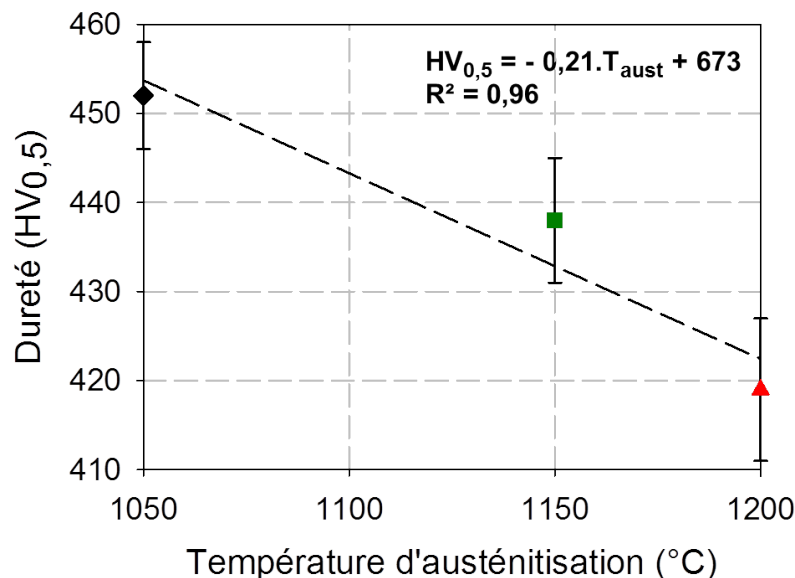


Figure 3.1 – Influence de la température d'austénitisation sur la dureté de la martensite à l'état brut de trempe (temps d'austénitisation de 30 minutes).

Influence de l'étape de revenu

Suivant la température de revenu, les effets sur la dureté diffèrent comme cela est illustré sur la figure 3.1.1 :

- entre 20°C et 400°C : la dureté varie peu,
- à 500°C : la dureté est maximale (pic de "durcissement secondaire"),
- entre 500°C et 800°C : la dureté décroît quasiment linéairement avec l'augmentation de la température de revenu. Cette diminution de la dureté est plus importante pour l'état austénitisé à 1050°C que pour les états austénitisés à 1150°C ou 1200°C. Ainsi, à partir de 600°C, la dureté de l'état austénitisé à 1050°C, au départ supérieure, est toujours inférieure à celles des états austénitisés à 1150°C et 1200°C. Comme cela sera discuté ultérieurement, ceci pourrait être dû à un retard de la restauration des dislocations pour les états austénitisés à 1150°C et 1200°C. Cependant, l'évolution de la densité de dislocations en fonction de la température de revenu n'a été étudiée que pour l'état austénitisé à 1200°C.

De plus, un point d'inflexion est observé à 650°C pour l'état austénitisé à 1050°C et celui austénitisé à 1150°C : la dureté semble chuter plus fortement. C'est ce qui est observé dans le chapitre 2, à la figure 2.9. Il est probable que ce point d'inflexion soit aussi présent pour l'état austénitisé à 1200°C mais la

dureté n'a pas été mesurée pour cette condition. Comme évoqué au chapitre 2 (cf. figure 2.8), dans cette gamme de température, la densité de dislocations pour l'état austénitisé à 1200°C diminue fortement.

Le deuxième paramètre microstructural qui évolue en fonction de la température de revenu est la précipitation. Les états austénitisés à 1150°C et à 1200°C puis revenus présentaient une fraction volumique de précipités intragranulaires supérieure à celle de l'état austénitisé à 1050°C (cf. chapitre 2, paragraphe 2.1.5). Ceci pourrait expliquer la diminution de dureté moins importante pour les états austénitisés à 1150°C et 1200°C qu'à 1050°C du fait d'un mécanisme de durcissement structural de type "Orowan" par exemple.

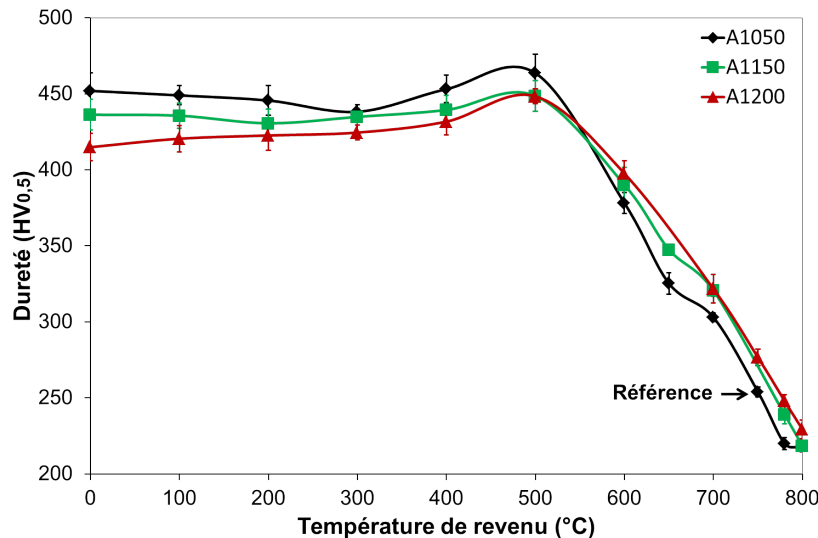


Figure 3.2 – Influence de la température de revenu sur la dureté (temps de revenu de 1 heure). Certains points du graphique présentent des barres d'erreur inférieures à l'épaisseur du point.

3.1.2 Influence de l'étape de laminage en phase austénitique métastable

L'influence de l'étape de laminage en phase austénitique métastable a été évaluée avec et sans l'étape de revenu. La dureté augmente en fonction du pourcentage de réduction en épaisseur sur les états bruts de trempe, figure 3.3, et sur les états revenus, figures 3.4 et 3.5. Des droites ont été tracées pour illustrer cette tendance. Ces observations sont conformes à celles d'autres auteurs [Lips and Zuilen, 1954]¹, [Ravizza, 1964]², [Cho et al., 2010]³.

Pour les états laminés bruts de trempe (cf. figure 3.3), cette variation est plus importante pour les états austénitisés à 1150°C et 1200°C (coefficient de la droite de 2) que pour l'état austénitisé à 1050°C (coefficient de la droite de 0,6). Ceci constitue une preuve supplémentaire que l'austénite métastable n'est pas exactement la même après une austénitisation à 1050°C qu'à 1150°C ou 1200°C.

Cette augmentation systématique de la dureté en fonction du pourcentage de réduction en épaisseur peut être attribuée principalement à l'augmentation de la densité de dislocations et/ou à un effet de tailles des grains/lattes puisque le laminage a un effet inverse sur la quantité d'austénite résiduelle. En effet, lorsque l'acier est austénitisé à 1150-1200°C, l'étape de laminage diminue la quantité d'austénite résiduelle, ce qui devrait aller plutôt dans le sens d'un durcissement de la structure brute de trempe.

D'autre part, l'augmentation de dureté, due à l'étape de laminage en phase austénitique métastable, est beaucoup moins importante sur les états revenus que sur les états bruts de trempe. En effet, les coefficients des pentes sont moins élevés, figure 3.4 et figure 3.5. Il semblerait donc que le revenu efface une partie du gain de dureté/résistance introduit par le laminage en phase austénitique métastable, et cela, d'autant plus que la température de revenu est élevée.

On notera de manière globale que tous les états métallurgiques élaborés au cours de cette thèse présentent une dureté supérieure à celle de l'état de référence (cf. Annexes A.2.1 et C.1).

1. Fe-4,5Ni-1,5Cr-0,35C : aucune information sur les conditions de traitement thermomécanique.

2. Fe-4Ni-1,7Cr-0,4C-0,55Mo : austénitisé à 850°C pendant 120 secondes, refroidi au four, déformé par laminage à 280, 400 ou 600°C de 35%, avec des vitesses de 19,5 ou 26,0 ou 32,5 ou 39,0 m.min⁻¹.

3. Fe-13,2Co-8,1Ni-3,9Cr-1,5Mo-0,3C : austénitisé à 1050°C pendant 60 minutes, refroidi à l'air, déformé par laminage à 600°C de 75% (en 3 ou 4 passes), trempé à une vitesse de 10°C.s⁻¹, revenu à 475°C pendant 1 à 50h.

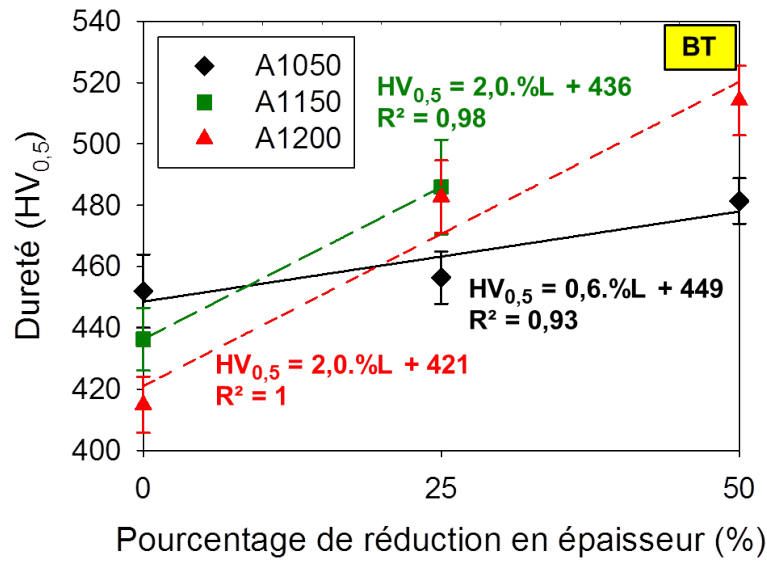


Figure 3.3 – Influence du pourcentage de réduction en épaisseur en phase austénitique métastable sur la dureté pour les états métallurgiques bruts de trempe.

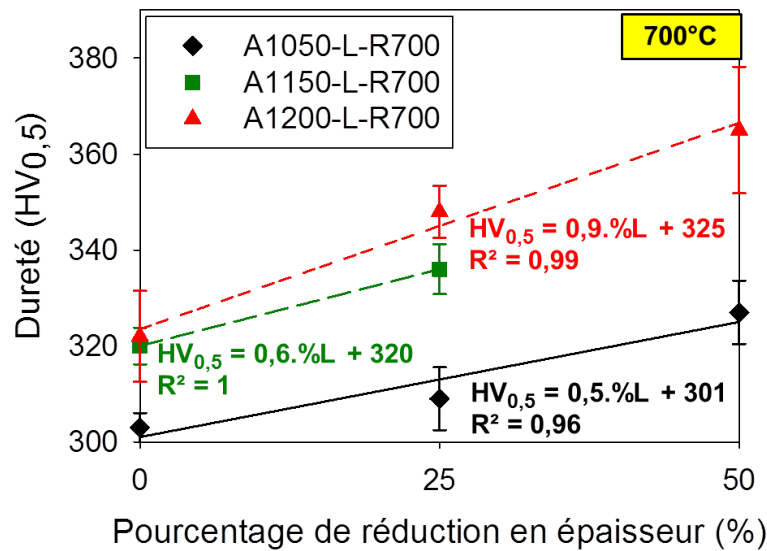


Figure 3.4 – Influence du pourcentage de réduction en épaisseur en phase austénitique métastable sur la dureté pour les états métallurgiques revenus pendant 1 heure à 700°C.

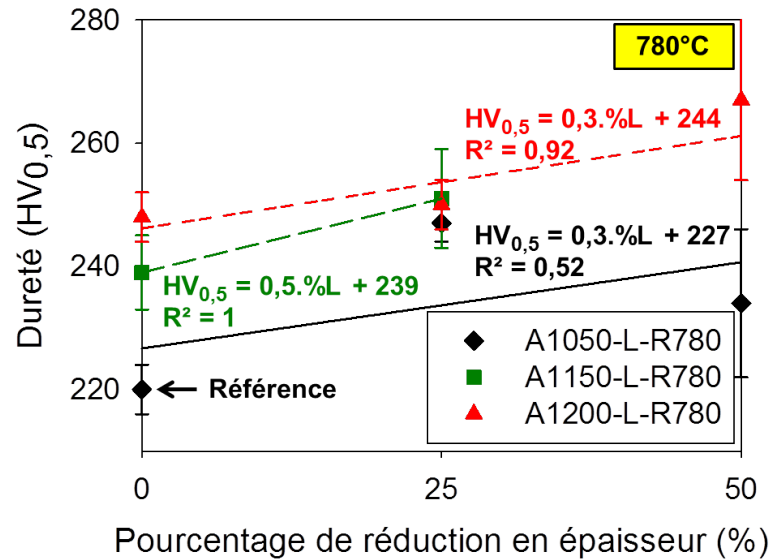


Figure 3.5 – Influence du pourcentage de réduction en épaisseur en phase austénitique métastable sur la dureté pour les états métallurgiques revenus pendant 1 heure à 780°C.

3.1.3 Influence de la présence de zones recristallisées

Afin de voir s'il existe une différence de dureté entre la martensite et les zones recristallisées, des pointés de dureté Vickers, sous une charge de 50 grammes, ont été effectués sur l'état A1200-L600,50%-R780. Les conditions expérimentales : charge de 50 grammes et l'état métallurgique ont été choisies pour que la dureté mesurée soit sensible aux zones recristallisées ou à la martensite. Ainsi, l'état qui présente les plus grandes zones recristallisées et la plus petite charge du microduromètre à disposition ont été sélectionnés. Il a également été possible de faire des pointés de dureté Vickers uniquement dans la martensite, sous une charge de 500 grammes, afin de pouvoir comparer avec la dureté Vickers des autres états métallurgiques. Les valeurs de dureté sont notées dans le tableau 3.1. Les zones recristallisées présentent une diminution de dureté quasiment égale à 80 ± 15 HV_{0,5} par rapport à la martensite. De plus, bien que les charges pour effectuer la mesure de dureté ne soient pas les mêmes, les zones recristallisées présentent une dureté inférieure à l'état de référence, A1050-R780, mais une dureté supérieure à celle de la même nuance de Grade 91 purement ferritique [Wident, 2004]. La chute de dureté entre la martensite et les zones recristallisées est très probablement liée à la disparition des dislocations dans les zones recristallisées.

HV _{0,5} martensite	HV _{0,05} martensite	HV _{0,05} zones recristallisées	HV _{0,5} A1050-R780	HV _{0,5} Grade 91 purement ferritique
267 ± 4	272 ± 7	197 ± 14	220 ± 4	153 ± 5

Tableau 3.1 – Dureté Vickers moyenne de la martensite et des zones recristallisées de l'état A1200-L600,50%-R780, de l'état de référence et de la même nuance de Grade 91 purement ferritique [Wident, 2004].

Lorsque le temps de revenu est augmenté à 1+4 heures, à 780°C, la dureté dans la martensite de l'état A1200-L600,50%-R750, revenu à 780°C pendant 1 heure diminue fortement d'environ 60 ± 10 HV_{0,05}, tableaux 3.1 et 3.2. Ceci peut être lié à une restauration des dislocations plus avancée dans la martensite qui peut également conduire au grossissement des lattes ou des blocs, comme cela est observé. En revanche, la dureté des zones recristallisées ne semble pas évoluer significativement avec le temps de revenu. Les zones recristallisées sont déjà nettoyées de dislocations. La dureté ne peut pas baisser significativement.

Plan	TS	LS	LT
HV_{0,05} martensite	208 ± 10	218 ± 19	220 ± 11
HV_{0,05} zones recristallisées	160 ± 12	175 ± 7	175 ± 9

Tableau 3.2 – Dureté Vickers moyenne de la martensite et des zones recristallisées de l'état A1200-L600,50%-R750, revenu à 780°C pendant 1+4 heures.

3.2 Traction à 20°C

Un essai de traction à 20°C par état métallurgique a été réalisé, à l'exception de l'état A1200-BT, où trois essais ont été effectués car la première éprouvette a rompu de manière singulière. La vitesse de déformation initiale appliquée est de 7.10^{-4} s^{-1} afin de pouvoir comparer avec les essais de traction réalisées par Hollner et al. [Hollner et al., 2010]. Les éprouvettes, dont la géométrie est présentée en annexe C.2, ont été prélevées dans le sens de laminage. Quelques courbes de traction sont représentées à la figure 3.6.

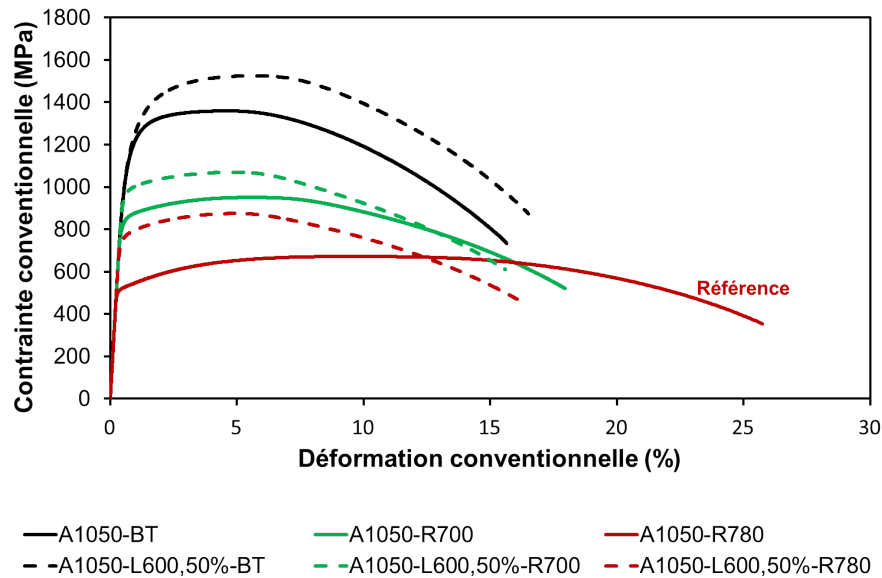


Figure 3.6 – Courbes de traction à 20°C de quelques états métallurgiques.

Hormis pour l'état "de référence" (A1050-R780), tous les autres états métallurgiques présentent un début de striction entre 3 et 6% de déformation. Par conséquent, l'influence des différentes étapes du traitement thermomécanique de type "austéniformage" sur l'allongement sous charge maximale ne sera pas étudié. D'autre part, pour une même température de revenu, les états laminés présentent une limite d'élasticité et une résistance mécanique supérieure à celles des états non laminés sans perte significative d'allongement total, sauf pour l'état A1050-L600,50%-R780, s'il est comparé à l'état de référence, A1050-R780.

3.2.1 Relation linéaire entre la résistance mécanique, la limite d'élasticité et la dureté à 20°C

Il a été possible de relier la résistance mécanique (R_m), figure 3.8, et la limite d'élasticité ($R_{p0,2\%}$), figure 3.7, à la dureté à 20°C⁴. Il suffit donc de multiplier la dureté :

- par $2,6 \pm 0,4$ pour obtenir la limite d'élasticité ($R_{p0,2\%}$) (soit une erreur d'environ 15%),
- par $3,0 \pm 0,4$ pour obtenir la résistance mécanique (R_m) (soit une erreur d'environ 15%).

4. Puisque tous les états métallurgiques sont représentés dans ce graphique, le code couleur utilisé est différent de celui utilisé au chapitre 2. Les points en noir représentent les états bruts de trempe, les points en vert, les états revenus à 700°C, les points en orange, les états revenus à 750°C et les points en rouge, les états revenus à 780°C. Les symboles distinguent, quant à eux, la température d'austénitisation et le pourcentage de laminage.

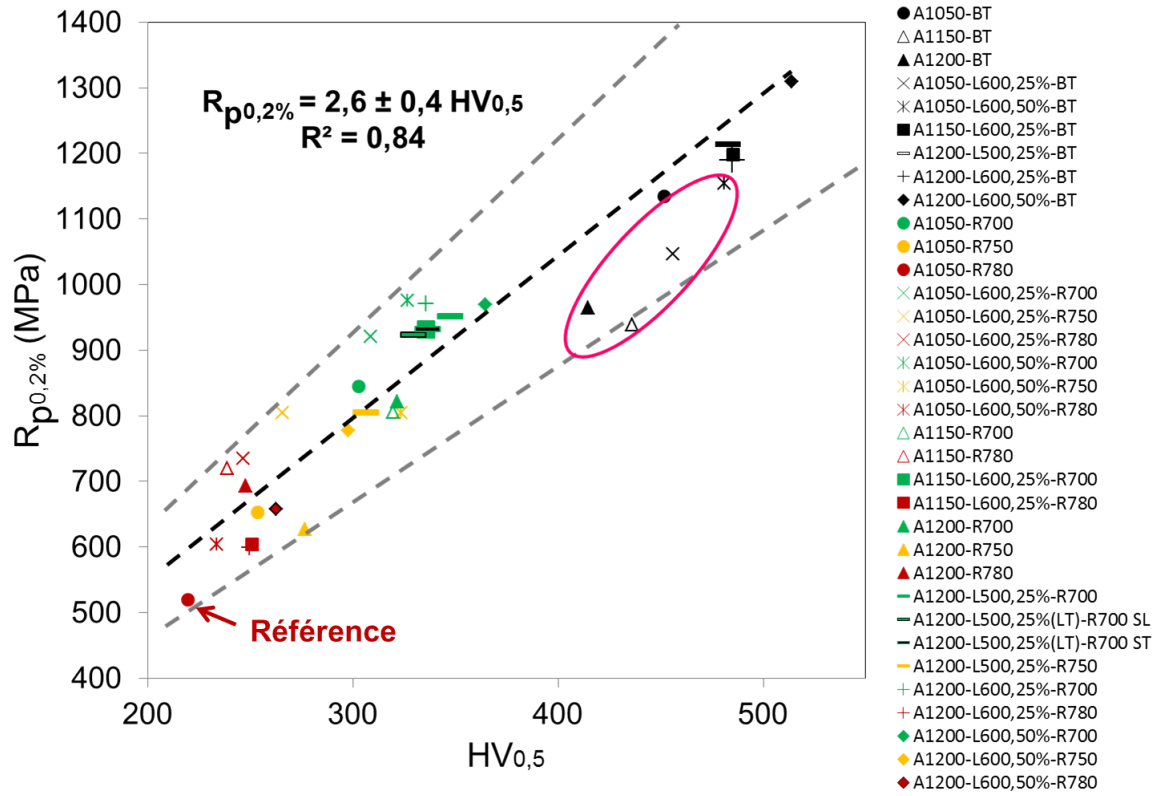


Figure 3.7 – Relation de linéarité entre la limite d'élasticité ($R_{p0,2\%}$) et la dureté ($HV_{0,5}$) à 20°C. Les états métallurgiques entourés en rose sont ceux ayant les pourcentages d'austénite résiduelle les plus élevés (entre 5 et 6%).

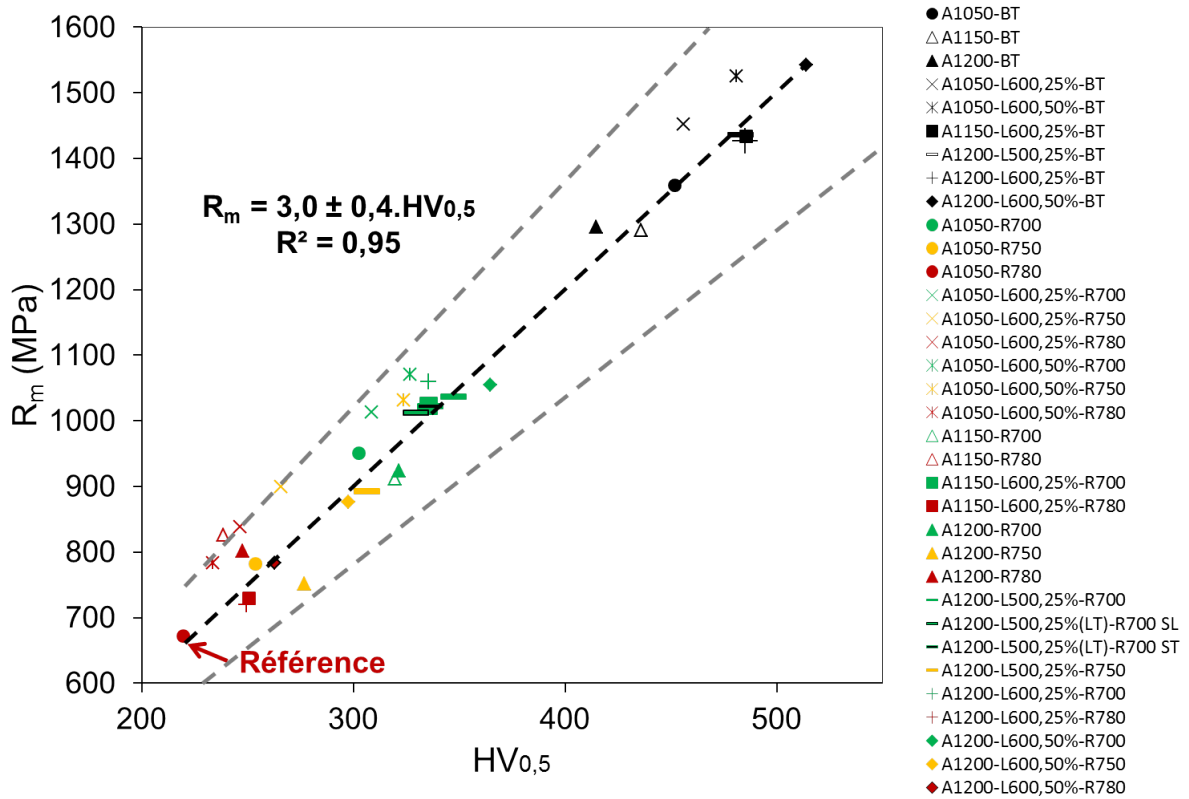


Figure 3.8 – Relation de linéarité entre la résistance mécanique (R_m) et la dureté ($HV_{0,5}$) à 20°C.

Ainsi, les effets des différentes étapes du traitement thermomécanique de type "austéniformage" établis précédemment sur la dureté, paragraphe 3.1, sont transposables à la résistance mécanique (R_m) et à la limite d'élasticité ($R_{p0,2\%}$).

D'autre part, les états A1200-L600,50%-R750 (losange orange) et A1200-L600,50%-R780 (losange rouge) comportent des zones recristallisées et ils ne constituent pas des points singuliers dans les figures 3.8 et 3.7. La limite d'élasticité et la résistance mécanique varient bien proportionnellement à la dureté selon les coefficients déterminés à partir de tous les états métallurgiques. Or, la dureté mesurée est uniquement celle de la matrice martensitique revenue (et non celle des zones recristallisées). Par conséquent, il semblerait que les zones recristallisées n'ont pas d'influence sur la limite d'élasticité et la résistance mécanique, probablement dû à la faible proportion volumique de ces zones dans les deux états métallurgiques.

De plus, les états A1150-BT, A1200-BT, A1050-L600,25%-BT et A1050-L600,50%-BT (entouré en rose sur la figure 3.7), qui comportent les plus forts pourcentages d'austénite résiduelle (5 à 6%), présentent une limite d'élasticité plus faible que celle attendue si la dureté est multipliée par un facteur 2,6 mais une résistance mécanique très proche de celle attendue si la dureté est multipliée par un facteur 3,0. L'une des hypothèses serait que l'austénite résiduelle, présente dans les états métallurgiques, se transforme lorsque ces derniers sont sollicités en traction (à l'instar des aciers TRIP : TRansformation Induced Plasticity). L'autre hypothèse serait que l'austénite reste stable dans l'acier et est plus écrouie que la martensite au cours de l'essai de traction⁵. Enfin, comme pour la dureté, la limite d'élasticité et la résistance mécanique des états métallurgiques étudiés au cours de cette thèse sont supérieures de respectivement au minimum 79 MPa et 48 MPa par rapport à l'état de référence (A1050-R780).

3.2.2 Relation linéaire entre l'allongement total et la striction à 20°C

Pour tous les états métallurgiques étudiés, il existe une relation de proportionnalité entre l'allongement total (A_t) et la striction (Z), tous deux définis dans le paragraphe C.2.2, à 20°C, figure 3.9. Ainsi, dans la suite de ce paragraphe, l'influence des différentes étapes du traitement de type "austéniformage" ne sera étudié que pour l'allongement total. Cependant, les tendances décrites seront également applicables pour la striction à 20°C.

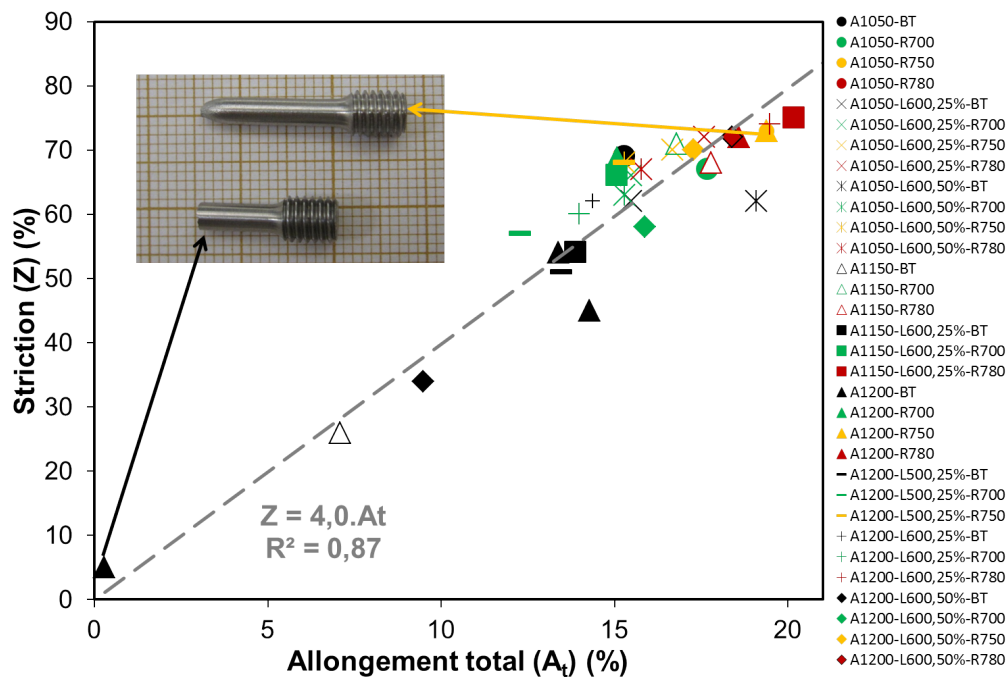


Figure 3.9 – Relation de linéarité entre l'allongement total (A_t) et la striction (Z) à 20°C.

5. Pour valider une hypothèse plutôt que l'autre, il faudrait effectuer des essais de traction interrompus à 1%, 2%,..., sur ces états bruts de trempe, et contrôler la quantité d'austénite résiduelle par diffraction des neutrons.

3.2.3 Influence d'un "simple" traitement thermique (austénitisation et revenu) sur l'allongement total

Influence de l'étape d'austénitisation

Afin de déterminer l'influence de la température d'austénitisation sur l'allongement total, seuls les états austénitisés - bruts de trempe sont étudiés. Les courbes de traction de ces états sont représentées à la figure 3.10. Trois courbes présentent un comportement ductile. Des cupules sont observées sur les faciès de rupture des éprouvettes, pour les états austénitisés à 1050-BT et 1200-BT (pour ce dernier état 2/3 courbes). Pour les états austénitisés à 1150-BT et à 1200-BT (pour ce dernier état 1/3 courbe), la courbe présente un comportement plastique-fragile. L'étude du faciès de rupture de ces éprouvettes présente essentiellement du clivage avec une faible quantité de liserés avec des cupules. Il n'a pas été constaté d'amorçage de fissure sur un défaut d'usinage ou la présence de rupture intergranulaire. De plus, les éprouvettes de l'état A1200-BT ont été prélevées à proximité l'une de l'autre.

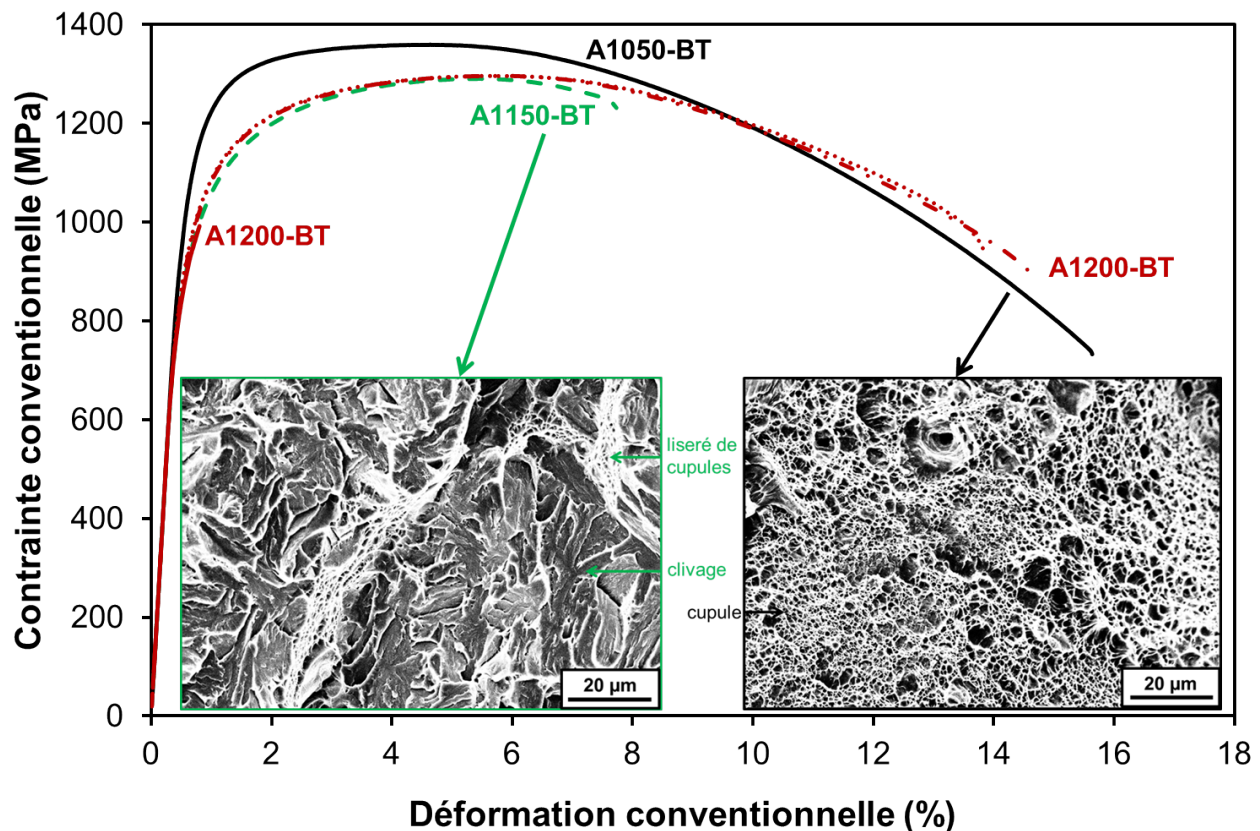


Figure 3.10 – Courbes de traction des états austénitisés - bruts de trempe et faciès de rupture associés pour les états A1050-BT (en noir), A1150-BT (en vert) et A1200-BT (en rouge).

La sensibilité à la rupture fragile des états austénitisés à 1150°C et 1200°C serait principalement due à l'augmentation de la taille, soit des ex-grains d'austénite, soit des blocs de martensite. En effet, pour une température donnée, comme l'illustre le schéma 3.11, lorsque la taille des grains est augmentée la limite d'élasticité et la contrainte microscopique pour la rupture par clivage sont diminuées. Cette dernière pourrait décroître plus fortement que la limite d'élasticité avec l'augmentation de la taille des grains. Pour une température (basse) donnée, il existerait alors une taille de grain " d^* " où la contrainte (dans une hypothèse de mécanisme de type Hall-Petch) pour la rupture par clivage devient égale à la limite d'élasticité. Au-dessus de cette taille critique " d^* ", le matériau serait fragile, en-dessous, il serait ductile [François et al., 1995].

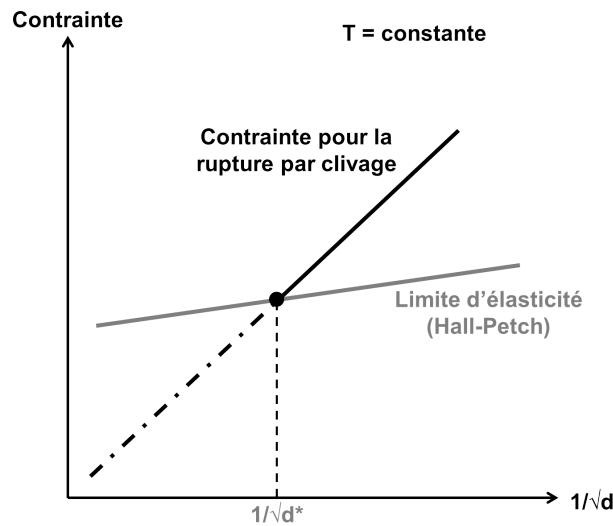


Figure 3.11 – Variation de la contrainte microscopique à rupture par clivage et de la limite d'élasticité en fonction de la taille du grain, pour une température donnée, pour un acier ferritique [Tetelman and McEvily, 1967].

Du fait qu'il existe une dispersion relativement importante des mesures, notamment pour l'état austénisé à 1200°C - bruts de trempe, il est difficile de conclure rigoureusement quant à l'influence de la température d'austénitisation sur l'allongement total.

Influence de la température de revenu

D'après la figure 3.12, l'allongement total augmente avec la température de revenu. Cependant, la variation entre 700 et 780°C est moins importante dans le cas des états austénisés à 1150°C et 1200°C que dans le cas de l'état austénisé à 1050°C. Ceci pourrait être dû à une restauration plus poussée des dislocations ou à une plus faible fraction volumique de précipités intragranulaires, dans l'état de référence, A1050-R780, par rapport aux états A1150-R780 et A1200-R780, comme cela a été évoqué au paragraphe 3.1 de ce chapitre.

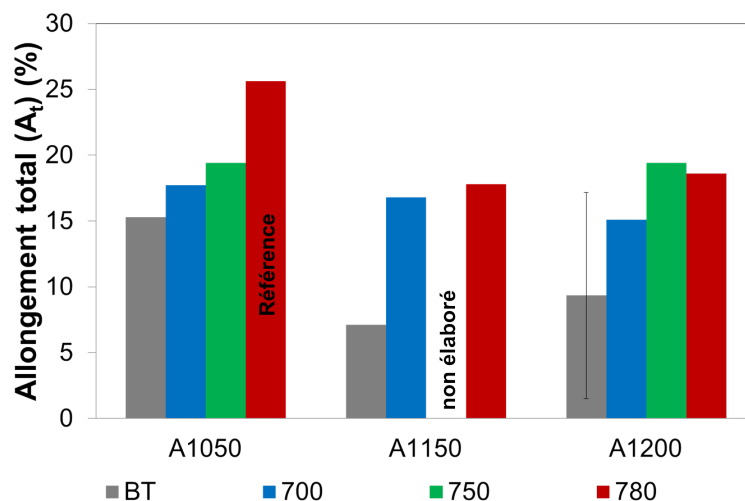


Figure 3.12 – Influence de la température de revenu sur l'allongement total (A_t).

L'ensemble des états revenus ne présente pas de sensibilité à l'endommagement par clivage en traction à 20°C, conformément au fort adoucissement de leur microstructure par rapport aux états trempés. Ceci est schématisé sur la figure 3.13 qui illustre l'effet de diminution de la température de transition ductile/fragile liée à la baisse de la limite d'élasticité au revenu.

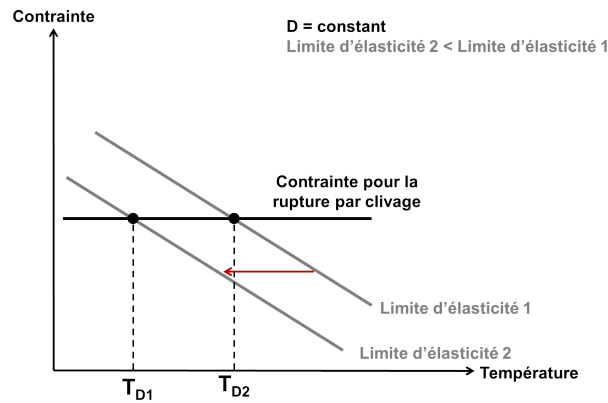


Figure 3.13 – Influence schématique de la baisse de la limite d'élasticité sur la température de rupture microscopique par clivage en traction uniaxiale.

3.2.4 Influence de l'étape de laminage en phase austénitique métastable sur l'allongement total

États laminés - bruts de trempe

Concernant les états bruts de trempe, l'application d'une étape de laminage en phase austénitique métastable ne dégrade pas l'allongement total (A_t), ni par conséquent, la ductilité. Il semblerait même qu'elle soit légèrement augmentée, notamment pour l'état austénitisé à 1050°C et laminé de 50% et les états austénitisés à 1150°C et 1200°C, laminés de 25% où la rupture est de type ductile (au lieu de fragile lorsque les états ne sont pas laminés). En revanche, pour l'état austénitisé à 1200°C, laminé à 50% de réduction en épaisseur, il n'est pas constaté d'amélioration de l'allongement total. L'étude du faciès de rupture indique même une rupture par clivage. Ce résultat pose question. Il a été montré au paragraphe 3.1.2 que l'application d'une étape de laminage en phase austénitique métastable entraînait une augmentation de la dureté, et par conséquent, de la limite d'élasticité et de la résistance mécanique. Donc, d'après le schéma, figure 3.13, à contrainte critique de clivage constant, les états laminés devraient être encore plus sensibles à la rupture par clivage. Ceci indique qu'un paramètre microstructural supplémentaire pourrait jouer favorablement vis-à-vis de la résistance à la rupture par clivage. On peut alors invoquer un effet bénéfique d'une plus grande quantité d'austénite résiduelle sur l'allongement total [Zhang et al., 2010]. Ceci serait cohérent avec les états austénitisés à 1050°C où la quantité d'austénite résiduelle est de 5-6% dans les états laminés et d'environ 1% dans les états non laminés mais incohérent avec les états austénitisés à 1150°C et 1200°C où les quantités d'austénite résiduelle sont inversées entre les états non laminés et laminés.

Il peut également être noté que la température de laminage (500°C ou 600°C) a peu d'effet sur l'allongement total des états bruts de trempe, figure 3.14.

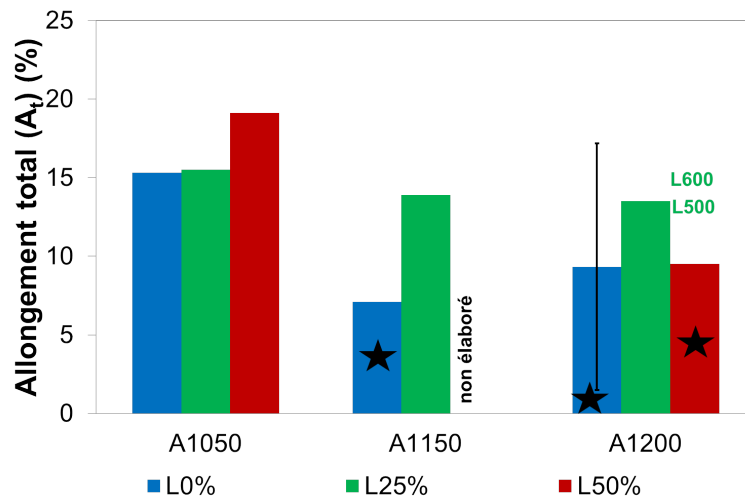


Figure 3.14 – Influence du pourcentage de réduction en épaisseur sur l'allongement total des états bruts de trempe. L'étoile noire indique les états métallurgiques qui ont rompu par clivage.

États traités thermomécaniquement

D'après la figure 3.15, après revenu, l'influence de l'étape de laminage en phase austénitique métastable sur l'allongement total (A_t) est plus complexe à déterminer : suivant la température d'austénitisation et de revenu, les effets ne sont pas les mêmes. Pour les états austénitisés à 1050°C, pour toutes les températures de revenu, l'allongement total est diminué avec l'augmentation du pourcentage de réduction en épaisseur. Pour les états austénitisés à 1150°C, l'allongement total est diminué pour un revenu à 700°C mais est augmenté pour un revenu à 780°C. Enfin pour les états austénitisés à 1200°C, l'allongement va être diminué avec l'augmentation du pourcentage de réduction en épaisseur pour un revenu à 750°C, et il ne va pas évoluer pour un revenu à 700°C ou 780°C. Ces différences de comportement sont complexes et difficiles à interpréter.

Tout comme pour les états non laminés, l'allongement total augmente avec la température de revenu.

Il faut retenir de cette étude que, peu importe la température d'austénitisation et l'application ou non d'une étape de laminage, le revenu permet d'obtenir un allongement total compris entre 12% et 20%. Cependant, les états traités thermiquement ou traités thermomécaniquement n'atteignent jamais la valeur de 25% de l'état de référence. Enfin, les états austénitisés à 1200°C, laminés à 500°C ou 600°C, de 25% de réduction en épaisseur, et revenus à 700°C, sont les états les moins ductiles.

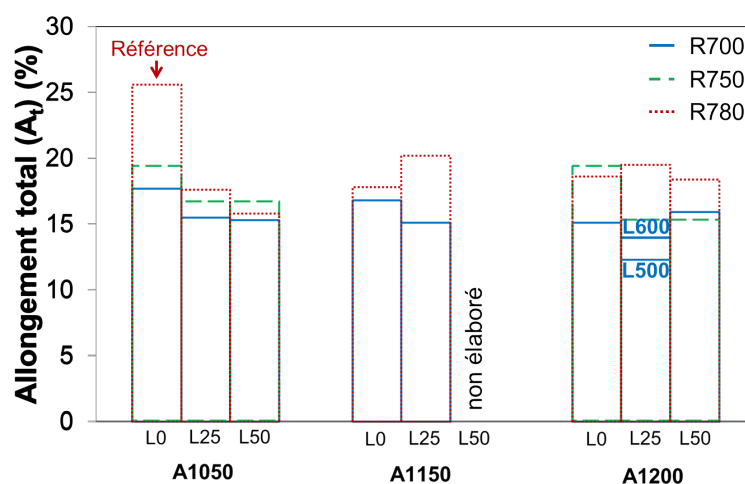


Figure 3.15 – Influence du pourcentage de réduction en épaisseur sur l'allongement total des états revenus.

3.2.5 Influence de la température et de la direction de laminage sur les propriétés de traction à 20°C

L'influence de la température de laminage sur la limite d'élasticité, la résistance mécanique et l'allongement total a été étudiée pour un état austénitisé à 1200°C, laminé de 25%, brut de trempe ou revenu à 700°C. Deux températures de laminage ont été choisies : 500°C et 600°C. D'autre part, afin de voir l'influence de la direction de laminage, un état a été laminé à 500°C de 25% dans une seule direction qui est la direction initiale de laminage de la tôle de référence et un autre état a été laminé à 500°C de 12,5% dans la direction initiale de laminage puis de 12,5% dans la direction transverse de la tôle de référence. Ces deux états ont été ensuite revenus à 700°C. Les valeurs de limite d'élasticité ($R_{p0,2\%}$), de résistance mécanique (R_m) et d'allongement total (A_t) de ces différents états ainsi que l'écart de valeurs entre l'état laminé à 500°C de 25% dans la direction initiale de laminage de la tôle "à réception", brut de trempe ou revenu sont notées dans le tableau 3.3. Par rapport aux deux états A1200-L500,25%-BT et A1200-L600,25%-R700 pris pour références dans la comparaison, les écarts les plus importants de limite d'élasticité, de résistance mécanique et d'allongement total sont respectivement de 28 MPa, 24 MPa et 1,9% soit 3,0% et 2,4% (état L500,25%(LT) sens L) et 13,4% (état L500,25%(LT) sens T). Par conséquent, on peut considérer que la température de laminage et la direction de laminage ont peu d'effet sur la limite d'élasticité, la résistance mécanique et l'allongement total pour les états austénitisés à 1200°C et laminés de 25% de réduction en épaisseur. L'"héritage" par la martensite de la déformation introduite au cours de l'étape de laminage en phase austénitique métastable, mis en évidence dans le chapitre précédent, n'entraîne pas de forte dépendance vis-à-vis du chemin de la déformation. Ceci peut être dû au fait que plus de 75% des dislocations sont induites par la transformation martensitique, structure qui, du fait de sa morphologie (24 variants possibles au sein d'un ex-grain d'austénite) est intrinsèquement assez isotrope.

Le fait qu'il existe peu de différences sur les propriétés de traction à 20°C (et microstructuralement, chapitre 2) pour un état austénitisé à 1200°C, entre un laminé à 500°C ou 600°C, de 25% de réduction en épaisseur, brut de trempe ou revenu à 700°C permet d'affirmer que l'étape de laminage a bien été effectuée en phase austénitique métastable "pure" dans les deux cas de conditions de laminage. En effet, comme la température de début de transformation martensitique (M_s) est de $400 \pm 25^\circ\text{C}$, il était envisageable qu'avec l'étape de déformation, le M_s puisse être augmenté au-dessus de 500°C et qu'à cette température, la matrice qui est déformée soit constituée des premiers variants de martensite et d'austénite métastable. Cela ne semble pas être le cas car sinon on aurait vu des différences importantes à la fois microstructurales et des propriétés mécaniques, qui auraient résulté d'un laminage en phase austénitique métastable à 500°C ou à 600°C (cette dernière température présentant un écart très élevé par rapport à M_s ($\Delta T = 200^\circ\text{C}$), on ne s'attend pas à la formation de martensite lors du laminage). D'autre part, il est important de noter que les propriétés de traction à 20°C ont été étudiées à partir d'éprouvettes prélevées uniquement dans la direction de laminage. Or, il a été montré au chapitre 2, paragraphe 2.2.1, que lorsqu'un laminage de 50% est appliqué à l'austénite, la microstructure est texturée morphologiquement, notamment les ex-grains d'austénite sont allongés dans la direction de laminage. Il est donc envisageable que la limite d'élasticité et la résistance mécanique à 20°C avec des éprouvettes prélevées dans le sens T soient différentes de celles observées (éprouvettes prélevées dans la direction de laminage) pour un état laminé de 50% de réduction en épaisseur.

États métallurgiques	$R_{p0,2\%}$ (MPa)	$\Delta R_{p0,2\%}$ (MPa)	R_m (MPa)	ΔR_m (MPa)	A_t (%)	ΔA_t (%)
L500,25%-BT	1214	0	1436	0	13,5	0
L600,25%-BT	1189	- 25	1426	+ 10	14,4	0,9
L500,25%-R700	951	0	1036	0	12,3	0
L500,25%(LT)-R700 sens L	923	- 28	1012	- 24	13,6	+ 1,3
L500,25%(LT)-R700 sens T	932	- 19	1022	- 14	14,2	+ 1,9
L600,25%-R700	971	+ 20	1060	+ 24	14,0	+ 1,7

Tableau 3.3 – Influence de la température et de la direction de laminage sur la limite d'élasticité ($R_{p0,2\%}$), la résistance mécanique (R_m) et l'allongement total (A_t) à 20°C d'éprouvettes d'états austénitisés à 1200°C et sollicités à 7.10^{-4} s^{-1} .

3.2.6 Bilan sur la dureté et la traction à 20°C

Cette étude concernant la dureté et les propriétés de traction à 20°C a permis d'établir plusieurs liens :

- la limite d'élasticité ($R_{p0,2\%}$) et la résistance mécanique (R_m) à 20°C (avec des éprouvettes prélevées dans la direction de laminage) peuvent être déduites à partir de la dureté (mesurée dans le plan TS), dans la plupart des cas. Il suffit de multiplier la valeur de dureté Vickers (sous 500 grammes) par respectivement $2,6 \pm 0,4$ et $3,0 \pm 0,4$.
- la striction (Z) est environ 4 fois supérieure à l'allongement total (A_t).

D'autre part, il a été observé que :

- **L'étape d'austénitisation** et notamment l'augmentation de la température d'austénitisation de 1050°C à 1200°C a pour effet de diminuer la dureté, la limite d'élasticité et la résistance mécanique mais conduit à une sensibilité à la rupture fragile, par clivage. Ce dernier point serait ou pourrait être dû à l'augmentation de la taille des ex-grains d'austénite ou des blocs de martensite. L'application d'un revenu efface alors cette sensibilité.
- **L'étape de laminage** augmente la dureté, la limite d'élasticité et la résistance mécanique de la martensite aussi bien à l'état trempé que revenu (mais avec un effet plus faible dans ce dernier cas) mais ne dégrade pas, voire améliore légèrement la ductilité. La température et le schéma de laminage (étudié uniquement pour des états austénitisés à 1200°C et laminés de 25% de réduction en épaisseur) semblent avoir un effet négligeable sur ces propriétés permettant ainsi de supposer que même à 500°C, on ne formerait pas de "martensite de déformation" lors du laminage en phase austénitique métastable.
- Comme on l'attendait, **l'étape de revenu** et notamment l'augmentation de la température de revenu va diminuer la dureté (à partir de 500°C), la limite d'élasticité et la résistance mécanique. A contrario, l'allongement total des états va augmenter.

3.3 Modèle de durcissement structural

3.3.1 Démarche

A partir des nombreuses caractérisations métallurgiques et mécaniques à 20°C effectuées sur plus de trente états métallurgiques différents, l'étude vise à établir un lien quantitatif entre la microstructure et les propriétés mécaniques à 20°C et ainsi, d'identifier les contributions de chaque paramètre microstructural au durcissement structural.

Dans la littérature, un modèle de durcissement structural est classiquement employé pour les aciers. Il est présenté dans le paragraphe 3.3.2. Il présente la dépendance de la limite d'élasticité vis-à-vis des différentes contributions microstructurales.

Ce paragraphe propose d'appliquer ce type de modèle. Tout d'abord, en identifiant les facteurs pondérants les différents paramètres du modèle à partir des données expérimentales, puis en les comparant aux données tirées de la littérature. Une des hypothèses fortes de ce modèle (simple) est que chaque paramètre microstructural considéré à une contribution additive au durcissement.

3.3.2 Etat de l'art

La limite d'élasticité dépend des différents paramètres microstructuraux suivants :

Les différentes tailles des sous-structures de la matrice : les ex-grains d'austénite, les blocs et les lattes de martensite

Il est communément admis qu'une fine taille d'ex-grains d'austénite, de blocs ou de lattes de martensite est bénéfique pour augmenter la limite d'élasticité. En effet, les joints de grains constituent des obstacles au mouvement des dislocations. Plus la taille des structures est fine, plus la zone d'empilement des dislocations sur ces joints est limitée spatialement, conduisant à une plus faible contrainte exercée, en tête d'empilement, sur le joint de grains. Il faudra donc appliquer une contrainte extérieure plus élevée pour activer le glissement des dislocations dans un autre grain soit activé et déforme plastiquement les structures contiguës. C'est ce que traduit la relation de Hall-Petch, équation 3.3.1.

$$\tau_{Hall-Petch} = \frac{k_{Hall-Petch}}{\sqrt{D}} \quad (3.3.1)$$

avec :

- $\tau_{Hall-Petch}$, la contribution de ce mécanisme à la cission résolue critique,
- D , le diamètre de la "sous-structure" considérée,
- $k_{Hall-Petch}$, une constante dépendante du matériau proportionnelle à : $\mu_m \cdot b$ ⁶

avec :

- μ_m , le module de cisaillement du matériau. Pour l'acier de Grade 91, il est égal à 80 GPa à 20°C (données CEA [Loupas, 2013]).
- b , la norme du vecteur de Burgers, égale à 0,254 nm pour l'acier de Grade 91 [François et al., 1995],

Dans la littérature, les avis divergent quant à la taille de la structure à considérer, dans le cadre des aciers martensitiques, pour le durcissement de type "Hall-Petch". Certains auteurs utilisent le diamètre moyen des ex-grains d'austénite [Grange, 1966], [Lambard, 1998], d'autres la largeur moyenne des lattes ou des sous-grains [Langford and Cohen, 1975].

Bien que ces relations aient été validées par de nombreux résultats expérimentaux sur des structures martensitiques, où la quantité de dislocations est élevée (10^{14} m^{-2} à 10^{15} m^{-2}), le lien entre l'empilement des dislocations sur un joint de grain et la variation de la limite d'élasticité comme l'inverse de la racine carrée ou de la taille des grains ou "sous-grains" n'est pas évident. Pour certains matériaux à microstructures très fines, cette relation est mise en défaut et certains auteurs proposent une modification du terme en racine carrée. D'après Bhadeshia, la contribution de ce mécanisme à la cission critique due aux lattes de martensite est égale à [Bhadeshia, 1992] :

$$\tau_{Hall-Petch} = \frac{k'_{Hall-Petch}}{L} \quad (3.3.2)$$

avec L , la largeur des lattes de martensite.

Cette contribution sera donc considérée de manière phénoménologique.

6. cf. paragraphe 4.1.2.

Les éléments en solution solide

Tous les éléments chimiques de l'acier de Grade 91 ne précipitent pas et une grande partie reste en solution solide. Il convient de distinguer les éléments en solution solide de substitution de ceux en insertion.

- les éléments en solution solide de substitution tels que le chrome, le molybdène, le manganèse, le silicium, le niobium, le vanadium,... vont remplacer un atome de fer dans la structure cristalline. Ceci va avoir pour conséquence de créer des distorsions élastiques du réseau cristallin qui conduisent à des contraintes locales :
 - de compression, si l'élément de substitution à un diamètre plus important que le diamètre du fer,
 - de traction, si l'élément de substitution à un diamètre plus petit que le diamètre du fer.
- les éléments en insertion tels que l'hydrogène, le carbone, l'azote ou l'oxygène vont s'insérer entre les atomes de la structure cristalline de base.

Dans tous les cas, ces contraintes locales ralentissent le mouvement des dislocations. Il faut donc fournir une contrainte extérieure plus importante pour "décrocher" les dislocations de ces atmosphères de solutés. La contribution des éléments en solution solide à la cission résolue critique est définie par la relation 3.3.3 [Fleischer and Hibbard, 1963]. Elle est proportionnelle à la racine carrée de la concentration en éléments d'addition pour les éléments en insertion et en substitution :

$$\tau_{solution\,solide} = \mu_m \cdot \varepsilon^{3/2} \cdot \sqrt{c} \quad (3.3.3)$$

avec :

- $\tau_{solution\,solide}$, la contribution du durcissement par solution solide à la cission résolue critique,
- ε , la déformation de la matrice due à l'élément en solution solide (un paramètre par élément),
- c , la concentration massique d'élément en solution solide considéré.

Pour les éléments en solution solide tels que le carbone et l'azote, il est observé une relation linéaire entre la cission résolue critique et leur concentration :

$$\tau_{C+N} = k_{C+N} \cdot [C + N] \quad (3.3.4)$$

avec :

- τ_{C+N} , la contribution du durcissement par solution solide du carbone et de l'azote à la cission résolue critique,
- k_{C+N} , une constante égale à 764 HV₅.%massique⁻¹ pour des aciers martensitiques à 9-11%Cr d'après Brachet [Brachet, 1995]⁷
- $[C + N]$, la concentration massique en carbone et en azote.

Les dislocations

Le mouvement des dislocations est également freiné par l'interaction avec les autres dislocations. Plus la densité de dislocations est élevée, plus l'effet, appelé "effet de forêt", est important [Taylor, 1934] :

$$\tau_{dislocations} = \alpha \cdot \mu_m \cdot b \cdot \sqrt{\rho} \quad (3.3.5)$$

avec :

- $\tau_{dislocations}$, la contribution de l'effet de forêt à la cission critique,
- α , une constante égale à 1/4 ou 1/3,
- ρ , la densité de dislocations.

Les précipités

Il existe deux mécanismes de franchissement par les dislocations des précipités qu'il convient de distinguer : le cisaillement et le contournement.

Le cisaillement

Ce mécanisme concerne les précipités cohérents avec la matrice donc de très petite taille, typiquement inférieure à 10 nm et présentant une interface cohérente ou semi-cohérente avec la matrice qui les englobe. Les dislocations ne rencontrent pas une interface fortement désorientée matrice/précipités et peuvent ainsi cisailer le précipité. Plus le précipité est de taille importante, plus la force de freinage l'est aussi mais, en général, une

7. Les aciers considérés contiennent entre 0,09 et 0,18%C et 0,004 et 0,042%N ainsi que du vanadium, du tungstène, du tantale, du manganèse et du silicium.

Cette valeur de k_{C+N} est cohérente avec les données de la littérature puisque Bhadeshia donne un $k_{C+N} = 950$ HV.%massique⁻¹ pour une martensite saturée en carbone [Bhadeshia, 1992].

augmentation de la taille du précipité conduit à une perte de cohérence. La contribution de la résistance au cisaillement des précipités peut être définie par la relation 3.3.6 ([Friedel, 1964]) :

$$\tau_{\text{cisaillement}} = \sqrt{\frac{3 \cdot k^3}{2 \cdot \pi}} \cdot \mu_p \cdot \sqrt{\frac{f_v \cdot r}{b}} \quad (3.3.6)$$

avec :

- $\tau_{\text{cisaillement}}$, la contribution à la cisssion critique de la résistance au cisaillement des précipités par les dislocations,
- k , une constante adimensionnelle dépendant du matériau,
- μ_p , le module de cisaillement des précipités,
- f_v , la fraction volumique de précipités,
- r , le rayon moyen des précipités,

et en faisant les hypothèses suivantes :

- les précipités sont répartis de manière homogène (intragranulaire) dans le matériau,
- les précipités sont sphériques,
- le rayon de chaque précipité est le même (distribution de taille monomodale resserrée).

Le contournement

Ce mécanisme concerne les précipités incohérents avec la matrice. Les dislocations sont "ancrées" au niveau des précipités. Sous les effets conjoints de la force d'ancrage par les précipités, de la contrainte appliquée et de l'énergie intrinsèque à la dislocation, la dislocation mobile va se courber jusqu'à atteindre un point critique où les segments en amont des précipités s'attirent et s'annihilent. La dislocation est alors libérée, laissant des boucles fermées autour des précipités. C'est le mécanisme d'Orowan, défini par la relation [Orowan, 1948] :

$$\tau_{\text{contournement}} = 0,7 \cdot \mu_m \cdot b \cdot \frac{\sqrt{f_v}}{r} \quad (3.3.7)$$

avec $\tau_{\text{contournement}}$, la contribution à la cisssion critique de la résistance au contournement des précipités par les dislocations.

A fraction volumique constante de précipités, la contribution à la cisssion critique de la résistance au contournement des précipités par les dislocations croît lorsque le rayon des précipités décroît.

A rayon de précipité constant, la contribution des précipités au durcissement croît avec l'augmentation de la fraction volumique des précipités.

Modèle de durcissement structural

Le durcissement structural de chaque état métallurgique dépend des différents mécanismes de durcissement présentés dans ce paragraphe. La cisssion critique peut s'écrire de la manière suivante :

$$\tau = \tau_0 + \tau_{\text{solutionsolide}} + \tau_{\text{Hall-Petch}} + \tau_{\text{C+N}} + \tau_{\text{dislocations}} + \min(\tau_{\text{cisaillement}}, \tau_{\text{contournement}}) \quad (3.3.8)$$

avec, τ_0 , la cisssion critique nécessaire pour mouvoir les dislocations dans un réseau parfait (force de Peierls). En effet, il est nécessaire d'apporter un minimum d'énergie pour rompre les liaisons atomiques et ainsi déplacer les dislocations. Cette contrainte critique est dépendante de la température et elle est environ égale à $10^{-4} \mu_m$ ⁸ pour l'acier de Grade 91.

3.3.3 Les hypothèses du modèle de durcissement structural

Plusieurs hypothèses simplificatrices ont été faites afin d'identifier les différents termes du modèle de durcissement structural :

❶ Chaque état métallurgique comporte une microstructure homogène.

Cette hypothèse n'est pas exacte, il a été vu au chapitre 2, paragraphe 2.2.4, que l'étape de laminage en phase austénitique métastable augmentait la densité de dislocations dans la phase fille, la phase martenitique, et que les dislocations introduites ne sont pas réparties de manière homogène. La déformation a

8. cf. paragraphe 4.1.2.

10^{-4} est calculée à partir de l'équation suivante

$$\tau_0 = \frac{2 \cdot \mu_m}{1 - \nu} \cdot \exp\left(\frac{-2 \cdot \pi \cdot a}{b \cdot (1 - \nu)}\right) \quad (3.3.9)$$

et avec a , le paramètre de maille obtenu par diffraction des neutrons entre 20°C et 800°C.

tendance à se localiser aux joints des ex-grains d'austénite et dans certaines bandes de cisaillement. De plus, les états austénitisés à 1200°C, laminé à 600°C de 50% et revenu à 750°C ou 780°C présentent des zones recristallisées (cf. chapitre 2, paragraphe 2.2.5).

② **Les précipités NbX non dissous au cours de l'étape d'austénitisation sont présents en de trop faibles quantités pour conduire au durcissement structural de l'acier.**

En effet, d'après l'analyse par rayons X des résidus de dissolution sélective des états austénitisés - bruts de trempe, la fraction volumique des NbX n'excède pas 0,2% (cf. chapitre 2, paragraphe 2.1.5). D'après les simulations avec les logiciels Thermocalc et MatCalc, la fraction volumique à l'équilibre, au moins pour Thermocalc et semble-t-il aussi pour MatCalc est proche de 0,15% (cf. chapitre 2, paragraphe 2.1.6).

③ **Les précipités M_3C formés dès le début de la transformation austénite $\rightarrow$ martensite au cours du refroidissement ont une influence négligeable sur le durcissement structural.**

Cette hypothèse est contestable notamment pour l'état austénitisé à 1050°C où la fraction volumique des M_3C est d'environ 0,5% et le diamètre moyen est de 15 nm (cf. chapitre 2, paragraphe 2.1.5). Cependant, de par le fait que leur fraction volumique et leur taille varient fortement d'un état métallurgique à l'autre et qu'ils sont instables (ils disparaissent au cours d'un revenu dès 500°C), leur prise en compte, compliquerait fortement le modèle et on fait donc l'hypothèse qu'ils ont une influence du second ordre.

④ **Les précipités présents dans les différents états métallurgiques ne sont pas cisailés mais contournés. Par conséquent, le terme $\tau_{\text{cisaillement}}$ sera toujours pris égal à 0 MPa.**

Les précipités pouvant le plus être sensibles au cisaillement sont les précipités cohérents de taille inférieure à 20 nm : les MX (de structure cristallographique cubique à faces centrées) ou les M_2X (de structure cristallographique hexagonale compacte). On a pu vérifier notamment au MET à haute résolution que les précipités MX ou M_2X semblaient incohérents avec la matrice donc non cisailables.

⑤ **Bien que la fraction volumique des précipités $M_{23}C_6$ soit la plus importante parmi la population de précipités (environ 1,6%), du fait de leur diamètre moyen important, et surtout d'une localisation très hétérogène, uniquement aux joints des grains, ces précipités sont considérés comme ayant une influence du second ordre sur le durcissement structural de l'acier.**

En effet, le durcissement structural dû au contournement des précipités est proportionnel à la racine carrée de la fraction volumique et inversement proportionnel au rayon des précipités (cf. équation 3.3.7). Les précipités intragranulaires ayant une fraction volumique environ 3 fois inférieure et un rayon plus de 10 fois inférieur à celle/celui des précipités $M_{23}C_6$ conduisent à un durcissement structural par contournement à priori beaucoup plus important.

⑥ **L'austénite résiduelle n'a pas d'influence sur le durcissement structural.**

Bien que l'austénite résiduelle n'ait pas été localisée au MET dans les états bruts de trempe, il est fort probable, du fait de sa faible quantité et de la transformation austénite $\rightarrow$ martensite (displacive!), qu'elle soit très contrainte (écrouie) et présente une limite d'élasticité, résistance mécanique ou dureté proches de celles de la martensite. On néglige l'effet TRIP sur les états bruts de trempe.

⑦ **Les différences de PTE observées entre les états métallurgiques bruts de trempe sont uniquement dues à des différences de teneurs en carbone et en azote en solution solide. On néglige les contributions (du second ordre) des variations de quantités d'austénite résiduelle.**

⑧ **Pour une température de revenu supérieure ou égale à 700°C, tout le carbone et l'azote sont piégés dans les précipités. Donc le terme $\tau_{\text{solutionsolide}}$ est constant pour tous les états revenus entre 700°C et 780°C.**

Dans le chapitre 2, paragraphe 2.1.5, dès 700°C, le PTE ne varie plus, signe que quasiment tout le carbone et l'azote auraient précipité.

3.3.4 Domaine de validité du modèle

Du fait qu'il existe une texturation morphologique notamment des ex-grains d'austénite des états laminés de 50%, le modèle de durcissement structural, qui va être identifié par la suite, n'est valide que pour des mesures de dureté effectuées dans le plan TS à 20°C ou pour une limite d'élasticité ou une résistance mécanique déterminée à partir d'essais de traction à 20°C et dont les éprouvettes ont été prélevées dans la direction de laminage. La prédiction de l'anisotropie est donc exclue du périmètre de la modélisation.

3.3.5 Identification de la contribution des différents paramètres microstructuraux au durcissement structural

Comme il existe une relation linéaire entre la cission critique et la limite d'élasticité⁹ et entre la limite d'élasticité et la dureté (facteur 2,6, cf. paragraphe 3.2.1 de ce chapitre), le modèle de durcissement structural peut également être appliqué à la dureté à 20°C. Par conséquent, la contribution des différents paramètres microstructuraux a été identifiée à partir des données de dureté à 20°C, ici dans le plan TS, afin de pouvoir comparer ou d'utiliser les données de la littérature. En tenant compte des hypothèses précédentes, l'équation 3.3.8 s'écrit sous la forme :

$$HV_{0,5} = HV_0 + HV_{solutionsolide} + HV_{Hall-Petch} + HV_{C+N} + HV_{dislocations} + HV_{contournement} \quad (3.3.11)$$

$$\Leftrightarrow HV_{0,5} = HV_0 + k_{solutionsolide} \cdot \varepsilon^{3/2} \cdot \sqrt{c} + \frac{k_{Hall-Petch}}{D} + k_{C+N} \cdot [C + N] + k_{dislocations} \cdot \sqrt{\rho} + k_{contournement} \cdot \frac{\sqrt{f_v}}{r} \quad (3.3.12)$$

avec :

- $k_{solutionsolide}$, le coefficient de durcissement par les éléments en solution solide de substitution égal à $M \cdot \mu_m \cdot b$,
- $k_{Hall-Petch}$, le coefficient de durcissement de type "Hall-Petch", proportionnel à $\frac{M \cdot \mu_m \cdot b}{2,6}$,
- $D = \sqrt{D}$ ou L ,
- k_{C+N} , le coefficient de durcissement par le carbone et l'azote.
- $k_{dislocations}$, le coefficient de durcissement dû à l'écrouissage égal à $\frac{\alpha \cdot M \cdot \mu_m \cdot b}{2,6}$,
- $k_{contournement}$, le coefficient de durcissement par contournement des précipités par les dislocations égal à $\frac{0,7 \cdot M \cdot \mu_m \cdot b}{2,6}$.

Ces coefficients de durcissement sont nécessairement positifs.

Identification du terme $k_{Hall-Petch}$ - Étude des états austénitisés - bruts de trempe

Afin d'identifier le paramètre $k_{Hall-Petch}$ lié à la contribution de la taille des grains (D pour les ex-grains d'austénite ou les largeurs de blocs de lattes de martensite et L pour les largeurs de lattes de martensite), l'étude se limitera aux états austénitisés - bruts de trempe.

D'après les hypothèses ①, ②, ③ et ⑥ puisqu'il est supposé qu'aucun des deux types de précipités présents dans les états austénitisés - bruts de trempe ne conduit à un durcissement structural, le terme $HV_{contournement}$ est égal à 0. D'autre part, il a été noté au chapitre 2, paragraphe 2.1.4, que l'augmentation de la température d'austénitisation a un effet négligeable sur la densité de dislocations à l'état brut de trempe. Par conséquent, $HV_{dislocations}$ peut être considéré comme constant. Enfin, puisqu'il est constaté que la dureté des états bruts de trempe diminue avec l'augmentation de la température d'austénitisation, le durcissement lié à la taille de grains est considéré comme prépondérant par rapport à celui lié au carbone et l'azote en solution solide. Il a donc été choisi de l'identifier en premier. En effet, d'après les données bibliographiques, la contribution du durcissement par solution solide augmente avec la remise en solution solide du carbone et de l'azote et donc la température d'austénitisation [Brachet, 1995], [Bhadeshia, 2001].

Pour les états austénitisés - bruts de trempe, l'équation 3.3.12, s'écrit alors :

$$HV_{0,5-A-BT} = A + k_{C+N} \cdot [C + N] + \frac{k_{Hall-Petch}}{\sqrt{D}} \quad \text{ou} \quad HV_{0,5-A-BT} = A + k_{C+N} \cdot [C + N] + \frac{k'_{Hall-Petch}}{L} \quad (3.3.13)$$

avec A une constante égale à $HV_0 + HV_{solutionsolide} + HV_{dislocations}$ et avec la notation "A-BT" pour austénitisés - bruts de trempe.

Pour identifier le terme $k_{Hall-Petch}$, il suffit donc de tracer la dureté en fonction de l'inverse de la racine carrée ou l'inverse de la taille des grains. Pour enlever tous doutes quant à la dépendance (inverse de la racine

9. La cission critique est proportionnelle à la limite d'élasticité selon la relation suivante :

$$\tau = \frac{R_{p0,2\%}}{M} \quad (3.3.10)$$

avec M , le facteur de Taylor égal à 2,9 dans les alliages cubiques centrés sans texture [Rosenberg and Piehler, 1971].

carrée ou inverse de la taille) des largeurs de blocs de martensite et des largeurs de lattes de martensite, les deux cas de figure ont été testés. La contribution des ex-grains d'austénite étant uniquement exprimée dans la littérature comme l'inverse de la racine carrée, seul ce cas de figure a été étudié. La figure 3.16¹⁰ montre la dépendance de la dureté envers les tailles de ces différentes entités microstructurales.

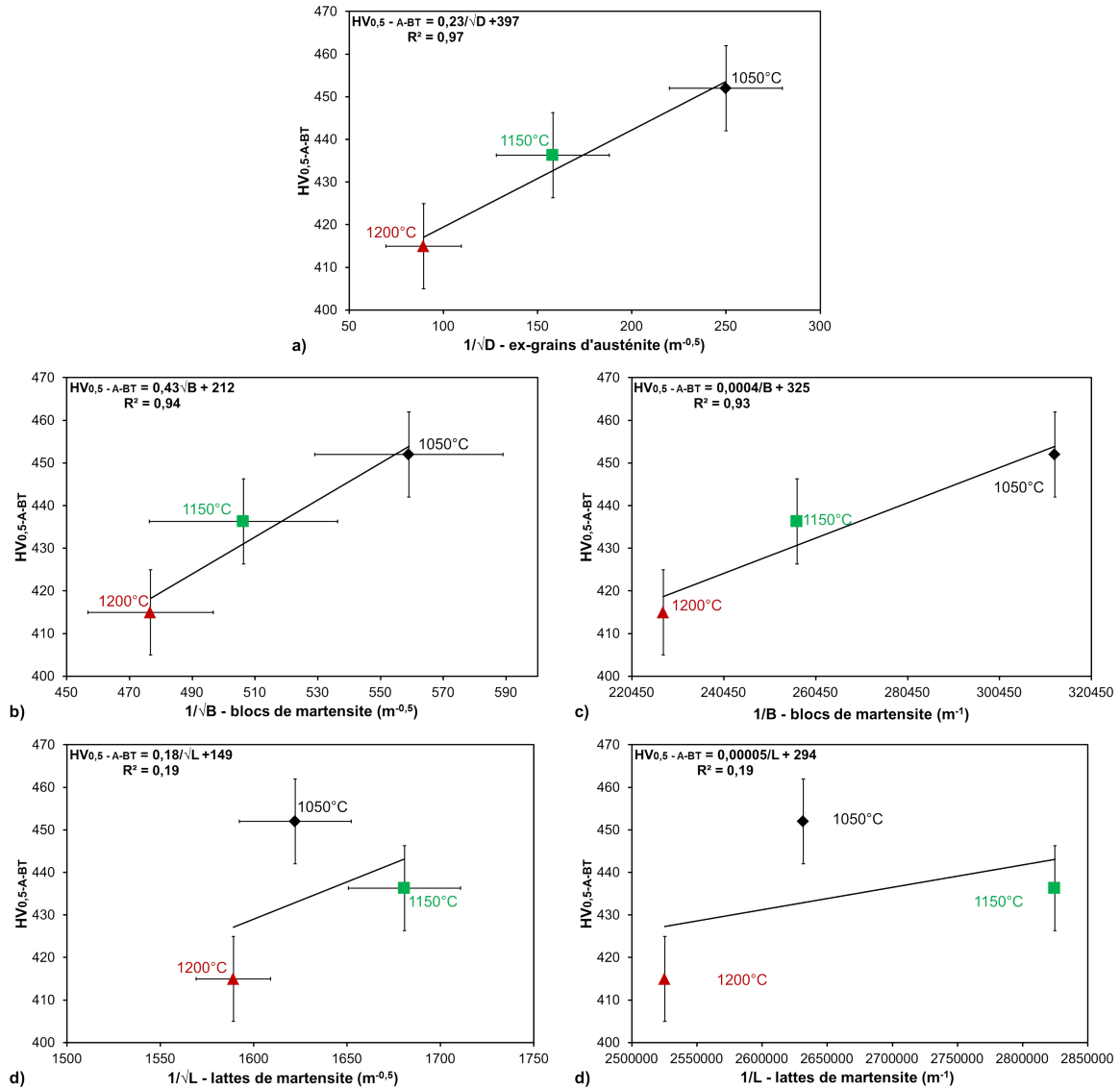


Figure 3.16 – Influence sur la dureté : a) du diamètre moyen des ex-grains d'austénite, b) et c) de la largeur des blocs de martensite et d) et e) de la largeur des lattes de martensite.

Suivant les trois échelles étudiées, il semblerait que les lattes de martensite, dont la taille ne varie pas significativement, ne peuvent pas être à l'origine d'un durcissement de type Hall-Petch. En effet, les relations entre la dureté et l'inverse de la racine carrée ou l'inverse des largeurs de lattes de martensite présentent de faibles coefficients de corrélation (0,19 dans les deux cas). L'hypothèse qui justifierait le fait que les joints des lattes de martensite ne contribuent pas au durcissement structural pourrait provenir de leur faibles désorientations : entre 1 et 5° par rapport à celle des ex-grains d'austénite. Il se peut donc que la contrainte à appliquer pour déplacer les dislocations de part et d'autre de telles interfaces soient suffisamment faibles pour que les dislocations déclenchent de la plasticité de l'autre côté de la latte et, en quelque sorte, que la plasticité "traverse" (sans doute par les dislocations individuelles) facilement ce type d'interface. En revanche, pour des joints d'ex-grains d'austénite, voire les interfaces entre blocs, la contrainte appliquée pour le franchissement serait plus forte, l'empilement des dislocations se ferait alors préférentiellement sur ces interfaces.

10. Dans les figures b, c, d et e, les écarts-types sur les largeurs de blocs et de lattes de martensite n'ont pas été marqués car ils sont très importants respectivement de l'ordre de $150 m^{-0.5}$ pour la figure b, de $1,5 \cdot 10^5 m^{-1}$ pour la figure c, de $500 m^{-0.5}$ pour la figure d, $6 \cdot 10^6 m^{-1}$ pour la figure e.

D'autre part, la dépendance de la dureté en fonction de l'inverse de la racine carrée des largeurs de blocs de martensite ne peut être retenue car le durcissement induit est trop important. En effet, pour une température d'austénitisation de 1050°C, le durcissement dû à la taille des blocs de martensite est de $240 \text{ HV}_{0,5} \left(\frac{0,43}{\sqrt{3,2 \cdot 10^{-6}}} \right)$, cf. tableau 3.4). Comme l'étape de revenu n'a pas d'influence sur la taille des ex-grains d'austénite ou des blocs de martensite, la dureté de l'état A1050-R780 devrait être supérieure à $240 \text{ HV}_{0,5}$. Or, expérimentalement, elle est égale à $220 \text{ HV}_{0,5}$.

Les deux autres hypothèses de dépendance de la dureté en fonction de $\frac{1}{\sqrt{D}}$ (ex-grains d'austénite) ou $\frac{1}{B}$ (largeurs de blocs de martensite) peuvent être retenues, et leurs contributions à la dureté seraient respectivement de $58 \text{ HV}_{0,5}$ (soit 26% de la dureté de l'état A1050-R780) et de $125 \text{ HV}_{0,5}$ (soit 57% de la dureté de l'état A1050-R780), d'après le tableau 3.4.

A1050	Dureté due à...		
	$\frac{1}{\sqrt{D}}$	$\frac{1}{\sqrt{B}}$	$\frac{1}{B}$
$k_{Hall-Petch}$ ou $k'_{Hall-Petch}$	$0,23 \text{ HV}_{0,5} \cdot \text{m}^{0,5}$	$0,43 \text{ HV}_{0,5} \cdot \text{m}^{0,5}$	$0,0004 \text{ HV}_{0,5} \cdot \text{m}$
$HV_{Hall-Petch} \text{ (HV}_{0,5})$	58	240	125
Pourcentage $\frac{HV_{Hall-Petch}}{HV_{A1050-R780}} \text{ (%)}$	26	110	57

Tableau 3.4 – Dureté due aux différentes tailles des structures étudiées. Pour les états austénitisés à 1050°C, $D = 20 \cdot 10^{-6} \text{ m}$ et $B = 3,2 \cdot 10^{-6} \text{ m}$ et $HV_{A1050-R780} = 220 \text{ HV}_{0,5}$.

Nous ferons le choix que la contribution au durcissement de type "Hall Petch" est corrélée au diamètre des ex-grains d'austénite, les tailles de blocs étant géométriquement corrélées avec le diamètre des ex-grains d'austénite. Ceci est en outre justifié car le coefficient de corrélation obtenu sur la figure 3.16 est le meilleur (coefficient de corrélation de 0,97 au lieu de 0,94 pour la variation de la dureté en fonction de l'inverse de la largeur des blocs de martensite) et d'autre part, car expérimentalement, il est plus facile de mesurer des ex-grains d'austénite (l'emploi d'un microscope optique suffit) que de mesurer des blocs de martensite (l'emploi du MEB-EBSD est nécessaire). D'ailleurs, pour mesurer des blocs de martensite, il faut choisir un angle de désorientation entre les blocs de martensite plus ou moins arbitraire qui permet au logiciel (OIM Data Analysis, dans notre cas), d'identifier et de mesurer les blocs de martensite.

Par conséquent,

$$\begin{aligned}
 - k_{Hall-Petch} &= 0,23 \text{ HV}_{0,5} \cdot \text{m}^{0,5}, \\
 - A + HV_{C+N} &= HV_0 + HV_{solutionsolide} + HV_{dislocations} + HV_{C+N} = 397 \text{ HV}_{0,5}.
 \end{aligned}$$

Afin de pouvoir comparer le terme $k_{Hall-Petch}$ aux données de Lambard, pour un acier "EM10" (9Cr-1Mo), des points de dureté sous une charge de 5kg ont été faits [Lambard, 1998]. Le terme $k_{Hall-Petch}$ obtenu est de $0,27 \text{ HV}_5 \cdot \text{m}^{0,5}$ (cf. figure 3.17), soit proche de celui obtenu pour des points de dureté effectués sous une charge de 500g. Pour les mêmes domaines de taille d'ex-grains d'austénite, en retraitant les données de Lambard, le terme $k_{Hall-Petch}$ (pour un acier "EM10") est de $0,35 \text{ HV}_5 \cdot \text{m}^{0,5}$, également proche de celui de l'acier de Grade 91 (cf. figure 3.17).

La dureté de l'acier de Grade 91 est systématiquement supérieures à celle de l'acier "EM10" (cf. figure 3.17. Or, l'acier de Grade 91 comporte du niobium, du vanadium et de l'azote en plus dans la composition chimique par rapport celle de l'acier "EM10". Il est donc possible que ces éléments chimiques contribuent à un durcissement structural additionnel des états trempés.

Si le domaine de tailles d'ex-grains d'austénite est élargi à des tailles inférieures à $20 \mu\text{m}$, le terme $k_{Hall-Petch}$, pour un acier "EM10" est de $0,1 \text{ HV}_5 \cdot \text{m}^{0,5}$. Cet écart pourrait être dû à la présence des trois nuances d'"EM10" élaborées par Métallurgie des Poudres (MdP) et mécanosynthèse, dont la microstructure plus "exotique" pourrait avoir un impact non négligeable sur la dureté. Il faut donc rester prudent sur la corrélation dureté/tailles des ex-grains d'austénite déduite de l'ensemble des résultats de Lambard.

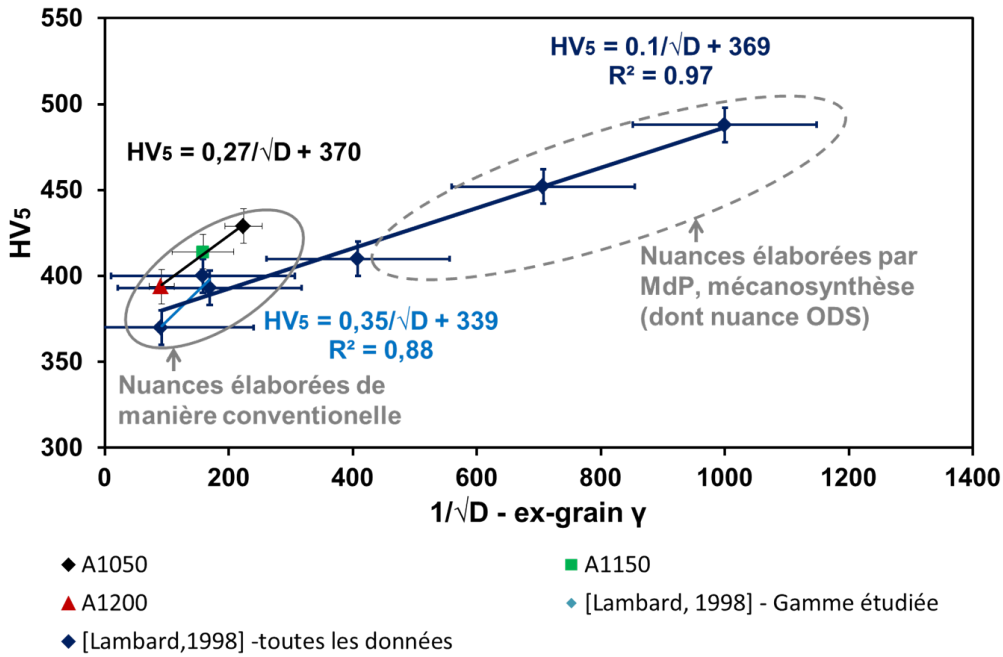


Figure 3.17 – Influence du diamètre des ex-grains d'austénite sur la dureté d'états bruts de trempe, d'après les données de Lambard obtenue sur un acier "EM10" de composition proche de l'acier de Grade 91 [Lambard, 1998].

Pour des diamètres d'ex-grains d'austénite compris entre 20 μm et 120 μm (températures d'austénitisation comprises entre 1050°C et 1200°C), le durcissement structural dû à la taille des ex-grains d'austénite est compris entre 21 (A1200) et 58 (A1050) $HV_{0,5}$ (ou HV_5).

A partir des écarts-types sur les mesures de diamètre d'ex-grains d'austénite et de dureté, il est possible de déterminer la valeur minimale : 0,10 $HV_5 \cdot m^{0,5}$ et la valeur maximale : 0,60 $HV_5 \cdot m^{0,5}$ du coefficient $k_{Hall-Petch}$. En toute rigueur, le durcissement structural dû à la taille des ex-grains d'austénite est compris entre 20 et 150 $HV_{0,5}$ pour un état austénitisé à 1050°C et entre 8 et 63 $HV_{0,5}$ pour un état austénitisé à 1200°C.

Lorsque le durcissement structural lié à la taille de grains est soustrait à la dureté expérimentale ($HV_{0,5-A-BT} - HV_{Hall-Petch}$), pour les trois températures d'austénitisation, la dureté résiduelle est quasiment constante. Par conséquent, le terme de durcissement structural lié au carbone et à l'azote en solution solide ne peut être identifié. Il est donc pris comme étant égal au coefficient identifié par Brachet sur des aciers ayant une composition chimique proche de celle de l'acier de Grade 91 étudié, soit 764 $HV_{0,5} \cdot \%massique^{-1}$ [Brachet, 1995], bien que Brachet l'a identifié à partir de points duretés sous une charge de 5 kg.

Donc d'après l'hypothèse ⑦, pour des quantités de carbone et d'azote remises en solution solide entre 0,06 et 0,098%massique, le durcissement structural lié au carbone et à l'azote en solution solide est compris entre 44 (A1050) et 71 (A1150 ou A1200) $HV_{0,5}$.

Identification du terme $k_{dislocations}$ - Étude de tous les états bruts de trempe et déduction des termes HV_0 et $HV_{solutionssolide}$

Le terme $k_{dislocations}$ est identifié à partir des états bruts de trempe afin d'avoir un assez large domaine de variations de densités de dislocations. Toujours d'après les hypothèses ①, ②, ③ et ⑥, l'équation de dureté des états bruts de trempe peut s'écrire sous la forme :

$$HV_{0,5-BT} = HV_0 + HV_{solutionssolide} + HV_{C+N} + HV_{Hall-Petch} + HV_{dislocations} \quad (3.3.14)$$

avec la notation "BT" pour bruts de trempe.

Afin d'isoler le terme de durcissement structural dû à l'écroissage de forêt, le durcissement structural dû à la taille de grains (identifié précédemment) et dus au carbone et à l'azote en solution solide (d'après Brachet [Brachet, 1995]) sont soustraits à la dureté globale.

$$\Leftrightarrow HV_{0,5-BT} - HV_{C+N} + HV_{Hall-Petch} = C + k_{dislocations} \cdot \sqrt{\rho} \quad (3.3.15)$$

avec $C = HV_0 + HV_{solutionssolide}$

La figure 3.18 montre l'influence de la densité moyenne de dislocations sur la dureté. Bien que le coefficient de corrélation ne soit pas satisfaisant ($R^2 = 0,25$), la regression linéaire passe au milieu des points (du fait des incertitudes de mesure) et il est possible de déduire le terme $k_{dislocations}$ égal à $3,9 \cdot 10^{-6} \text{ HV}_{0,5} \cdot \text{m}^{-1}$ et les termes $\text{HV}_0 + \text{HV}_{solutionsolide}$ égaux à $136 \text{ HV}_{0,5}$.

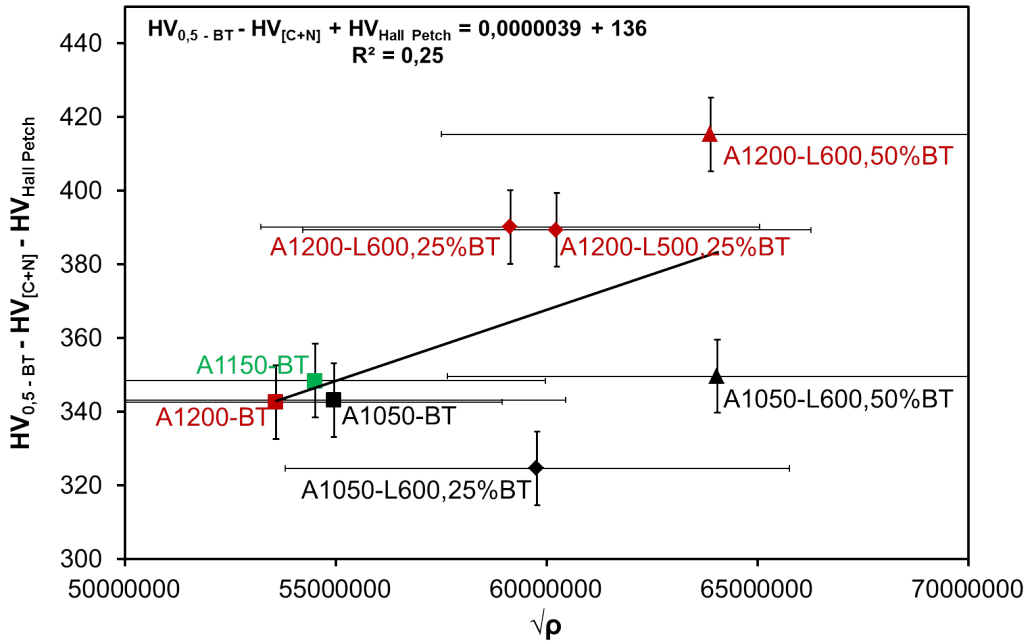


Figure 3.18 – Influence de la densité de dislocations sur la dureté.

D'après l'équation 3.3.25, le terme $k_{dislocations}$ devrait être égal à $\frac{\alpha \cdot M \cdot \mu_m \cdot b}{2,6}$ soit entre $5,9 \cdot 10^{-6} \text{ HV}_{0,5} \cdot \text{m}^{-1}$ (pour $\alpha = 1/4$) et $7,8 \cdot 10^{-6} \text{ HV}_{0,5}$ (pour $\alpha = 1/3$). Ce qui est légèrement plus élevé (facteur multiplicatif 1,5 ou 2) que le terme $k_{dislocations}$ identifié à partir des données expérimentales (cf. figure 3.18). Pour des densités de dislocations comprises entre $2,9 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$ et $4,1 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$ (cf. chapitre 2, paragraphe 2.2.4), le durcissement structural dû à l'effet de forêt est compris entre 208 et $249 \text{ HV}_{0,5}$. A partir des écarts-types sur les mesures des densités de dislocations et de dureté, il est possible de déterminer la valeur minimale : $1,5 \cdot 10^{-6} \text{ HV}_{0,5} \cdot \text{m}^{-1}$ et la valeur maximale : $6,0 \cdot 10^{-5} \text{ HV}_{0,5} \cdot \text{m}^{-1}$ du coefficient $k_{dislocations}$. En toute rigueur, le durcissement structural dû à l'effet de forêt est compris entre 74 et $343 \text{ HV}_{0,5}$ pour un état austénitisé non laminé et entre 91 et $415 \text{ HV}_{0,5}$ pour un état laminé de 50% de réduction en épaisseur.

D'autre part, concernant l'identification des termes $\text{HV}_0 + \text{HV}_{solutionsolide}$ comme étant égaux à $136 \text{ HV}_{0,5}$, cette valeur n'est pas si aberrante car la dureté, dans le plan TS, pour une ferrite obtenue, à partir de la même nuance de Grade 91 que l'on étudie, après austénitisation à 1050°C pendant 30 minutes et refroidi jusqu'à la température ambiante avec une vitesse de $20^\circ\text{C} \cdot \text{h}^{-1}$ entre 700°C et 300°C est de $153 \pm 4 \text{ HV}_{0,5}$ (état élaboré par Wident, qui trouve une dureté de 143 HV_{30} [Wident, 2004] et dont la dureté a été mesurée de nouveau, au cours de ces travaux de thèse, sous une charge de 500 grammes). Il sera considéré que la ferrite est très pauvre en dislocations et que les précipités sont trop grossiers (observables au microscope optique) pour conduire à un durcissement structural significatif. Ainsi, le terme $\text{HV}_{dislocations}$ et $\text{HV}_{contournement}$ peuvent être considérés comme nuls. La dureté de la ferrite est donc égale à :

$$\text{HV}_{0,5-ferrite} = \text{HV}_i + \text{HV}_{solutionsolide} + \text{HV}_{Hall-Petch} \quad (3.3.16)$$

$$\Leftrightarrow \text{HV}_{0,5-ferrite} - \text{HV}_{Hall-Petch} = \text{HV}_i + \text{HV}_{solutionsolide} \quad (3.3.17)$$

D'après Thomas et Schmitt, le terme $k_{Hall-Petch}$ pour les nuances ferritiques dont la teneur en carbone est inférieure à 0,1% massique (dans le cas de la nuance de Grade 91 étudié, elle est de 0,088% massique) est de $20 \text{ MPa} \cdot \text{mm}^{-1}$ soit $0,0029 \text{ HV}_{0,5} \cdot \text{m}^{-1}$ [Thomas and Schmitt, 2002]. En effet, pour convertir ce terme, il a été supposé que tout comme pour les états martensitiques, il existe une relation de proportionnalité entre la dureté

et la limite d'élasticité ($R_{p0,2\%}$) :

$$k_{Hall-Petch-ferrite}(HV_{0,5} \cdot m^{-0,5}) = \frac{k_{Hall-Petch-ferrite}(MPa \cdot mm^{-1}) \cdot HV_{0,5-ferrite} \cdot 10^{-3/2}}{R_{p0,2\%-ferrite}} \quad (3.3.18)$$

avec :

- $HV_{0,5-ferrite}$, la dureté de l'état ferritique sous une charge de 500 grammes, soit 153 $HV_{0,5}$,
- $R_{p0,2\%-ferrite}$, la limite d'élasticité à 20°C de l'état ferritique, soit 530 MPa [Wident, 2004],
- $10^{-3/2}$, pour convertir les minimètres (mm) en mètres (m).

Enfin puisque la taille des grains de ferrite a été mesurée (50 μm), il est possible de déduire le terme HV_i + $HV_{solutionsolide}$:

$$\Leftrightarrow HV_i + HV_{solutionsolide} = HV_{0,5-ferrite} - HV_{Hall-Petch} = 153 - \frac{0,0029}{\sqrt{50 \cdot 10^{-6}}} = 153 HV_{0,5} \quad (3.3.19)$$

La valeur de $HV_i + HV_{solutionsolide}$ identifiée à partir de la dureté de la ferrite est légèrement supérieure (17 $HV_{0,5}$) à celle déterminée à partir du modèle de durcissement structural. Du fait des écart-types sur les mesures de dureté (10 $HV_{0,5}$), cette différence est cependant considérée comme négligeable.

A partir de l'incertitude sur le coefficient $k_{dislocations}$, déterminée précédemment, le terme $HV_i + HV_{solutionsolide}$ peut varier de 0 à 324 $HV_{0,5}$.

Pour les états austénitisés - bruts de trempe ou austénitisés, laminés - bruts de trempe, le durcissement structural estimé dû à l'effet de forêt est prédominant. Il est environ 6 fois supérieur à celui lié à la taille d'ex-grains austénitiques, 3,6 fois supérieur à celui dû au carbone et à l'azote en solution solide et 1,7 fois à celui dû à la force de Peierls et aux autres éléments en solution solide.

Identification du terme $k_{contournement}$ - Étude des états austénitisés - revenus et des états traités thermomécaniquement

D'après les hypothèses ❶, ❷, ❸, ❹, ❺ et ❽, pour les états austénitisés - revenus ou traités thermomécaniquement, l'équation de dureté peut s'écrire sous la forme :

$$HV_{0,5-R} = HV_i + HV_{solutionsolide-R} + HV_{Hall-Petch} + HV_{dislocations-R} + HV_{contournement} \quad (3.3.20)$$

avec la notation "R" pour revenus.

Il n'est pas possible de s'affranchir des termes concernant le durcissement structural dû au diamètre moyen des ex-grains d'austénite, celui dû à l'effet de forêt, celui dû à la force de Peierls et des éléments en solution solide. En conséquence, le terme $k_{contournement}$ ne peut être identifié isolément des autres. Il dépend des termes $k_{Hall-Petch}$, $k_{dislocations}$, de HV_i et de $HV_{solutionsolide}$. Si des erreurs d'appréciation de ces trois termes ont été commises précédemment, elles se répercutent forcément sur le terme $k_{contournement}$.

D'autre part, il a été vu au chapitre 2, paragraphe 2.1.5, qu'entre 650°C et 800°C, le PTE ne varie plus, tous le carbone et l'azote sont sous forme de précipités. Le terme HV_{C+N} est nul. De plus, il est supposé que les variations de composition chimique en solution solide de la matrice (autres que le carbone et l'azote) sont négligeables par rapport aux états bruts de trempe et donc le terme $HV_{solutionsolide}$ est constant de 20°C à 780°C.

L'équation 3.3.20 s'exprime également :

$$HV_{0,5-R} - HV_{Hall-Petch} - HV_{dislocations-R} - (HV_i + HV_{solutionsolide}) = HV_{contournement-R} \quad (3.3.21)$$

$$\Leftrightarrow HV_{0,5-R} - HV_{Hall-Petch} - HV_{dislocations-R} - (HV_i + HV_{solutionsolide}) = k_{contournement} \cdot \frac{\sqrt{f_v}}{r} \quad (3.3.22)$$

D'autre part, d'après les hypothèses ❷ et ❺, le durcissement par contournement des précipités est dû aux précipités intragranulaires. Cependant, dans le chapitre 2, paragraphe 2.1.5, il a été défini trois classes de précipités intragranulaires :

- Classe I : précipités dont le diamètre moyen est inférieur à 5 nm, caractérisés par DNPA,
- Classe II : précipités dont le diamètre moyen est compris entre 5 nm et 15 nm, caractérisés par DNPA,
- Classe III : précipités dont le diamètre moyen est supérieur à 10 nm, observés au MET sur répliques extractives au carbone.

Il existe un recouvrement de tailles entre les classes II et III.

Afin de déterminer quelle est (sont) la ou les classe(s) de précipités intragranulaires à prendre en considération, les différentes combinaisons possibles ont été étudiées, les termes $k_{\text{contournement}}$ et HV_i ont été identifiés pour différents cas. Le tableau 3.5 résume les différentes valeurs trouvées lorsqu'une relation linéaire a pu être établie entre la dureté des états revenus, de laquelle le durcissement structural de type "Hall-Petch" et dû à l'effet de forêt ont été retranchés, et la racine carrée de la fraction volumique divisée par le rayon des précipités (cf. équation 3.3.20).

Quand plusieurs classes de précipités intragranulaires sont prises en considération, la fraction volumique moyenne ($f_{v\text{-moyen}}$) et le rayon moyen (r_{moyen}) s'expriment de la manière suivante :

$$f_{v\text{-moyen}} = \sum_{i=1}^n f_{v,i} \quad (3.3.23)$$

$$r_{\text{moyen}} = \frac{\sum_{i=1}^n \frac{f_{v,i}}{r_i^2}}{\sum_{i=1}^n \frac{f_{v,i}}{r_i^3}} \quad (3.3.24)$$

Le durcissement structural dû au contournement des précipités ne peut être identifié qu'à partir de la classe I qui comporte le seul coefficient de corrélation positif d'une régression linéaire. Cependant, son coefficient de corrélation n'est pas satisfaisant ($R^2 = 0,17$).

Paramètres identifiés	Classes						
	I	II	III	I+II	I+III	II+III	I+II+III
$k_{\text{contournement}}$ ($HV_{0,5.m}$)	3.10^{-6}	10,9	1.10^{-5}	8.10^{-6}	1.10^{-5}	1.10^{-5}	1.10^{-5}
R^2	0,36	-0,29	0,40	0,11	-0,03	-0,48	-0,03
Commentaires	✓	✗	✓	✓	✗	✗	✗

Tableau 3.5 – Valeurs du terme $k_{\text{contournement}}$ et du coefficient de corrélation de la pente déduites pour les différentes classes de précipités intragranulaires.

Pour effectuer ces corrélations, les états métallurgiques considérés ont été limités à ceux étudiés par diffraction des neutrons et par DNPA (cf. A.1.5). Pour la classe III (précipités observés au MET sur répliques extractives au carbone), il est possible de prendre en compte d'autres états métallurgiques, figure 3.19. Les termes identifiés sont :

- $k_{\text{contournement}}$ égal à $1,1.10^{-5} HV_{0,5.m}$,
- R^2 égal à 0,56.

Le coefficient de corrélation ($R^2 = 0,56$), bien que médiocre, est meilleur que celui déterminé avec un nombre de données plus limité de précipités de classe I. On ne retiendra donc que la classe III des précipités intragranulaires à prendre en considération pour le durcissement dû au contournement du modèle simplifié.

Ce choix peut être critiqué. En effet, d'après le tableau 3.6, la classe III a une fraction volumique pouvant atteindre 1,7 fois supérieure à la fraction volumique de la classe I ($f_{v3} = 1,7.f_{v1}$) et un rayon moyen 2,5 à 7,5 fois supérieur à celui de la classe I ($r_3 = 2,5$ ou $7,5.r_1$). En conséquence, le durcissement structural dû au contournement des précipités de classe III représente 20% à 70% du durcissement des précipités de classe I ($\frac{\sqrt{f_{v3}}}{r_3} = 0,2$ à $0,7 \frac{\sqrt{f_{v1}}}{r_1}$).

Cependant, si le coefficient $k_{\text{contournement}}$ choisi est comparé au terme de la littérature : il est égal à $\frac{M.0,7.\mu_m.b}{2,6}$,

soit $1,6.10^{-5} HV_{0,5.m}$. Ce qui est une valeur très proche du coefficient déterminé à partir de la classe III. En choisissant la classe I, le durcissement structural dû au contournement des précipités aurait été sous-évalué par rapport aux données de la littérature d'un facteur 20.

En toute rigueur, il faudrait retravailler sur la totalité de l'histogramme de répartition en taille des précipités.

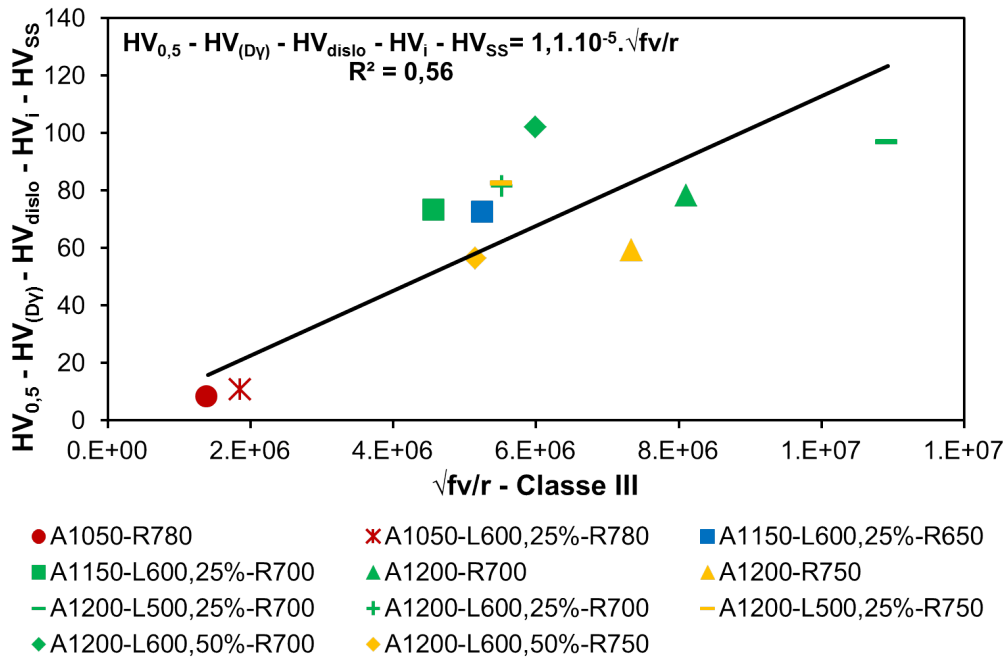


Figure 3.19 – Influence de la fraction volumique et du rayon des précipités de classe III sur la dureté.

	Classe I	Classe III
f_v (%)	0,07 à 0,22	0,06 à 0,37
R (nm)	1,2 à 2,5	6 à 9

Tableau 3.6 – Comparaison entre la classe I et la classe III en termes de fractions volumiques et de rayons moyens.

Pour un domaine de $\frac{\sqrt{f_v}}{R}$ compris entre $1,40.10^6$ et $1,09.10^7 \text{ m}^{-1}$, le durcissement structural dû aux précipités serait compris entre environ 16 et environ de 122 $HV_{0,5}$.

A partir des écarts-types sur les mesures rayon moyen et de dureté, il est possible de déterminer la valeur minimale : $7,4.10^{-6} HV_{0,5}.m$ et la valeur maximale : $1,0.10^{-5} HV_{0,5}.m$ du coefficient $k_{contournement}$. En toute rigueur, le durcissement structural dû au contournement des précipités est compris entre 2 et 94 $HV_{0,5}$.

Pour une densité de dislocations comprise entre $6,1.10^{13} \text{ m}^{-2}$ (correspondant à l'état austénitisé à 1050°C et revenu à 780°C) et $8,4.10^{14} \text{ m}^{-2}$ (correspondant à l'état austénitisé à 1150°C, laminé de 25% à 600°C et revenu à 650°C), le durcissement structural dû à l'effet de forêt serait compris entre 30 et 113 $HV_{0,5}$.

Par conséquent, le modèle de durcissement structural identifié pour la dureté est le suivant :

$$HV_{0,5} = 136 + \frac{0,23}{\sqrt{D}} + 764.[C + N] + 3,9.10^{-6} \cdot \sqrt{\rho} + 1,1.10^{-5} \cdot \frac{\sqrt{f_v}}{r} \quad (3.3.25)$$

où :

- D est le diamètre moyen des ex-grains d'austénite,
- $[C + N]$ est la concentration massique en carbone et en azote en solution solide,
- ρ est la densité de dislocations,
- f_v est la fraction volumique des précipités de classe III,
- r est le rayon moyen des précipités de classe III.

Comparaison modèle - expériences

Il est possible de calculer la dureté ($HV_{0,5}$), la résistance mécanique (R_m) (multiplication par 3,0 du modèle de durcissement structural établi à partir de la dureté, cf. paragraphe 3.2.1 et cf. tableau 3.7) et la limite d'élasticité ($R_{p0,2\%}$) (multiplication par 2,6 du modèle de durcissement structural établi à partir de la dureté, cf.

paragraphe 3.2.1 et cf. tableau 3.7) à partir des différents paramètres microstructuraux mesurés et des termes identifiés et de les comparer aux valeurs expérimentales, figure 3.20, figure 3.21 et figure 3.22¹¹. De plus, pour chaque figure, des traits en gris pointillés ont été ajoutés et représentent un écart de $\pm 15\%$ par rapport au modèle de durcissement structural.

20°C	R_{pi} (ou R_{mi}) (MPa)	$k_{Hall-Petch}$ (MPa.m ^{0,5})	k_{C+N} (MPa.%mass ⁻¹)	$k_{dislocations}$ (MPa.m)	$k_{contournement}$ (MPa.m)
$R_{p0,2\%}$ (MPa)	354	0,6	1986	$1,0.10^{-5}$	$3,1.10^{-5}$
R_m (MPa)	408	0,7	2292	$1,2.10^{-5}$	$3,6.10^{-5}$

Tableau 3.7 – Valeurs de R_{pi} (ou R_{mi}), $k_{Hall-Petch}$, k_{C+N} , $k_{dislocations}$, $k_{contournement}$ du modèle de durcissement structural décrivant la limite d'élasticité ou la résistance mécanique à 20°C.

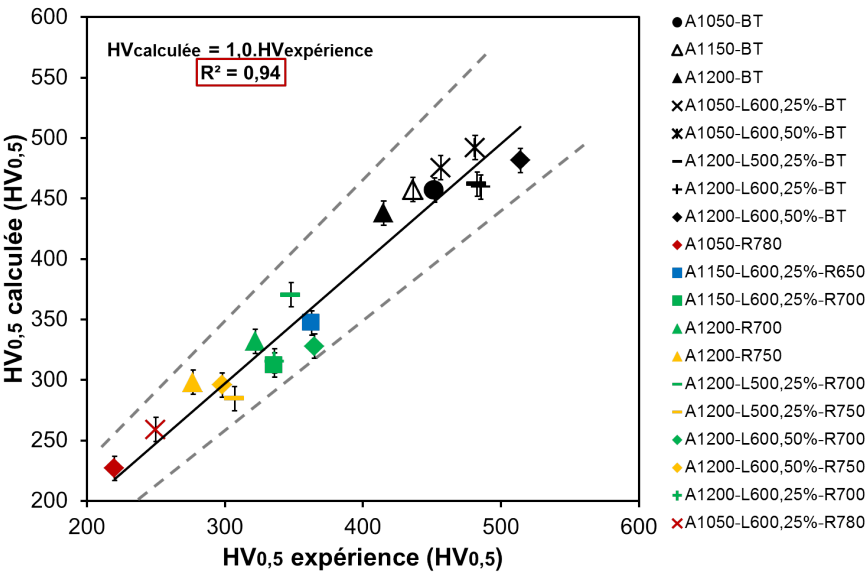


Figure 3.20 – Dureté (HV_{0,5}) calculée à partir des différents paramètres microstructuraux mesurés et des termes identifiés en fonction de la dureté obtenue expérimentalement pour différents états métallurgiques.

11. Le code couleur utilisé est le même que celui utilisé au début du chapitre. Les points en noir représentent les états bruts de trempe, le point en bleu, l'état revenu à 650°C, les points en vert, les états revenus à 700°C, les points en orange, les états revenus à 750°C et les points en rouge, les états revenus à 780°C. Les symboles distinguent, quant à eux, la température d'austénitisation et le taux de laminage.

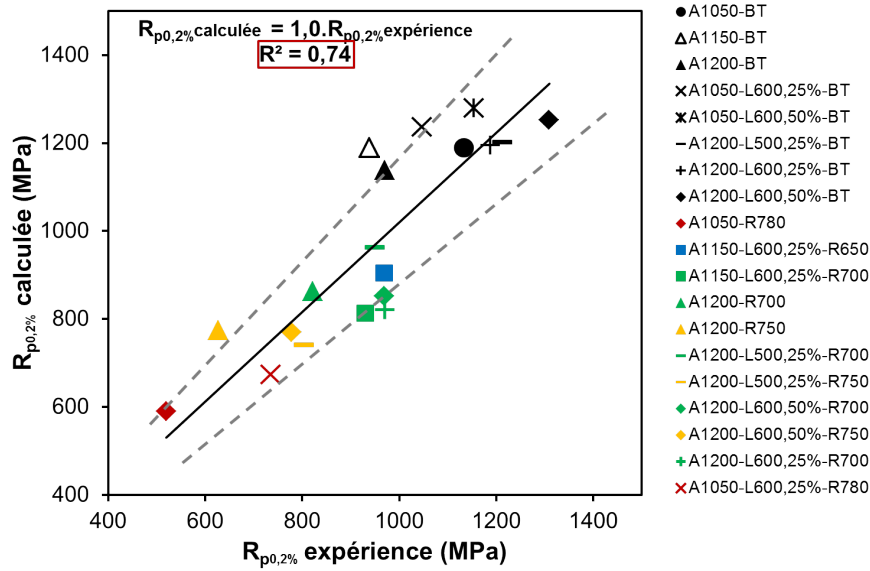


Figure 3.21 – Limite d'élasticité ($R_{p0,2\%}$) calculée à partir des différents paramètres microstructuraux mesurés et des termes identifiés en fonction de la limite d'élasticité ($R_{p0,2\%}$) obtenue expérimentalement pour différents états métallurgiques.

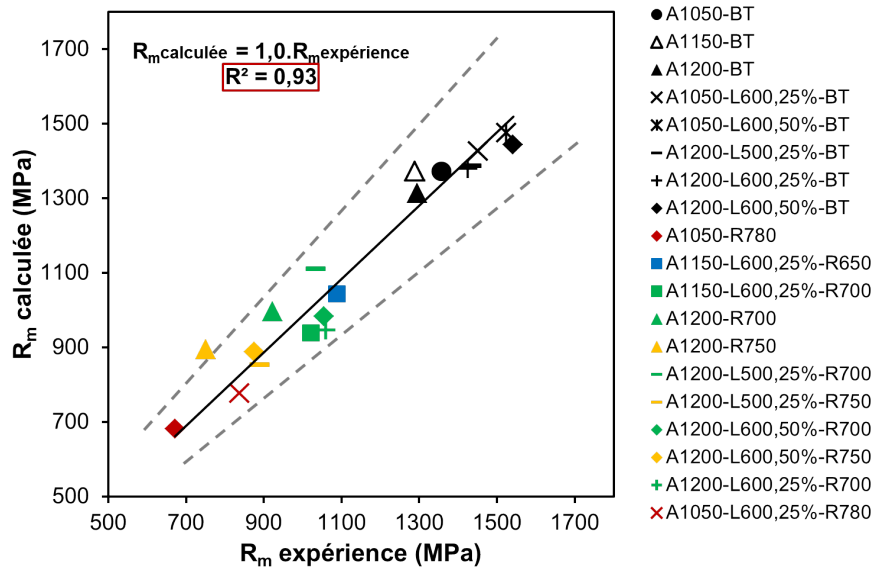


Figure 3.22 – Résistance mécanique (R_m) calculée à partir des différents paramètres microstructuraux mesurés et des termes identifiés en fonction de la résistance mécanique (maximale à rupture) obtenue expérimentalement pour différents états métallurgiques.

Globalement, la relation (simple) de durcissement structural identifiée semble être en bon accord avec l'expérience pour la dureté ($HV_{0,5}$) et la résistance mécanique (R_m) puisque tous les états métallurgiques ont une dureté ou résistance mécanique calculées qui s'écartent de moins de 15% de celle obtenue expérimentalement ($\pm 50 HV_{0,5}$ et $\pm 130 MPa$) sauf pour l'état A1200-R750 où la résistance mécanique obtenue par le modèle est supérieure de 15% à celle obtenue expérimentalement. Cependant, la relation décrit beaucoup moins bien la limite d'élasticité ($R_{p0,2\%}$). Au moins trois états métallurgiques présentent une limite d'élasticité calculée par le modèle qui s'écarte de plus ou moins 15% de celle mesurée expérimentalement. Il s'agit des états A1200-BT, A1200-R750 et A1200-L600,25%-R700.

Pour les aciers, la mesure de dureté induit une déformation élastique et plastique. Il semble donc logique que la résistance mécanique (maximale à rupture) soit mieux décrite par le modèle de durcissement structural identifié à partir de la dureté et que la limite d'élasticité le soit moins bien. Les erreurs engendrées par l'hypothèse

de linéarité entre la limite d'élasticité et la dureté et celle due à la détermination du modèle de durcissement structural par la dureté semblent s'additionner.

3.3.6 Bilan sur le modèle de durcissement structural à 20°C

Il a été possible d'établir un lien quantitatif entre les différents éléments de la microstructure et la dureté à 20°C par l'application d'un modèle de durcissement structural prenant en compte :

– **la taille des grains,**

Les échelles des lattes, des blocs de martensite et des ex-grains d'austénite ont été testées. Il en ressort que les largeurs de lattes ne peuvent être considérées pour le durcissement structural de type "Hall-Petch". Cependant, ce durcissement structural est proportionnel, avec un excellent coefficient de corrélation (respectivement 0,97 et 0,94) à $\frac{1}{\sqrt{D}}$ avec D, le diamètre des ex-grains d'austénite

ou $\frac{1}{B}$ avec B, la largeur des blocs de martensite. Il a été choisi d'utiliser la taille des ex-grains d'austénite pour décrire le durcissement de type "Hall-Petch" qui est alors phénoménologique (il y a beaucoup d'autres joints/interfaces infranchissables pour les dislocations).

– **la densité de dislocations,**

– **la fraction volumique et le rayon des précipités intragranulaires.**

Afin d'identifier quelle(s) classe(s) de précipités intragranulaires correspond(ent) le mieux au durcissement structural dû au contournement des précipités, toutes les combinaisons possibles ont été testées (7 en tout). La conclusion est qu'il faut prendre en considération uniquement les précipités de la classe III, observés au MET sur répliques extractives au carbone.

Le modèle de durcissement structural est le suivant :

$$HV_{0,5} = 136 + \frac{0,23}{\sqrt{D}} + 764.[C + N] + 3,9.10^{-6} \cdot \sqrt{\rho} + 1,1.10^{-5} \cdot \frac{\sqrt{f_v}}{R} \quad (3.3.26)$$

Il n'a pas été possible de séparer le durcissement structural dû à la force de Peierls de celui dus aux éléments en solution solide (hors carbone et azote) qui est sous la forme d'un terme constant de 136 HV_{0,5}. Pour quantifier le lien entre la microstructure et la résistance mécanique ou la microstructure et la limite d'élasticité à 20°C, il suffit de multiplier les coefficients identifiés précédemment et le terme HV_i + HV_{solutionsolide} par 3,0 ou 2,6 respectivement.

Il existe une très bonne corrélation entre la dureté ou la résistance mécanique calculée à partir de ce modèle et celle obtenue expérimentalement (et dans une moindre mesure pour la limite d'élasticité).

De plus :

- le coefficient de durcissement structural lié aux ex-grains d'austénite est proche de celui identifié par Lambard pour des nuances élaborées de manière conventionnelle [Lambard, 1998],
- les coefficients de durcissement structural dû à l'effet de forêt et dû au contournement des précipités sont proches (légèrement inférieurs) de ceux calculés à partir des équations classiques,
- le terme HV₀ + HV_{solutionsolide} identifié est proche de la dureté de la ferrite obtenue par traitement thermique de la nuance de Grade 91 étudié à laquelle il a été retranché le durcissement de type "Hall-Petch".

D'après le modèle de durcissement structural établi sur l'acier de Grade 91, équation 3.3.25, pour les états bruts de trempe, figure 3.23-a, le paramètre microstructural prépondérant est la densité de dislocations alors que pour les états revenus, figure 3.23-b, le paramètre microstructural prépondérants sont les éléments chimiques en solution solide.

Il peut être remarqué que :

- le durcissement structural dû au carbone et à l'azote en solution solide dans les états bruts de trempe est compensé par le durcissement structural dû au contournement des précipités dans les états revenus,
- la plus faible valeur de dureté des états revenus, par rapport aux états bruts de trempe, est essentiellement due à la différence de densité de dislocations.

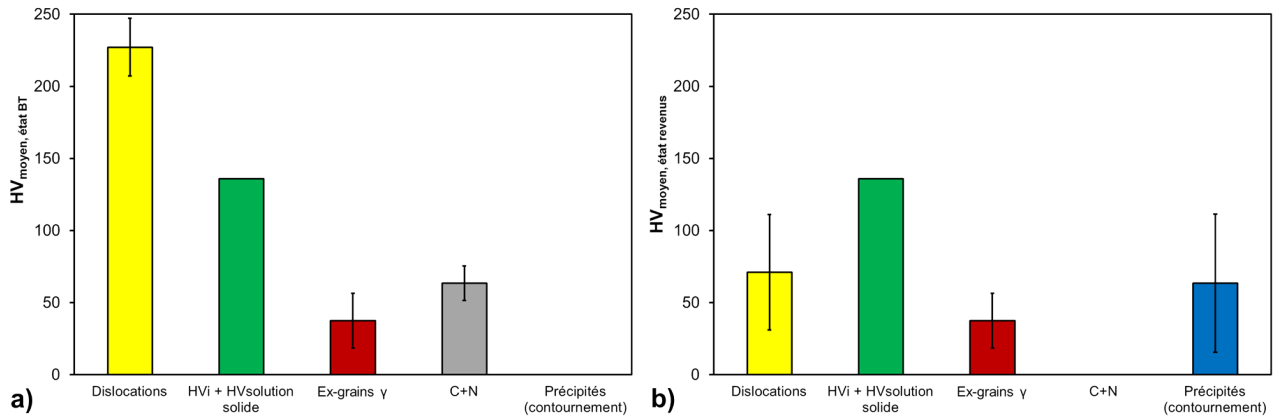


Figure 3.23 – Influences relatives des différents mécanismes identifiés sur le durcissement structural a) des états bruts de trempe et b) des états revenus de l'acier de Grade 91.

3.4 Résilience

Les essais de résilience ont été réalisés sur des éprouvettes mini-Charpy rompues sur mouton pendule de 50J (cf. annexe C.5.). La plupart des éprouvettes ont été prélevées dans le sens LT (cf. annexe C.5) mais afin d'étudier l'anisotropie des propriétés de résilience, certaines éprouvettes ont également été prélevées dans le sens TL.

A cause de la quantité limitée de matière disponible pour chaque état et du très grand nombre d'états générés, certains états métallurgiques n'ont pas été caractérisés et pour un grand nombre d'états, les courbes de transition ductile-fragile ont été tracées avec seulement 6 éprouvettes.

3.4.1 Influence d'un "simple" traitement thermique : austénitisation et revenu

Les courbes de résilience des états traités thermiquement et de l'état de référence (A1050-R780) sont présentées à la figure 3.24. De plus, quelques faciès de rupture associés sont donnés.

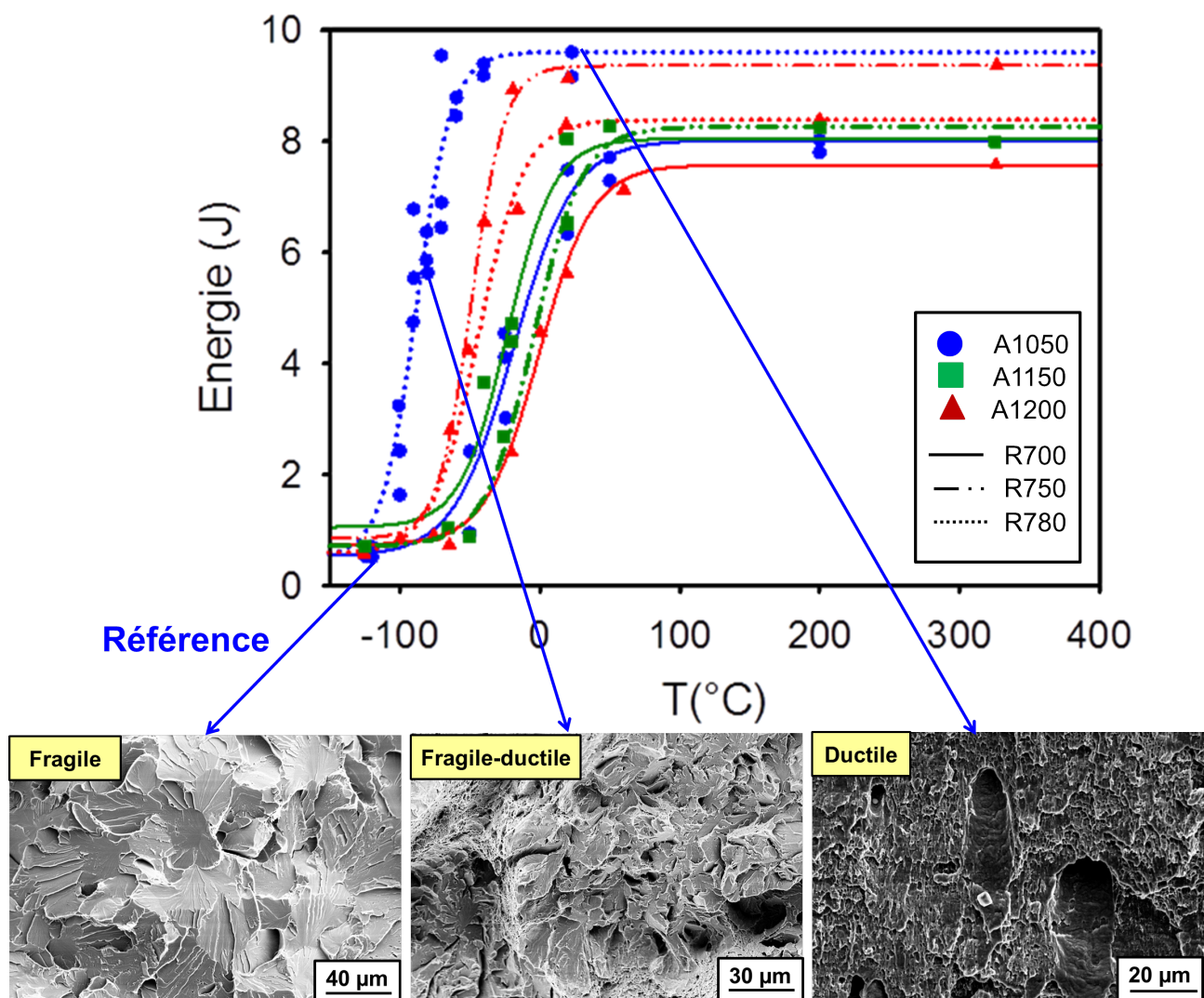


Figure 3.24 – Courbes de résilience des états traités thermiquement (éprouvettes prélevées dans le sens LT) et de l'état de référence : A1050-R780 (éprouvettes prélevées dans le sens TL, avec quelques faciès de rupture). Les états austénitisés à 1050°C sont en ronds bleus, ceux à 1150°C sont en carrés verts et ceux à 1200°C sont en triangles rouges. La température de revenu est signalée par le tracé de la courbe. Les états revenus à 700°C sont en traits pleins, ceux à 750°C sont en traits et points et ceux à 780°C en points.

Les courbes de résilience sont conformes à celles attendues pour un acier martensitique à 9-12%Cr revenu

[Brachet et al., 1993]¹². Trois domaines de températures typiques peuvent être considérées :

- à basses températures pour lesquelles la rupture est fragile. Pour tous les états métallurgiques, la fissure s'amorce à partir d'inclusions (MnS ou Al₂O₃) et se propage de manière intragranulaire dans l'acier. Des facettes de clivage sont observées dont la taille des languettes est proche de la largeur des blocs de martensite (cf. fractographie nommée "Fragile" à la figure 3.24). Pour certains états métallurgiques, il est également observé de la rupture intergranulaire mais cela sera plus détaillé au paragraphe 3.4.4.
- à hautes températures pour lesquelles la rupture est ductile. Des cupules sont observées et elles germent soit sur les inclusions (MnS ou Al₂O₃), mais surtout, sur les précipités M₂₃C₆ (cf. fractographie nommée "Ductile" à la figure 3.24).
- dans la zone de transition (entre les deux zones précédentes), la rupture est un mélange de comportements fragiles et ductiles. Ainsi, comme le montre la fractographie nommée "Fragile-ductile" à la figure 3.24, des zones de clivage et des zones ductiles coexistent.

La température de transition ductile/fragile (TTDF) correspond à la température où l'énergie de rupture est la moyenne de l'énergie minimale et de l'énergie maximale. Elle peut-être déterminée en traçant la courbe de résilience à partir de l'équation empirique 3.4.1.

$$E = \frac{E_{ductile} + E_{fragile}}{2} + \frac{E_{ductile} - E_{fragile}}{2} \cdot \tanh\left(\frac{T - TTDF}{c}\right) \quad (3.4.1)$$

avec :

- E, l'énergie de rupture (J),
- E_{ductile}, l'énergie de rupture au palier ductile (J),
- E_{fragile}, l'énergie de rupture au palier fragile (J),
- T, la température (°C),
- TTDF, la température de transition ductile/fragile,
- c, une constant ajustable (°C⁻¹).

L'incertitude relative de la mesure de l'énergie est de l'ordre de 6,5% à 20°C. Elle est supposée constante pour tout le domaine de température où les essais ont été effectués.

Comme les états étudiés sont revenus, l'austénite résiduelle n'a à priori pas d'influence sur la température de transition ductile/fragile (TTDF) et l'énergie du palier ductile (E_{ductile}) puisqu'on a vu au chapitre précédent que celle-ci disparaissait lors d'un revenu effectué au-dessus de 400 - 650°C, selon les états. D'autre part, pour tous les états métallurgiques, le nombre et la taille des inclusions "primaires" sont considérés comme identiques et ces paramètres ne peuvent donc pas être à l'origine d'une modification des conditions d'amorçage de la fissure. Ainsi, pour une même température de revenu, ces différences de valeurs entre les états austénitisés à 1050°C, 1150°C ou 1200°C sur la TTDF et E_{ductile} pourraient donc être liées pour partie à l'état de précipitation des carbures et des nitrures.

Du point de vue de la morphologie de la matrice, l'augmentation de la température d'austénitisation et plus particulièrement l'augmentation du diamètre des ex-grains d'austénite (et également des blocs de martensite, chapitre 2, paragraphe 2.1.2) pourrait aussi contribuer à l'augmentation de la température de transition ductile/fragile (TTDF), figure 3.25.

12. Fe-12%Cr-0,96%Mo-0,19%C-0,57%Mn-0,56%Ni-0,54%W-0,42%Si-0,3%V

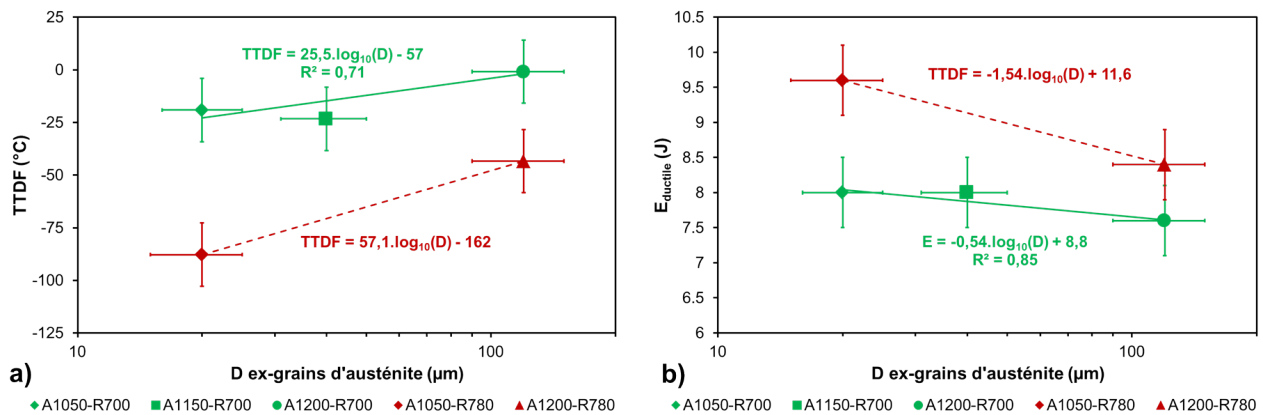


Figure 3.25 – a) Augmentation de la température de transition ductile/fragile (TTDF) et b) diminution de l'énergie du palier ductile en fonction du diamètre des ex-grains d'austénite (via la température d'austénitisation).

Cette relation entre la TTDF et le logarithme du diamètre des ex-grains d'austénite a déjà été observée par Roberts pour des aciers Fe-5%Mn et Fe-9%Mn [Roberts, 1970].

D'après la figure 3.11, pour une température donnée, lorsque la taille des ex-grains d'austénite est augmentée, la contrainte pour la rupture par clivage est diminuée. Il est donc tout à fait cohérent d'observer un décalage de la TTDF vers des températures élevées lorsque la taille des ex-grains d'austénite augmente.

D'autre part, lorsque la température de revenu est augmentée de 700°C à 780°C, la TTDF est diminuée d'environ 40°C à 70°C pour un état austénitisé à 1200°C ou 1050°C, figure 3.25-a. En effet, pour une même taille d'ex-grains d'austénite (ou un même température d'austénitisation), lorsque la température de revenu est augmentée, la limite d'élasticité est diminuée, par conséquent, la rupture par clivage est activée à plus basse température (cf. figure 3.13).

L'état austénitisé à 1150°C et revenu à 780°C n'a pas été pris en compte car il semble avoir une TTDF très élevée par rapport à ce qui est attendu (la TTDF est plus élevée que celle de l'état austénitisé à 1150°C et revenu à 700°C). Ceci pourrait être dû au faible nombre d'éprouvettes utilisées (6) pour réaliser la courbe de résilience et à la disparité des valeurs d'énergie de rupture obtenue pour une même température à laquelle l'éprouvette est rompue.

Enfin, l'état de référence, A1050-R780, est l'état traité thermiquement ayant la plus faible TTDF et l'énergie du palier ductile la plus élevée, mais ceci est associé à une plus faible résistance mécanique.

3.4.2 Influence de l'étape de laminage en phase austénitique métastable

Dans la majorité des cas, la température de transition ductile/fragile (TTDF) est maximale pour un état laminé de 25% de réduction en épaisseur et elle est minimale pour un état laminé de 50% de réduction en épaisseur, figure 3.26. Cette tendance paraît difficilement explicable.

D'autre part, les états revenus à 700°C ne présentent jamais de transition ductile/fragile inférieures à -30°C (à l'exception de l'état A1050-L600,50%-R700). Ceci représente un problème car si ces états métallurgiques sont sollicités à 500°C (température de fonctionnement des différentes applications possibles de l'acier de Grade 91), ils vont être soumis à un vieillissement thermique. Leur température de transition ductile/fragile risque d'être progressivement augmentée et in fine d'être supérieure à 20°C. Ce qui n'est pas acceptable pour des applications nucléaires (maintenance, transport, démantèlement,...). A l'exception de l'état A1150-R780 qui présente une TTDF proche de 0°C, les états revenus à 750°C ou 780°C ne semblent pas présenter ce problème. D'autre part, tout comme cela a été observé sur les états non laminés, de manière logique, l'augmentation de la température de revenu a pour effet de diminuer la TTDF du fait de la baisse de la limite d'élasticité).

Enfin, seul l'état A1050-L600,50%-R780 présente une température de transition ductile/fragile supérieure à celle de l'état de référence A1050-R780.

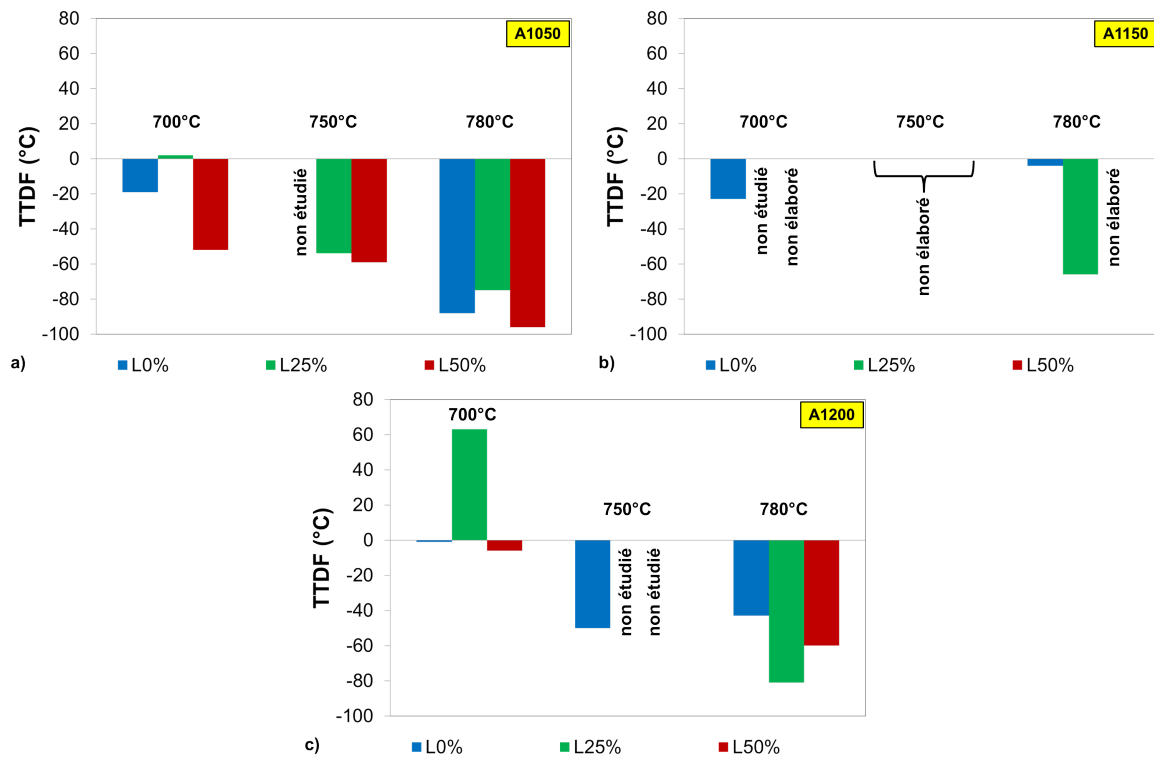


Figure 3.26 – Influence du pourcentage de réduction en épaisseur sur la température de transition ductile/fragile (TTDF) des états austénitisés à : a) 1050°C, b) 1150°C et c) 1200°C.

Il est plus difficile de conclure quant à l'influence d'une étape de laminage sur l'énergie du palier ductile car différents cas de figures sont observés. Pour les états austénitisés à :

- 1050°C, l'énergie du palier ductile diminue avec l'application d'un pourcentage de réduction en épaisseur, notamment pour un laminage de 50%.
- 1150°C, l'énergie du palier ductile augmente avec l'application d'un laminage de 25% mais ce résultat est à prendre avec précaution, car l'état A1150-R780 présente une courbe de résilience singulière.
- 1200°C, pour un revenu à 700°C, l'énergie du palier ductile est minimale pour un laminage de 25% de réduction en épaisseur. Pour un revenu à 780°C, l'application d'une étape de laminage ne semble pas avoir d'effet sur l'énergie du palier ductile.

D'autre part, seul l'état A1200-R750 présente une énergie de palier ductile égale à celle de l'état de référence.

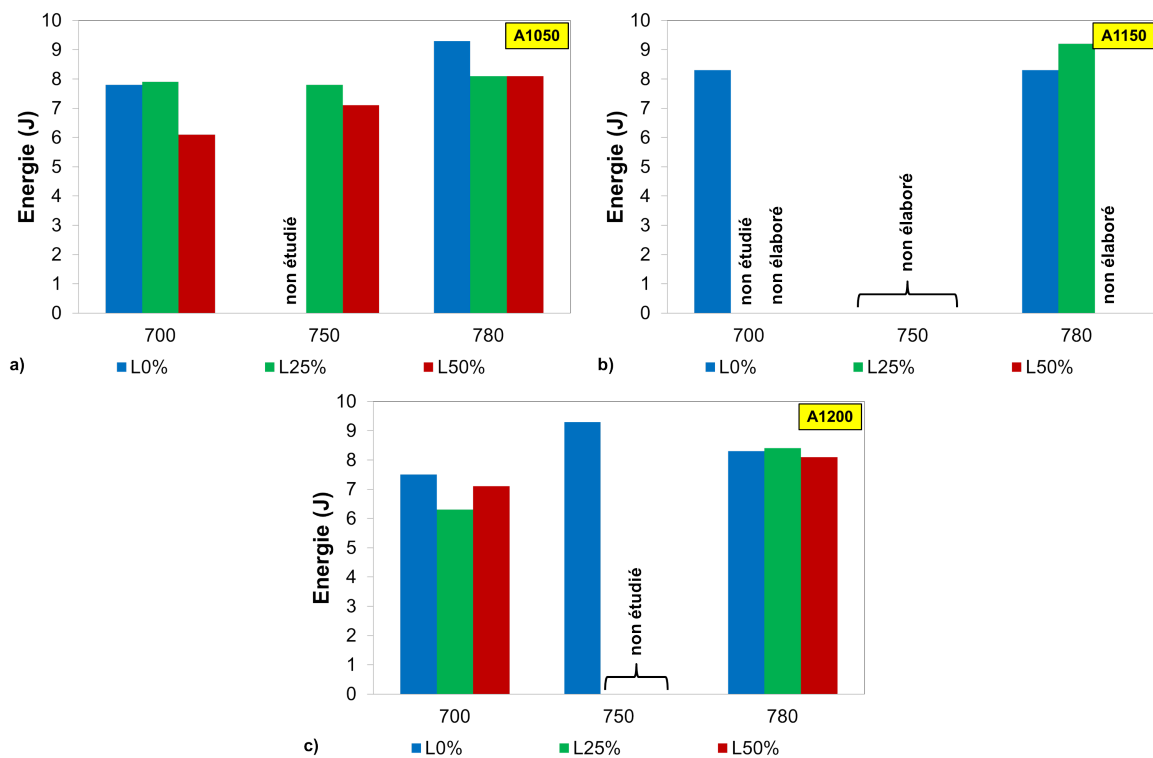


Figure 3.27 – Influence du pourcentage de réduction en épaisseur sur l'énergie du palier ductile des états austénitisés à : a) 1050°C, b) 1150°C et c) 1200°C. L'incertitude sur les l'énergie du palier ductile est de l'ordre de 6,5%.

3.4.3 Influence du sens de prélèvement des éprouvettes

La plupart des éprouvettes ont été prélevées dans le sens LT. Afin de voir l'influence du sens de prélèvement sur les courbes de résilience, deux états : A1200-L500,25%-R700 et A1200-L600,50%-R700 ont également été testés avec des éprouvettes de résilience prélevées dans le sens TL. Ces deux états ont été laminés, donc présentent une plus grande probabilité d'être texturés morphologiquement.

Les courbes de résilience, avec les éprouvettes prélevées dans les sens LT et TL, sont présentées à la figure 3.28 et la température de transition ductile/fragile (TTDF) ainsi que l'énergie du palier ductile sont données dans le tableau 3.8.

Pour les deux états métallurgiques, la température de transition ductile/fragile ne semble pas varier significativement bien qu'une augmentation d'environ 20°C est observée lorsque les éprouvettes sont prélevées dans le sens TL par rapport à celle prélevées dans le sens LT.

D'autre part, pour l'état A1200-L500,25%-R700, l'énergie du palier ductile ne semble pas dépendre du sens de prélèvement des éprouvettes. Ce n'est pas le cas pour l'état A1200-L600,50%-R700 qui a un palier ductile de 50% inférieur lorsque les éprouvettes sont prélevées dans le sens TL par rapport à celles prélevées dans le sens LT.

Cette anisotropie de propriétés de résilience pour l'état A1200-L600,50%-R700 est qualitativement cohérente avec la texture des ex-grains d'austénite (cf. chapitre 2, paragraphe 2.2.1). Cela montre que malgré la production de nombreux variants cristallographiques lors de la transformation martensitique, subséquente au laminage, il y a un effet "mémoire" de la texture des ex-grains austénitique pour les conditions de laminage les plus poussées.

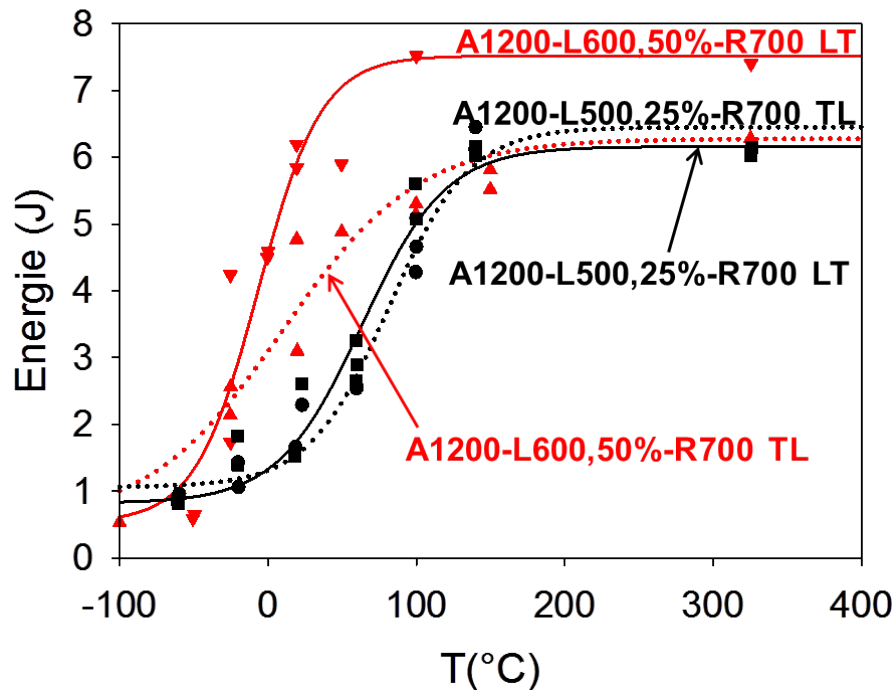


Figure 3.28 – Courbes de résilience des états A1200-L500,25%-R700 et A1200-L600,50%-R700 dont les éprouvettes ont été prélevées dans le sens LT et TL.

États	Éprouvettes prélevées dans le sens LT		Éprouvettes prélevées dans le sens TL	
	TTDF (°C)	Énergie palier ductile (J)	TTDF (°C)	Énergie palier ductile (J)
A1200-L500,25%-R700	63	6,2 ± 0,4	81	6,4 ± 0,4
A1200-L600,50%-R700	-6	10 ± 0,7	9	6,3 ± 0,4

Tableau 3.8 – Température de transition ductile/fragile (TTDF) et énergie du palier ductile des courbes de résilience des états A1200-L500,25%-R700 et A1200-L600,50%-R700 dont les éprouvettes ont été prélevées dans les sens LT et TL.

3.4.4 Mécanismes de rupture fragile

Les faciès de rupture des éprouvettes rompues dans le bas de la transition (éprouvettes généralement rompues entre 0,5J et 3J) ont été observés au MEB. Pour certains états métallurgiques, la présence de zones de décohésion intergranulaire est observée (cf. figure 3.29). Les différents états métallurgiques étudiés au MEB ainsi que le pourcentage approximatif de rupture intergranulaire sur le faciès sont indiqués dans le tableau 3.9. Les zones de décohésion intergranulaire sont généralement observées au voisinage de la zone d'amorçage dont la fissure naît à partir d'inclusions et sont mêlées à du clivage dans la phase de propagation. La localisation des zones de décohésion pourrait être liées au fait que la concentration (triaxialité) maximale des contraintes se situe dans une zone de taille égale à deux fois le rayon de l'entaille.

Les états métallurgiques austénitisés à 1050°C ne présentent pas, ou peu, de rupture intergranulaire. En revanche, les états austénitisés à 1150°C ou 1200°C présentent entre 5 et 10% de rupture intergranulaire localement - au

niveau de la zone d'amorçage. Pour ces derniers états, l'application d'un laminage ou une température de revenu plus élevée ne semble pas changer significativement le pourcentage de rupture intergranulaire. D'autre part, la rupture intergranulaire n'est pas uniquement observée pour les états qui présentent une température de transition ductile/fragile (TTDF) supérieure à la température ambiante mais également pour des états métallurgiques présentant une TTDF pouvant atteindre -80°C . Cette sensibilité à la fragilisation intergranulaire dépend donc de la température d'essai, dans une plage de plus de 100°C (-80°C jusqu'à plus de 20°C).

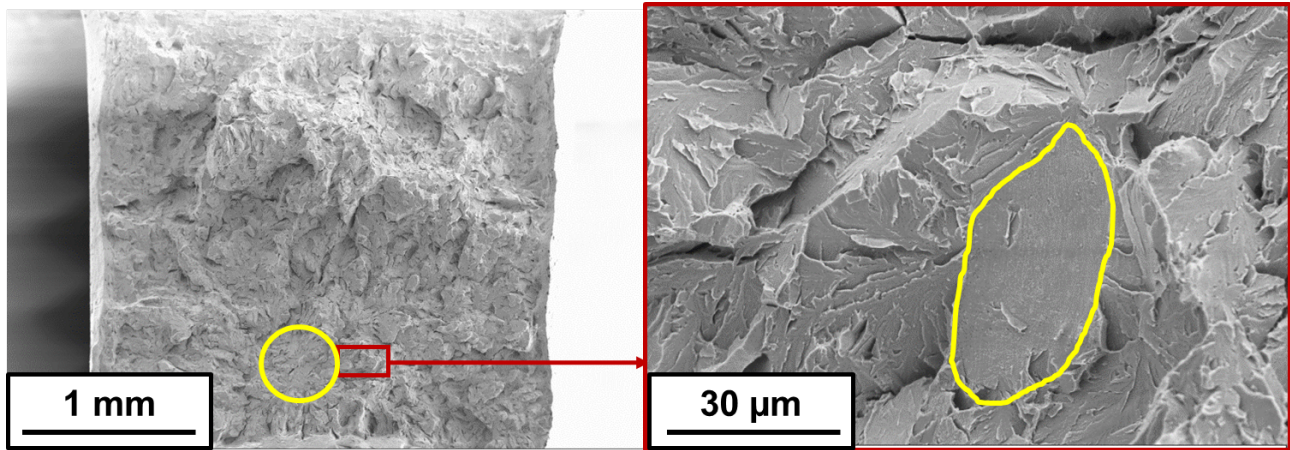


Figure 3.29 – Observation d'une facette de rupture intergranulaire de l'éprouvette de résilience de l'état A1200-L600,25%-R780, rompue à 1,64J et à -80°C .

États métallurgiques			E_R ép. (J)	% inter.	$E_{fragile}$ (J)	TTDF (°C)
T_{aust} (°C)	%L (%)	T_{rev} (°C)				
1050	0	700	0,95 à -50,5°C	< 1%	0,53	- 24
	25		2,26 à -50,6°C	0%	0,54	- 5
	50		1,17 à -75,0°C	0%	0,59	- 58
	25	750	1,59 à -75,4°C	< 1 %	0,52	- 58
	50		0,59 à -125,0°C	0%	0,59	- 70
	0	780	2,43 à -99,9°C	0%	0,51	- 91
	25		1,44 à -100,4°C	< 1%	0,74	- 79
	50		0,74 à -124,9°C	0%	0,74	- 102
1150	0	700	1,04 à -65,7°C	~ 5 - 10%	1,04	- 28
	0	780	0,85 à -50,2°C		0,68	- 7
	25		2,87 à -99,9°C		0,19	- 66
1200	0	700	0,70 à -64,7°C	~ 5 - 10%	0,70	- 6
	25		0,82 à -60,4°C (LT)		0,82	47
	25		0,96 à -59,8°C (TL)		0,96	62
	25(LT)		0,96 à -60,2°C (LT)		0,96	72
	25(LT)		1,03 à -60,7°C (TL)		1,02	53
	50		1,73 à -25,2°C (LT)		0,53	- 14
	50		2,14 à -25,5°C (TL)		0,53	- 8
	0	750	0,81 à -101°C		0,80	- 54
	0	780	0,89 à -75,2°C		0,57	- 47
	25		1,64 à -79,9°C		0,45	- 83
	50		2,2 à -79,9°C		0,45	-64

Tableau 3.9 – États métallurgiques dont le faciès de rupture a été observé au MEB avec une indication approximative du pourcentage de rupture intergranulaire. Le terme E_R ép. est l'énergie de rupture de l'éprouvette observée et le terme $E_{fragile}$ est l'énergie du palier fragile.

L'une des hypothèses avancées pour expliquer la sensibilité des états austénitisés à 1150°C et 1200°C à la

rupture intergranulaire serait liée à la ségrégation des impuretés, tels que le soufre et le phosphore aux joints d'ex-grains d'austénite. Elle pourrait alors être amplifiée au cours de l'étape de laminage en phase austénitique métastable, à 500°C ou 600°C (ne serait-ce par le maintien en température qui n'a pas été fait sur les non laminés). En effet, le pourcentage de recouvrement des surfaces intergranulaires du soufre et du phosphore (dans l'hypothèse où tout le soufre et le phosphore ont ségrégué aux joints) est proportionnel à :

$$\frac{S_{\text{joints de grains}}}{V_{\text{grains}}} = \frac{1}{D_{\gamma}} \quad (3.4.2)$$

avec :

- $S_{\text{joints de grains}}$, la surface du joint d'ex-grain d'austénite,
- V_{grains} , le volume d'un ex-grains d'austénite.

Ainsi, la température d'austénitisation a pour effet d'augmenter le diamètre des ex-grains d'austénite et ainsi de diminuer leur nombre de joints, concentrant par un facteur jusqu'à 6, le soufre et le phosphore aux joints d'ex-grains d'austénite entre un état austénitisé à 1050°C et un état austénitisé à 1200°C. Cependant, pour certains cas, figure 3.30-a, la rupture a bien lieu aux joints d'ex-grains d'austénite mais présente des cupules (de 200 à 500 nm) avec des précipités intergranulaires $M_{23}C_6$ au fond de celles-ci. Ceci montre que, ponctuellement, le joint présente une certaine ductilité et que l'hypothèse de fragilisation par ségrégation d'impuretés est, dans ce cas particulier, mise en défaut.

Dans d'autres cas, figure 3.30-b, la fissure s'est propagée aux joints des interfaces matrice/précipités, ce qui peut suggérer que les impuretés ont ségréguées entre les $M_{23}C_6$ et la matrice. Leur alignement pourrait faciliter la rupture intergranulaire.

Pour le seul état présentant des zones recristallisées et dont la courbe de résilience a été effectuée, l'état A1200-L600,50%-R780, il n'a pas été possible d'identifier l'effet de ces zones sur les mécanismes de rupture car la ferrite recristallisée n'a pu être discernée sur les faciès de rupture.

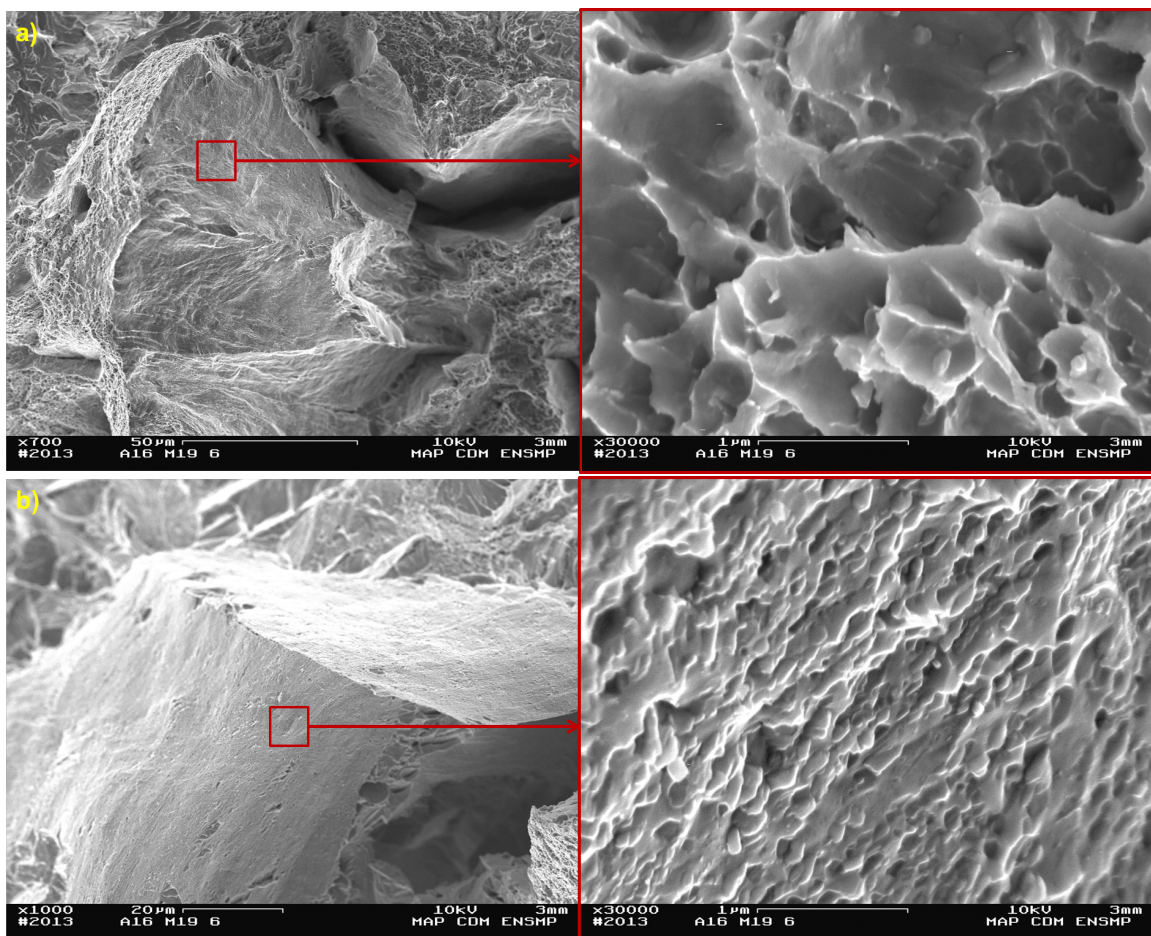


Figure 3.30 – Observations de deux facettes a) et b) de rupture intergranulaire de l'éprouvette de résilience de l'état A1200-R700, rompue à 0,70J et à -65°C.

3.4.5 Bilan sur la résilience

L'étude de l'influence des différentes étapes du traitement thermomécanique conduit aux principaux résultats suivants :

- **la température d'austénitisation** et notamment l'augmentation du diamètre moyen des ex-grains d'austénite décale la température de transition ductile/fragile (TTDF) vers les températures élevées et semble diminuer légèrement l'énergie du palier ductile.
- **le pourcentage de réduction en épaisseur dans la phase austénitique métastable** a des effets contradictoires : laminé de 25% augmente la TTDF par rapport au même état non laminé tandis que la tendance inverse est observée pour les états laminés de 50% de réduction en épaisseur. Le sens de prélèvement des éprouvettes de résilience a un effet modéré mais significatif. En effet, un décalage de la TTDF de +20°C est observé pour les éprouvettes prélevées dans le sens TL par rapport à celles prélevées dans le sens LT. De plus, pour l'état austénitisé à 1200°C, laminé de 50% et revenu à 700°C, l'énergie du palier ductile, avec des éprouvettes prélevées dans le sens TL est très inférieure à celle des éprouvettes prélevées dans le sens LT qui pourrait être lié à un effet "mémoire" vis-à-vis de l'anisotropie des ex-grains d'austénite.
- pour tous les états métallurgiques, **l'augmentation de la température de revenu** diminue la TTDF et augmente légèrement l'énergie du palier ductile (conformément à la baisse de la limite d'élasticité).

Pour tous les états métallurgiques étudiés revenus à 700°C, il n'est pas observé de TTDF en dessous de -30°C. Si ces états sont soumis à des vieillissements thermiques, la TTDF pourrait augmenter et ceci peut poser des problèmes pour les applications visées.

D'autre part, l'étude des faciès de rupture des éprouvettes dans le bas de la transition de la courbe de résilience a montré que les états austénitisés à 1050°C ne présentent pas ou peu de rupture intergranulaire. En revanche, les états austénitisés à 1150°C ou 1200°C présentent entre 5 et 10% de rupture intergranulaire au niveau de la zone d'amorçage. La température de revenu n'a pas d'effet sur ce phénomène qui pourrait être en partie dû à une ségrégation des impuretés au joints de grains (du fait de l'augmentation de la taille des ex-grains d'austénite).

3.5 Lien entre la traction à 20°C et la résilience

3.5.1 Relations linéaires

Plusieurs relations linéaires ont pu être établies, notamment entre :

- la résistance mécanique (R_m) ou la limite d'élasticité ($R_{p0,2\%}$) à 20°C et l'énergie du palier ductile ($E_{ductile}$), figure 3.31 et figure 3.32.
- l'allongement total en traction à 20°C, (et donc la striction, cf. figure 3.34, comme Brachet et al. l'ont déjà observé [Brachet et al., 1995]) et l'énergie du palier ductile ($E_{ductile}$), figure 3.33. Contrairement à ce qui est attendu, la relation entre l'allongement total et l'énergie du palier ductile comporte un coefficient de corrélation plus élevé que celle entre la striction et l'énergie du palier ductile.

L'état A1050-R780 semble s'écarter de cette tendance. Ceci peut être lié au fait que les éprouvettes de résilience ont été prélevées dans le sens TL alors que pour les autres états métallurgiques, elles ont été prélevées dans le sens LT.

Ainsi à partir d'un essai de traction à 20°C, il est possible d'approximer l'énergie du palier ductile en résilience. En revanche, il n'est pas possible de déduire la température de transition ductile/fragile (TTDF) puisqu'il n'a pu être établi de relation linéaire entre la limite d'élasticité, la résistance mécanique ou l'allongement total en fonction de la TTDF.

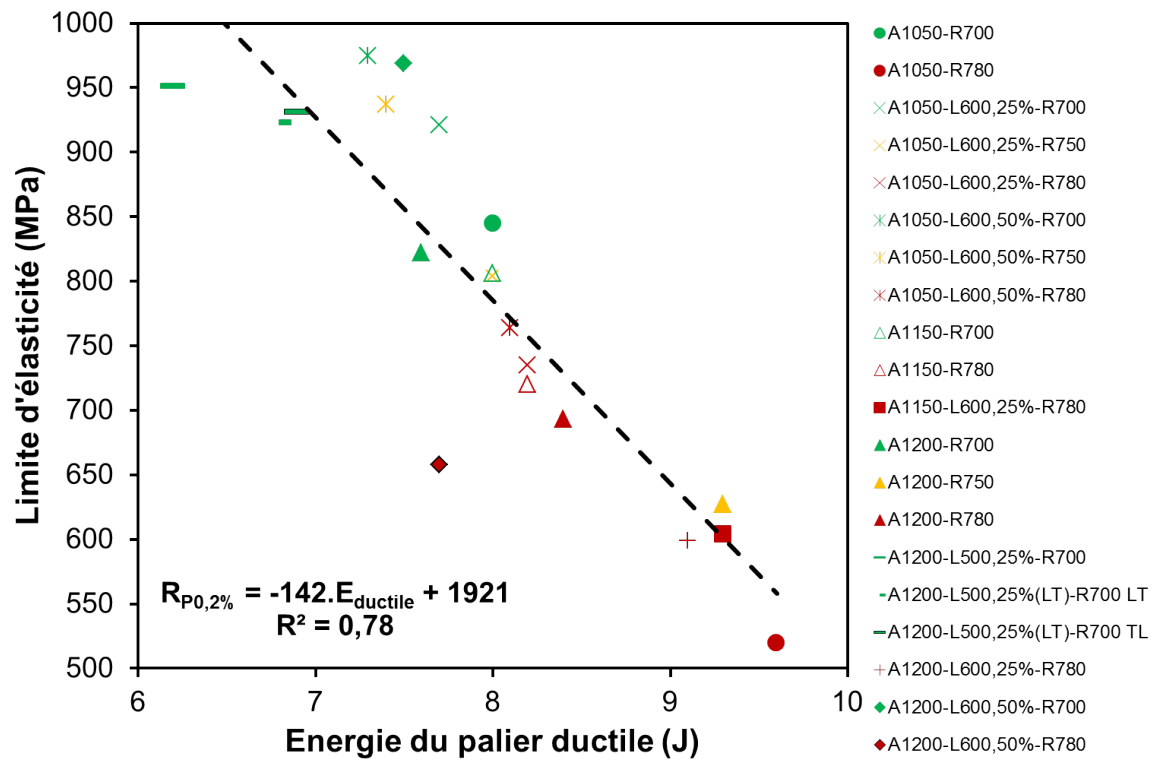


Figure 3.31 – Relation linéaire entre la limite d'élasticité à 20°C et l'énergie du palier ductile.

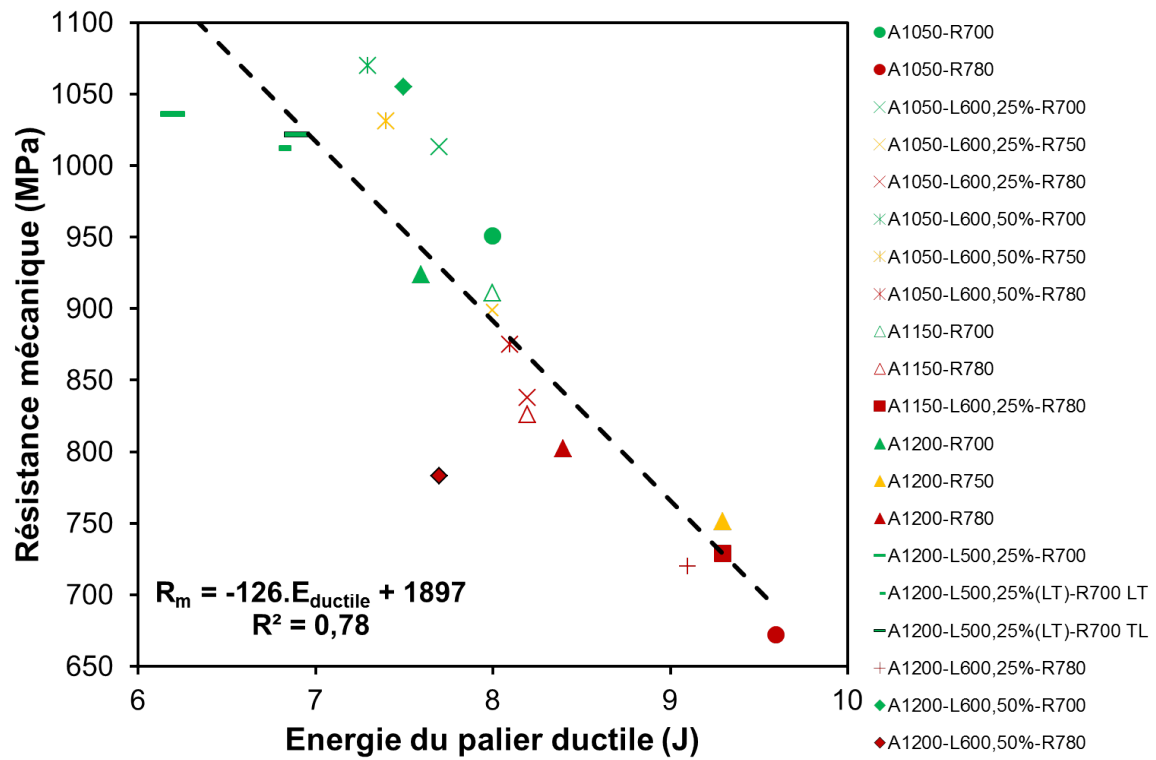


Figure 3.32 – Relation linéaire entre la résistance mécanique à 20°C et l'énergie du palier ductile.

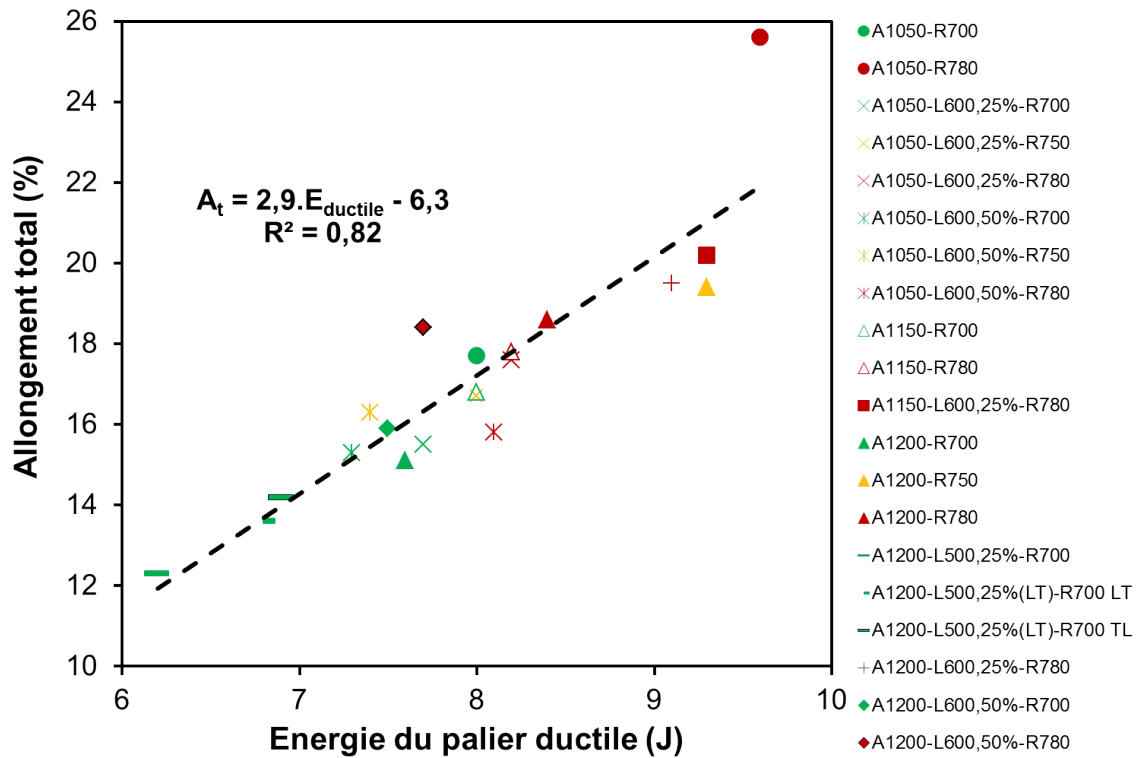


Figure 3.33 – Relation linéaire entre l'allongement total à 20°C et l'énergie du palier ductile.

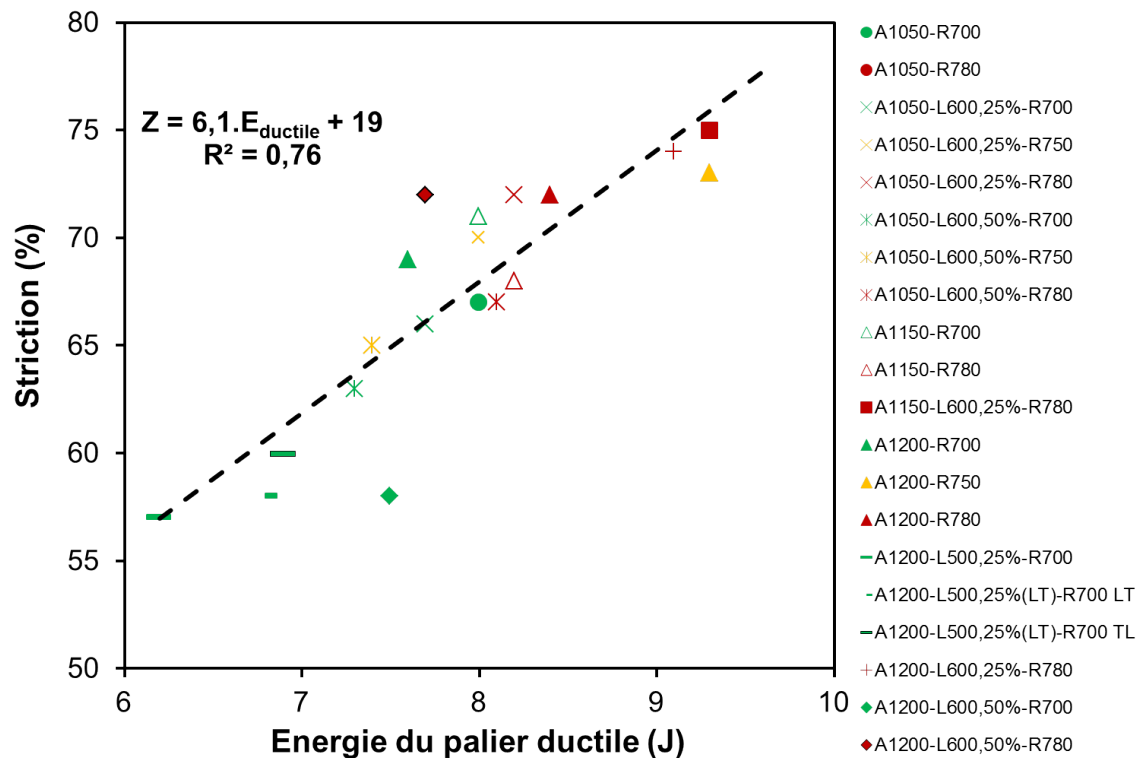


Figure 3.34 – Relation linéaire entre la striction des éprouvettes de traction à 20°C et l'énergie du palier ductile.

3.5.2 Compromis entre résistance et ductilité/ténacité

Pour tous les états métallurgiques étudiés en résilience, l'énergie du palier ductile peut être représentée en fonction de la température de transition ductile/fragile (TTDF), figure 3.37 et pour tous les états métallurgiques, la résistance mécanique¹³ peut être représentée en fonction de l'allongement total à 20°C, figure 3.35 de la striction, figure 3.36 ou de la température de transition ductile/fragile, figure 3.38¹⁴. Comme la TTDF ne peut être supérieure à 0°C, pour les différentes applications potentielles de l'acier de Grade 91, les états revenus à 700°C et l'état A1150-R780 ne peuvent être sélectionnés (cf. figure 3.37). Les états revenus à 780°C (à l'exception des états austénitisés à 1050°C, laminés de 25% ou 50% de réduction en épaisseur) présentent une TTDF, un allongement à rupture et une striction satisfaisants mais une faible résistance mécanique comparés aux autres états métallurgiques (cf. figure 3.35). Finalement, les états austénitisés à 1050°C, laminés de 25% ou 50% de réduction en épaisseur et revenus à 750°C ou 780°C sont un bon compromis entre une résistance mécanique élevée et une TTDF faible (cf. figure 3.38). En effet leur température de transition ductile/fragile est comprise entre -55°C et -101°C, ils possèdent une résistance mécanique au minimum comprise entre 783 MPa et 1031 MPa à la température ambiante, soit 1,2 à 1,5 fois la résistance mécanique de l'acier de référence (A1050-R780) et une striction convenable entre 65 et 72%. Cependant, leur allongement total est compris entre 15,8 et 17,6% et ceci peut poser des problèmes selon les spécifications demandées (notamment 18% comme matériau pour les centrales thermiques et conventionnelles ou 20% pour le réacteur à neutrons rapides refroidis au sodium des indiens (PFBR), (cf. tableau 1 dans l'introduction).

13. Les tendances sont les mêmes pour la limite d'élasticité.

14. Pour tous ces graphiques, les cercles en traits pleins regroupent les états métallurgiques non laminés ayant la même température de revenu (vert pour un revenu à 700°C, orange pour un revenu à 750°C et rouge pour un revenu à 780°C) et les autres cercles regroupent les états métallurgiques des états laminés ayant une même température de revenu (même code couleur pour les températures de revenu que précédemment).

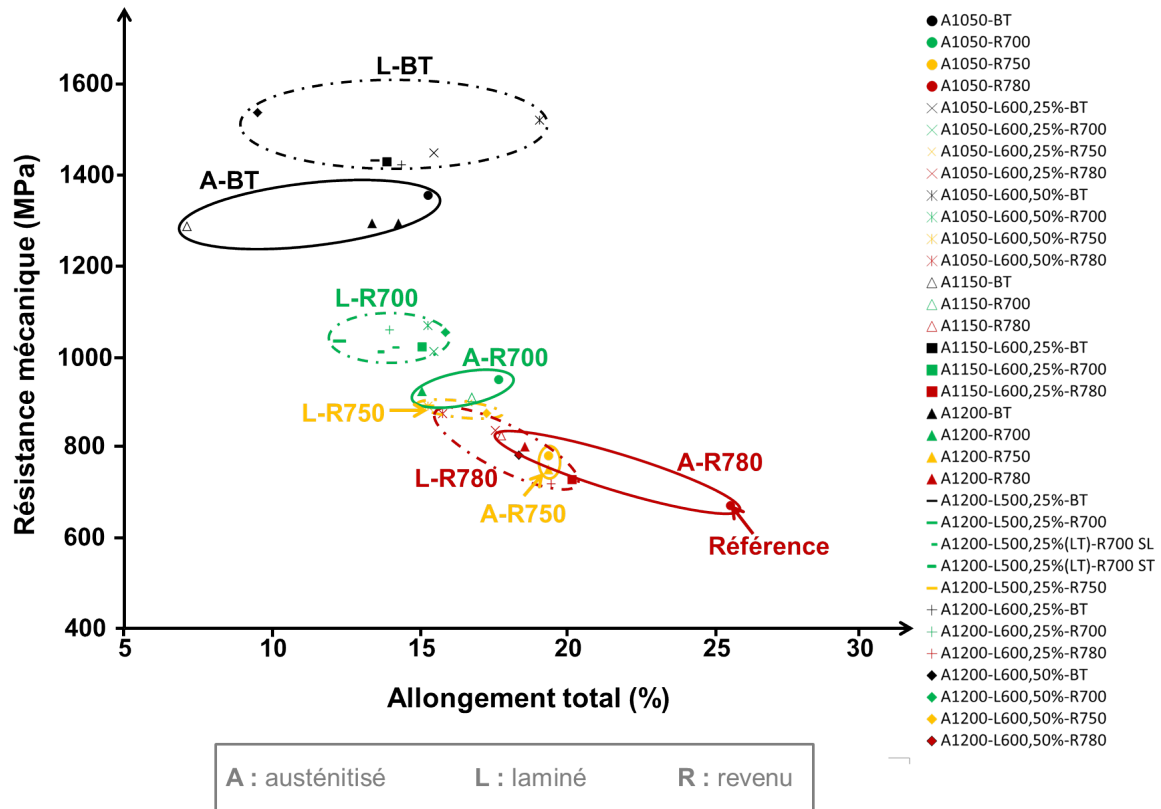


Figure 3.35 – Résistance mécanique en fonction de l'allongement total.

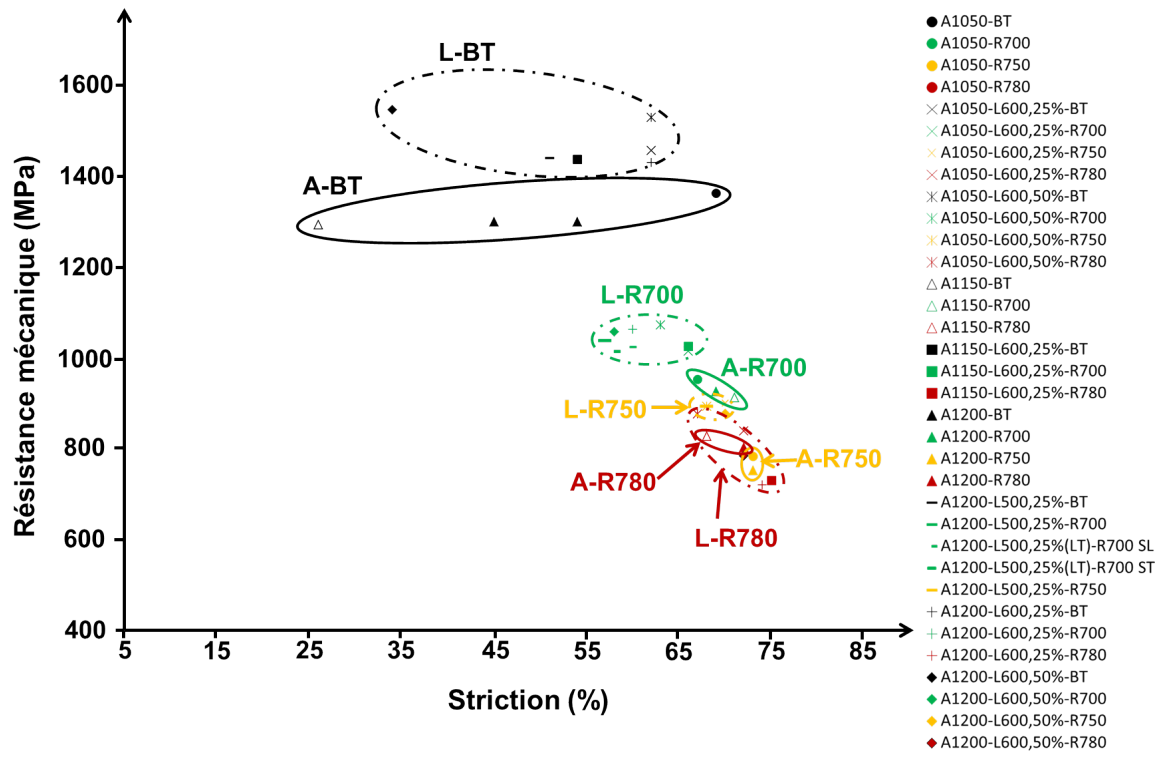


Figure 3.36 – Résistance mécanique en fonction de la striction.

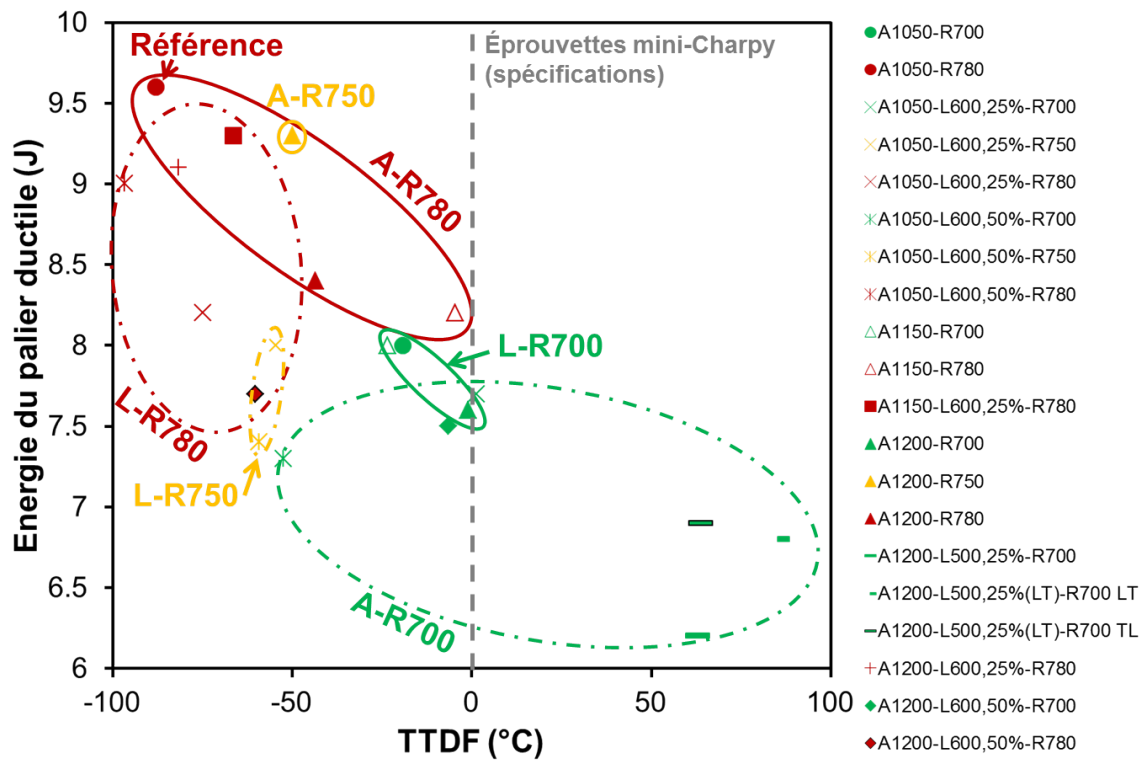


Figure 3.37 – Énergie du palier ductile en fonction de la température de transition ductile/fragile (TTDF).

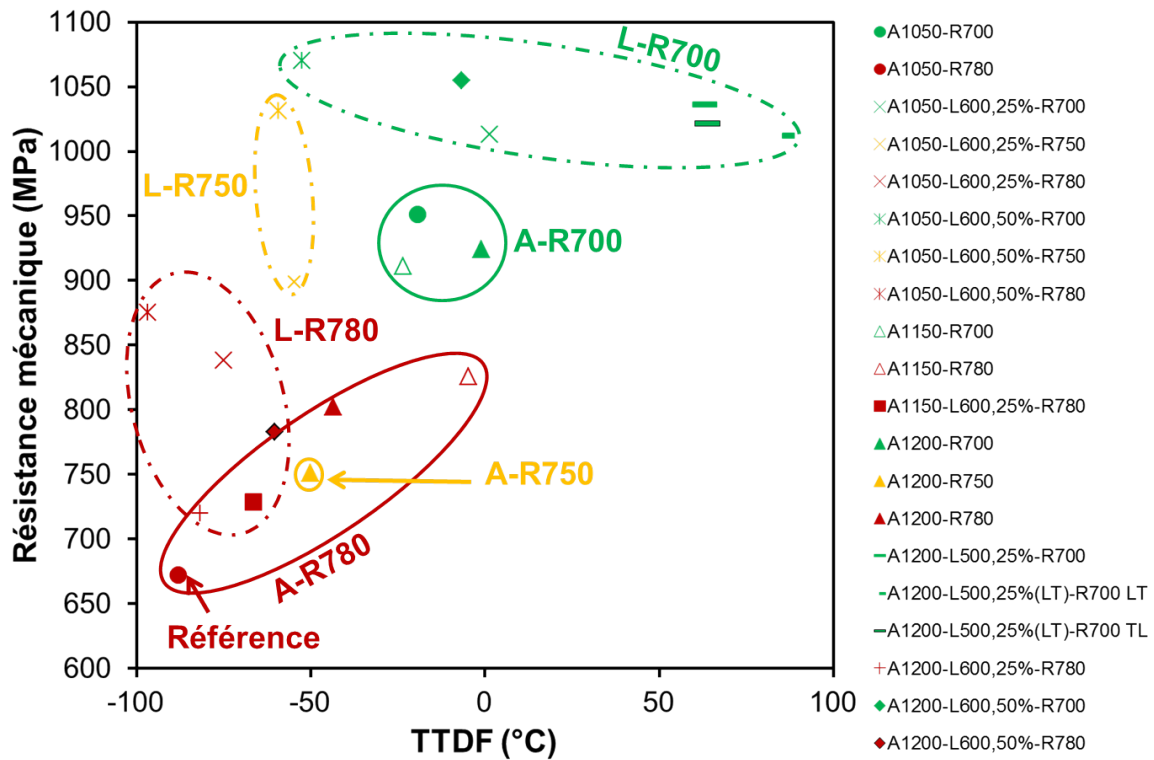


Figure 3.38 – Résistance mécanique en fonction de la température de transition ductile/fragile (TTDF).

3.6 Conclusion

Les propriétés mécaniques à basse température : dureté, traction à 20°C et résilience ont été étudiées. Il a été possible d'établir différentes relations :

- entre la dureté et la limite d'élasticité ainsi que la résistance mécanique.
- entre l'allongement total et la striction des éprouvettes de traction à 20°C.
- entre la dureté (et donc la limite d'élasticité et la résistance mécanique) et la microstructure.

A partir des nombreux (>30) états métallurgiques étudiés, un modèle de durcissement structural a été identifié :

$$\tau = 136 + \frac{0,23}{\sqrt{D}} + 764.[C+N] + 3,9.10^{-6}.\sqrt{\rho} + 1,1.10^{-5}.\frac{\sqrt{f_v}}{R}$$

avec :

- D, la taille des ex-grains d'austénite (en m),
- ρ , la densité de dislocations (en m^{-2}),
- f_v et R (en m), la fraction volumique et le rayon des précipités intragranulaires de "classe III", observés au MET sur répliques extractives.

Ce modèle a permis de mettre en évidence que, pour les états bruts de trempe, le paramètre microstructural dominant le durcissement structural de l'acier de Grade 91 est la densité des dislocations ("héritées" du laminage en phase austénitique métastable et de la transformation martensitique proprement dite) et pour les états revenus, le paramètre microstructural dominant est les éléments en solution solide (hors carbone et azote). Par comparaison aux données de la littérature, il semblerait que ce modèle évalue convenablement les différents mécanismes de durcissement structural.

Ainsi, il en résulte que :

- **L'étape d'austénitisation**, et notamment l'augmentation de la température d'austénitisation de 1050°C à 1200°C, va diminuer la dureté, la limite d'élasticité, la résistance mécanique, l'allongement total, la striction des éprouvettes de traction et légèrement l'énergie du palier ductile mais va augmenter la température de transition ductile/fragile (TTDF). Les états austénitisés à 1150°C et 1200°C sont plus sensibles à la rupture par clivage en traction à 20°C et à la rupture intergranulaire en résilience principalement du fait de la taille plus élevée des ex-grains d'austénite.
- **L'étape de laminage en phase austénitique métastable** entraîne une augmentation de la dureté, de la limite d'élasticité, de la résistance mécanique sans toutefois diminuer la ductilité. Concernant la TTDF, elle est augmentée pour un état laminé de 25% de réduction en épaisseur mais elle est diminuée pour un état laminé de 50% de réduction en épaisseur par rapport à un état non laminé.
L'étape de laminage n'a pas d'effet significatif sur la rupture intergranulaire observée en résilience.
- **L'étape de revenu**, et notamment l'augmentation de la température de revenu de 700°C à 780°C diminue la dureté, la limite d'élasticité, la résistance mécanique mais (globalement) augmente l'allongement total et la striction. Cet adoucissement est moins important pour les états austénitisés à 1150°C et 1200°C qu'à 1050°C, conformément à la restauration plus lente des dislocations. De plus, l'augmentation de la température de revenu diminue considérablement la TTDF et augmente légèrement l'énergie du palier ductile, conformément à la baisse de la limite d'élasticité associée.

Influence du traitement thermomécanique sur les propriétés mécaniques
à haute température de l'acier de Grade 91

Pour la plupart des applications visées, l'acier de Grade 91 est destiné à être sollicité jusqu'à haute température : 550°C - 650°C. Il est donc important d'étudier l'influence de chaque étape du traitement thermomécanique de type "austéniformage" sur les propriétés mécaniques dans ce domaine de températures. Ainsi, nous nous sommes intéressés aux propriétés de traction à 550°C et 650°C, de fluage à 650°C, de fatigue à 550°C et de fatigue-fluage à 550°C. Ces caractéristiques mécaniques ont été choisies car elles regroupent les principales sollicitations mécaniques auxquelles l'acier de Grade 91 peut être soumis, pour les applications visées. La température d'essai de 550°C a été retenue car elle était la température de fonctionnement initialement visée pour l'acier de Grade 91 en tant que matériau de générateur de vapeur des réacteurs à neutrons rapides refroidis au sodium. Pour le fluage, afin d'obtenir des résultats dans le délai imparti à un travail de thèse, la température d'essai a été augmentée à 650°C. Pour les essais mécaniques relativement simples à mettre en oeuvre (traction et fluage), tous les états métallurgiques ont été testés. En revanche, pour les essais plus complexes tels que la fatigue et la fatigue-fluage, seulement quelques cas ont été étudiés. Chaque propriété mécanique est étudiée séparément. D'autre part, afin d'étudier la stabilité des microstructures "optimisées", après vieillissement thermique avec ou sans sous chargement mécanique, la microstructure (lattes et précipités) est caractérisée après sollicitation de fluage et son évolution est donc également discutée dans ce chapitre.

Sommaire

4.1	Traction à 550°C et 650°C	155
4.1.1	Relation linéaire entre la limite d'élasticité/la résistance mécanique à 550°C/650°C et à 20°C	156
4.1.2	Application du modèle de durcissement structural	157
4.1.3	Allongement total	160
4.1.4	Bilan sur les propriétés en traction à 550°C ou 650°C	165
4.2	Fluage à 650°C	166
4.2.1	Influence d'un "simple" traitement thermique : austénitisation et revenu	167
4.2.2	Influence de l'étape de laminage en phase austénitique métastable	170
4.2.3	Influence de la direction de prélèvement des éprouvettes	171
4.2.4	Endommagement intergranulaire	172
4.2.5	Comparaison avec les données de la littérature	178
4.2.6	Sensibilité de la ductilité en fonction de la vitesse minimale de fluage	182
4.2.7	Évolution de la microstructure après sollicitation de fluage	183
4.2.8	Bilan sur les propriétés de fluage à 650°C (temps courts)	186
4.3	Fatigue oligocyclique à 550°C	187
4.3.1	Comparaison des cycles 2 et N ₅₀	188
4.3.2	Comparaison des différentes contraintes en fonction du nombre de cycles et de la déformation plastique cumulée	188

4.3.3	Analyses des boucles de fatigue - Lien entre la nature de l'écroutissage et la microstructure	190
4.3.4	Bilan sur les propriétés en fatigue à 550°C	192
4.4	Fatigue-fluage à 550°C	193
4.4.1	Influence de la déformation en fluage, ϵ_{fluage}	194
4.4.2	Comparaison des cycles 2 et N ₅₀ à même déformation en fluage ($\epsilon_{fluage} = 0,25\%$)	196
4.4.3	Comparaison de la contrainte en traction en fonction du nombre de cycles et de la déformation plastique cumulée à même déformation en fluage	197
4.4.4	Comparaison des vitesses minimales de fluage du premier cycle de fatigue-fluage et d'un essai de fluage conventionnel à celle du cycle stabilisé de fatigue-fluage	199
4.4.5	Analyses des boucles de fatigue-fluage - Lien entre la nature de l'écroutissage et la microstructure	199
4.4.6	Endommagement	202
4.4.7	Bilan sur les propriétés en fatigue-fluage à 550°C	203
4.4.8	Conclusion	204

4.1 Traction à 550°C et 650°C

Des essais de traction ont été réalisés à 550°C et à 650°C sur tous les états revenus, avec une vitesse de déformation de $7.10^{-4}.s^{-1}$, afin, entre autres, de pouvoir comparer avec les essais de traction réalisés par Hollner et al. [Hollner et al., 2010]. Les éprouvettes, dont les géométries sont présentées en Annexe C.2. ont été prélevées dans le sens de laminage. Les états bruts de trempe n'ont pas été étudiés car leur microstructure n'est pas stable et risque fortement d'évoluer au cours de l'essai en température (restauration et précipitation dès 500°C, cf. chapitre 2, paragraphe 2.1.5). Un seul essai de traction a été effectué par état métallurgique et par température d'essai. Par conséquent, la dispersion sur les grandeurs mesurées n'a pas été quantifiée.

D'autre part, le coefficient de striction à rupture (Z) ne sera pas fourni systématiquement car il évolue peu d'un état métallurgique à l'autre. Il est égal à $88 \pm 2\%$ à 550°C et $90 \pm 10\%$ à 650°C. Toutes les éprouvettes rompent de manière ductile.

Quelques courbes de traction à 550°C sont représentées sur la figure 4.1 et comparées à celles obtenues à 20°C. L'ensemble des courbes de traction sont données dans l'Annexe C.2. Quelques états métallurgiques tels que A1150-L600,25%-R650, A1150-L600,25%-R700, A1200-R700, A1200-L600,50%-R700 et A1200-L600,50%-R750 déconsolident plus fortement à 550°C que les états austénitisés à 1050°C (cf. Annexe C.2). Lorsque la température d'essai est augmentée à 650°C, un plus grand nombre d'états métallurgiques déconsolident plus fortement. Il s'agit, en général, des états revenus à 650°C ou à 700°C, tels que A1050-R700, A1050-L600,25%-R700, A1050-L600,50%-R700, A1150-L600,25%-R650, A1150-L600,25%-R700, A1200-R700, A1200-L500,25%-R700 et de deux états revenus à 750°C : A1050-L600,50%-R750, A1200-L500,25%-R750. D'autre part, pour tous les états métallurgiques, la localisation de la déformation est précoce : entre 0,5% à 2% pour les essais à 550°C et entre 0,8% et 3,5% pour les essais à 650°C. Aucun des paramètres du traitement thermomécanique étudié n'a d'influence significative sur le seuil de déformation d'initiation de la striction "diffuse". Par conséquent, l'allongement sous charge maximale (A_g , cf. Annexe C.2 pour sa définition) ne sera pas étudié de manière systématique, car inférieur à 2 ou 3% dans tous les cas.

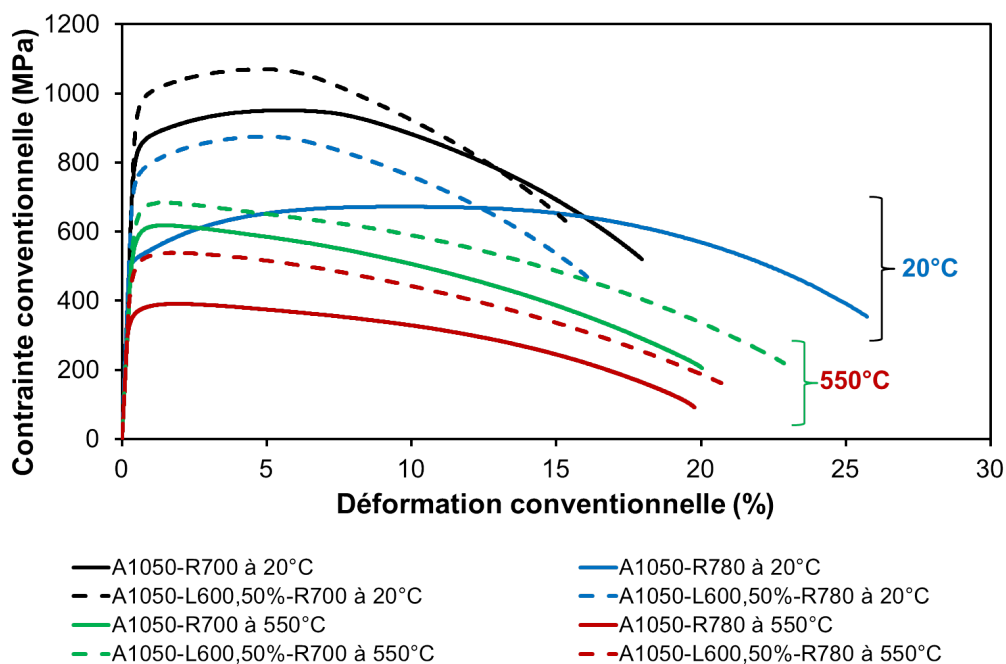


Figure 4.1 – Courbes de traction à 20°C et 550°C de quelques états métallurgiques (austénitisés à 1050°C).

Quoiqu'il en soit, la limite d'élasticité ou la résistance mécanique diminuent avec l'augmentation de la température d'essai mais il n'est pas observé de relation linéaire entre ces deux grandeurs en fonction de la température d'essai entre 20°C et 650°C comme l'illustre la figure 4.2 pour les états austénitisés à 1050°C et revenus à 700°C, 750°C et 780°C. Il en est de même pour tous les autres états métallurgiques revenus.

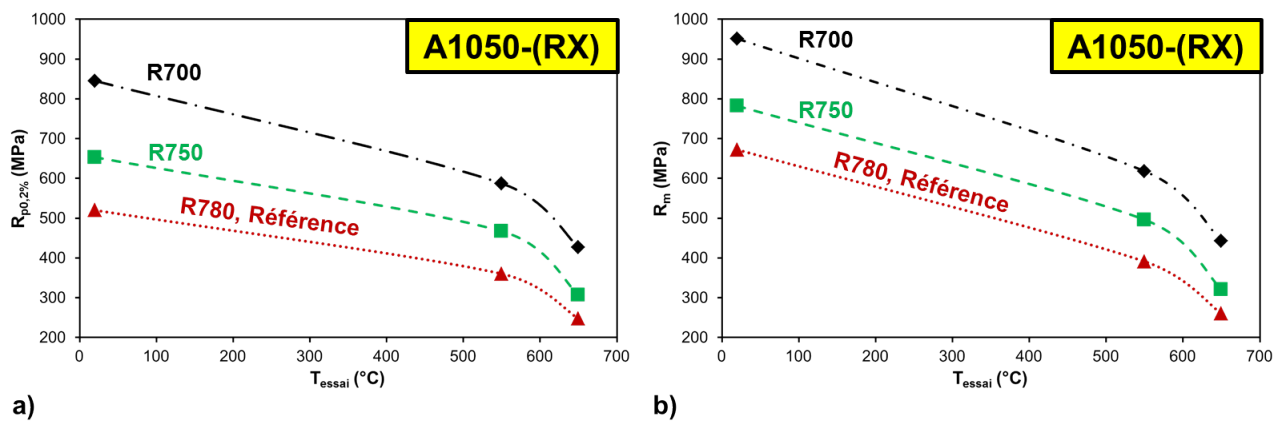


Figure 4.2 – a) Limite d'élasticité et b) Résistance mécanique en traction en fonction de la température pour les états austénitisés à 1050°C et revenus à 700°C, 750°C et 780°C. Les points ont été reliés entre eux à titre indicatif.

4.1.1 Relation linéaire entre la limite d'élasticité/la résistance mécanique à 550°C/650°C et à 20°C

En première approximation, la limite d'élasticité conventionnelle ($R_{p0,2\%}$, cf. Annexe C.2) à 550°C ou 650°C peut être corrélée de celle mesurée à 20°C par une relation linéaire, figure 4.3. Bien que certains états métallurgiques s'écartent de cette tendance, peut-être en raison des incertitudes de mesures, comme les états A1150-L600,25%-R700 et A1200-L500,25%-R750 à 550°C et A1050-L600,50%-R780 à 650°C, il est possible d'établir une relation de proportionnalité entre ces grandeurs, pour tous les états métallurgiques revenus, équations 4.1.1 et 4.1.2.

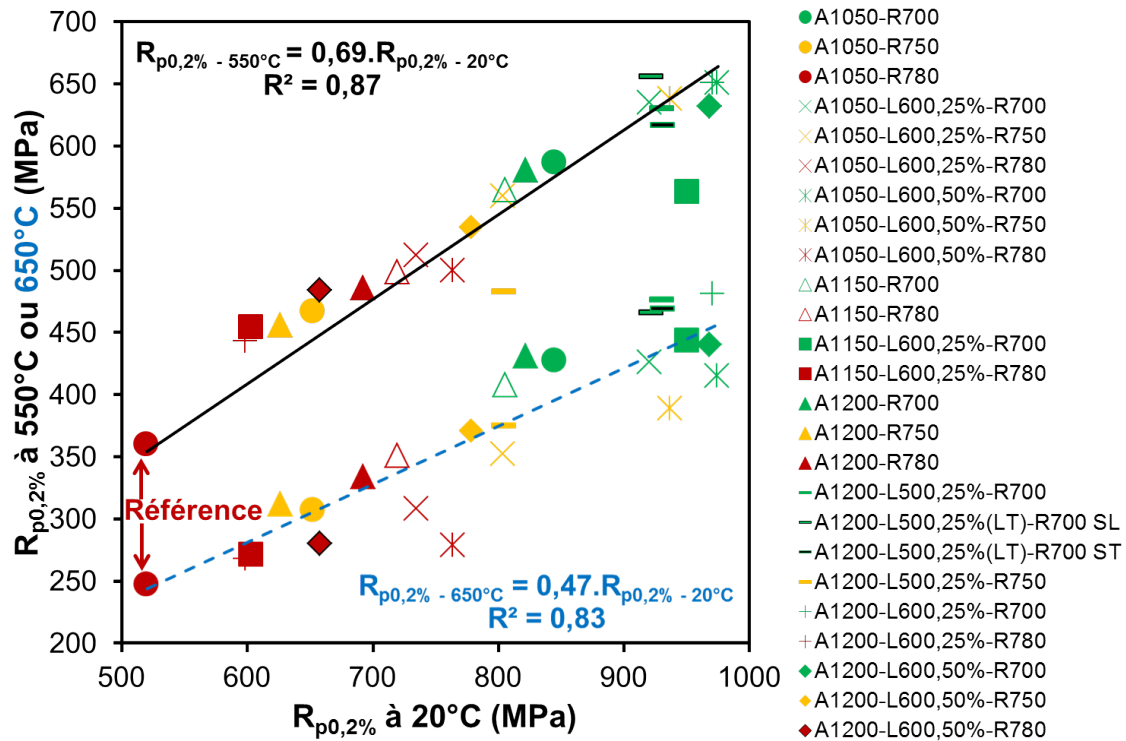


Figure 4.3 – Limite d'élasticité en traction à 550°C et à 650°C en fonction de la limite d'élasticité à 20°C, pour chaque état métallurgique revenu.
Les points en vert représentent les états revenus à 700°C, les points en orange, les états revenus à 750°C et les points en rouge, les états revenus à 780°C. Les symboles distinguent, quant à eux, la température d'austénitisation et le taux de laminage.

$$R_{p_{0,2\%-550^{\circ}C}} = 0,69.R_{p_{0,2\%-20^{\circ}C}} \quad \text{et} \quad R^2 = 0,87 \quad (4.1.1)$$

$$R_{p_{0,2\%-650^{\circ}C}} = 0,47.R_{p_{0,2\%-20^{\circ}C}} \quad \text{et} \quad R^2 = 0,83 \quad (4.1.2)$$

Il en est de même de la résistance mécanique, figure 4.4 et équations 4.1.3 et 4.1.4.

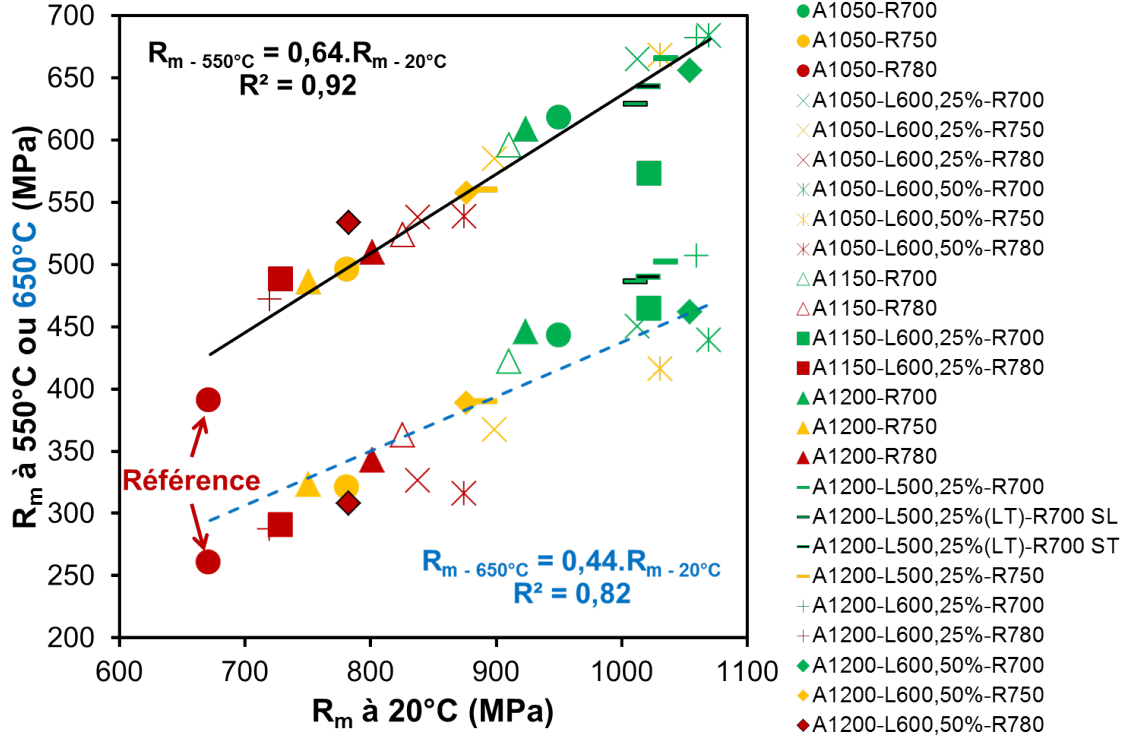


Figure 4.4 – Résistance mécanique en traction mesurée à 550°C et à 650°C en fonction de la résistance mécanique mesurée à 20°C, pour chaque état métallurgique revenu.

$$R_{m-550^{\circ}C} = 0,64.R_{m-20^{\circ}C} \quad \text{et} \quad R^2 = 0,92 \quad (4.1.3)$$

$$R_{m-650^{\circ}C} = 0,44.R_{m-20^{\circ}C} \quad \text{et} \quad R^2 = 0,82 \quad (4.1.4)$$

Ce résultat est intéressant puisque il permet d'évaluer l'ordre de grandeur de la limite d'élasticité ou de la résistance mécanique à 550°C ou 650°C en effectuant seulement un essai de traction à 20°C.

Cependant, il peut être noté que la résistance mécanique ou la limite d'élasticité à 550°C sont déduites avec plus de précision que celles à 650°C à partir de cette extrapolation.

Tous les états traités thermiquement ou thermomécaniquement présentent une limite d'élasticité et une résistance mécanique supérieure de 80 à 275 MPa à 550°C et de 20 à 180 MPa à 650°C par rapport à l'état de référence (A1050-R780). Et, comme pour la limite d'élasticité et la résistance mécanique à 20°C, celles à 550°C et 650°C sont :

- augmentées par l'application d'une étape de laminage en phase austénitique métastable.
- diminuées par l'augmentation de la température de revenu.

Concernant la température d'austénitisation, il n'est pas observé d'effet pour les états revenus à 700°C et à 750°C. En revanche, pour les états revenus à 780°C, la limite d'élasticité et la résistance mécanique à 550°C et à 650°C sont plus élevées pour les états austénitisés à 1150°C et 1200°C que pour l'état austénitisé à 1050°C.

4.1.2 Application du modèle de durcissement structural

Dans la mesure où il a été possible de déterminer approximativement la limite d'élasticité ou la résistance mécanique à 20°C à partir des paramètres microstructuraux (cf. chapitre 3, paragraphe 3.3.2), ce même type d'exercice peut être entrepris pour obtenir la limite d'élasticité ou la résistance mécanique par extrapolation à 550°C ou 650°C.

4 : Influence du traitement thermomécanique sur les propriétés mécaniques à haute température de l'acier de Grade 91

Le même modèle de durcissement structural, décrit dans le chapitre 3, paragraphe 3.3.2, a été testé. Ce modèle est utilisé ici pour exprimer la limite d'élasticité, équation 4.1.5. Comme, il peut être considéré que dans les états revenus, tout le carbone et l'azote se trouvent à l'état précipité, le terme $R_{p\ C+N}$ est nul.

$$R_{p_{0,2\%}} = R_{pi} + \frac{k_{Hall-Petch}}{\sqrt{D}} + k_{dislocations} \cdot \sqrt{\rho} + k_{contournement} \cdot \frac{\sqrt{f_v}}{r} \quad (4.1.5)$$

où :

- $R_{pi} = R_{p0}$ (force de Peierls) + $R_{p\ solution\ solide}$,
 $\Leftrightarrow R_{pi} = 10^{-4} \cdot M \cdot \mu_m + \mu_m \cdot M \cdot b \cdot \varepsilon^{3/2} \cdot \sqrt{c}$,
- $k_{Hall-Petch}$ proportionnel à $\mu_m \cdot M \cdot b$,
- D , le diamètre des ex-grains d'austénite (m),
- $k_{dislocations} = \alpha \cdot \mu_m \cdot M \cdot b$,
- ρ , la densité de dislocations (m^{-2}),
- $k_{contournement} = 0,7 \cdot \mu_m \cdot M \cdot b$,
- f_v , la fraction volumique des précipités intragranulaires observés au MET sur répliques extractives au carbone,
- r , le rayon moyen des précipités intragranulaires observés au MET.

avec :

- M est le facteur de Taylor, considéré indépendant de la température et égal à 2,9,
- μ_m , le module de cisaillement du matériau. Pour l'acier de Grade 91, le module d'Young et le module de cisaillement à 20°C, 550°C et 650°C sont notés dans le tableau 4.1.

Module	25°C	550°C	650°C
d'Young (E en GPa)	216	171	157
de cisaillement (μ_m en GPa)	83	66	60

Tableau 4.1 – Module d'Young et de cisaillement à 20°C, 550°C et 650°C de l'acier de Grade 91 d'après les données CEA [Loupas, 2013].

- b , la norme du vecteur de Burgers, égale à 0,254 nm pour le fer,
- ε , la déformation de la matrice due à l'élément en solution solide,
- c , la concentration d'élément en solution solide considérée,
- α , une constante proche de 1/4 ou 1/3.

Comme les températures d'essais de traction sont inférieures à la température minimale de revenu de 700°C, il est supposé que la microstructure des états revenus est "stable", et par conséquent, n'évolue pas au cours d'un essai de traction à 550 ou 650°C.

Tous les termes de l'équation 4.1.5 ne peuvent pas être identifiés séparément (puisque les propriétés de traction sont uniquement déterminées sur les états revenus), comme dans le chapitre 3, paragraphe 3.3.2, mais ils dépendent de la température d'essai via le module de cisaillement du matériau (pour des températures au moins égales à la température ambiante, cf. paragraphe 3.3.2). Ainsi, le durcissement structural à 550°C ou 650°C peut

être déduit de l'équation établie au chapitre 3 en la multipliant par $\frac{\mu_{m-550^\circ C\ ou\ 650^\circ C}}{\mu_{m-20^\circ C}} = \frac{E_{550^\circ C\ ou\ 650^\circ C}}{E_{20^\circ C}}$, donc par 0,79 pour 550°C et 0,73 pour 650°C. Cependant, si ces facteurs multiplicatifs sont appliqués, la limite d'élasticité est en moyenne surévaluée de 14% à 550°C et de 47% à 650°C et la résistance mécanique de 25% à 550°C et de 63% à 650°C.

En multipliant par les coefficients déterminés dans les équations 4.1.1, 4.1.2 ou 4.1.3, 4.1.4, la limite d'élasticité ou la résistance mécanique déterminée avec le modèle de durcissement structural est en meilleur accord avec la limite d'élasticité ou la résistance mécanique obtenue expérimentalement car le coefficient de la pente est égal à 1, figures 4.5 et 4.6. Pour la plupart des états métallurgiques, l'erreur commise est inférieure à 15%. Cependant, il convient toutefois de noter que la limite d'élasticité et la résistance mécanique :

- à 550°C et 650°C de l'état A1200-R750 sont surévalués de +20% ($R_{p_{0,2\%}}$ à 650°C) à +25% (R_m à 650°C),
- à 650°C de l'état A1200-L600,25%-R700 sont sous-évalués de -16% (R_m) et -18% ($R_{p_{0,2\%}}$).

Aucune explication ne peut être avancée pour expliquer ces écarts.

La bonne corrélation entre la résistance mécanique (résistance à la localisation de la déformation) à 20°C et celles à 550°C ou 650°C n'était pas forcément attendue car pour les essais à 550°C et 650°C, la localisation de la déformation intervient pour des déformations inférieures à respectivement 2% et 3,5% alors que pour un essai à 20°C, elle est comprise entre 3 et 6%. Ainsi, pour cette dernière température d'essai, l'écrouissage a pu

se développer à des niveaux de déformation plus importants, qu'à haute température.

D'autre part, la présence de zones recristallisées dans l'état A1200-L600,50%-R750 ne semble pas affecter la réponse au modèle de durcissement structural à 550°C et à 650°C puisque l'écart maximal constaté entre le calcul et la limite d'élasticité ou la résistance mécanique obtenues expérimentalement est de 3% (R_m à 550°C). Ceci est sûrement dû à la fraction en volume des zones recristallisées.

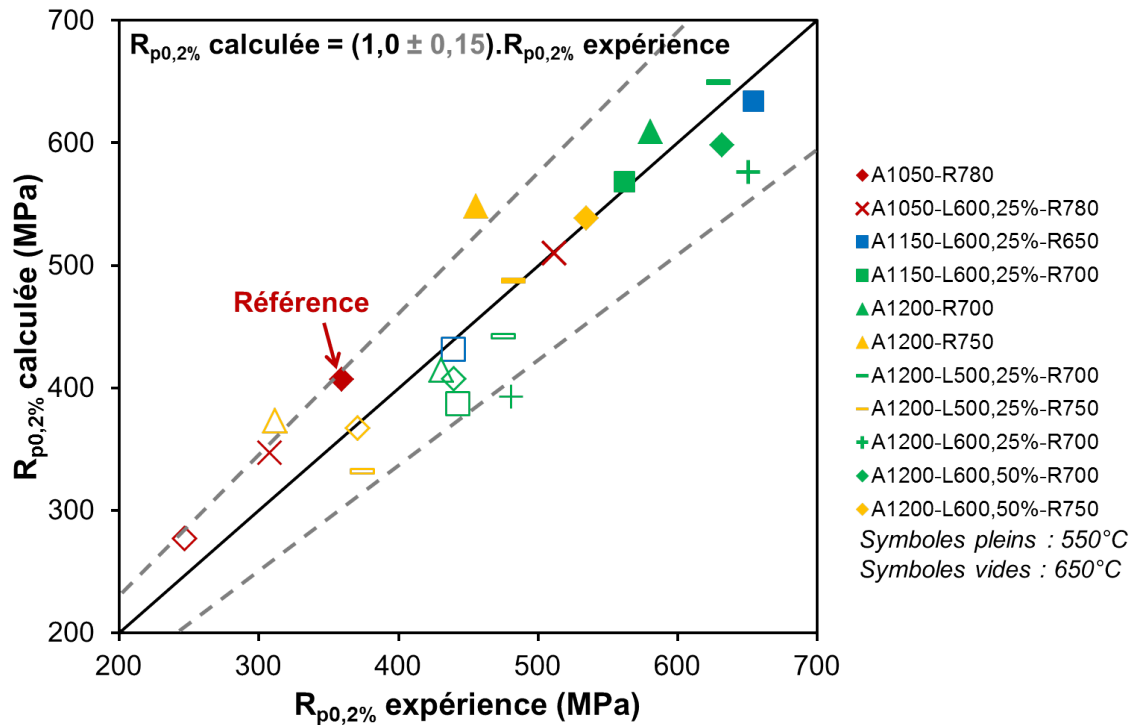


Figure 4.5 – Limite d'élasticité ($R_{p0,2\%}$) calculée à partir du modèle de durcissement structural en fonction de la limite d'élasticité obtenue expérimentalement, à 550°C ou 650°C, pour chaque état revenu. Les symboles en plein représentent la limite d'élasticité ou la résistance mécanique à 550°C et les symboles en vide représentent la limite d'élasticité ou la résistance mécanique à 650°C.

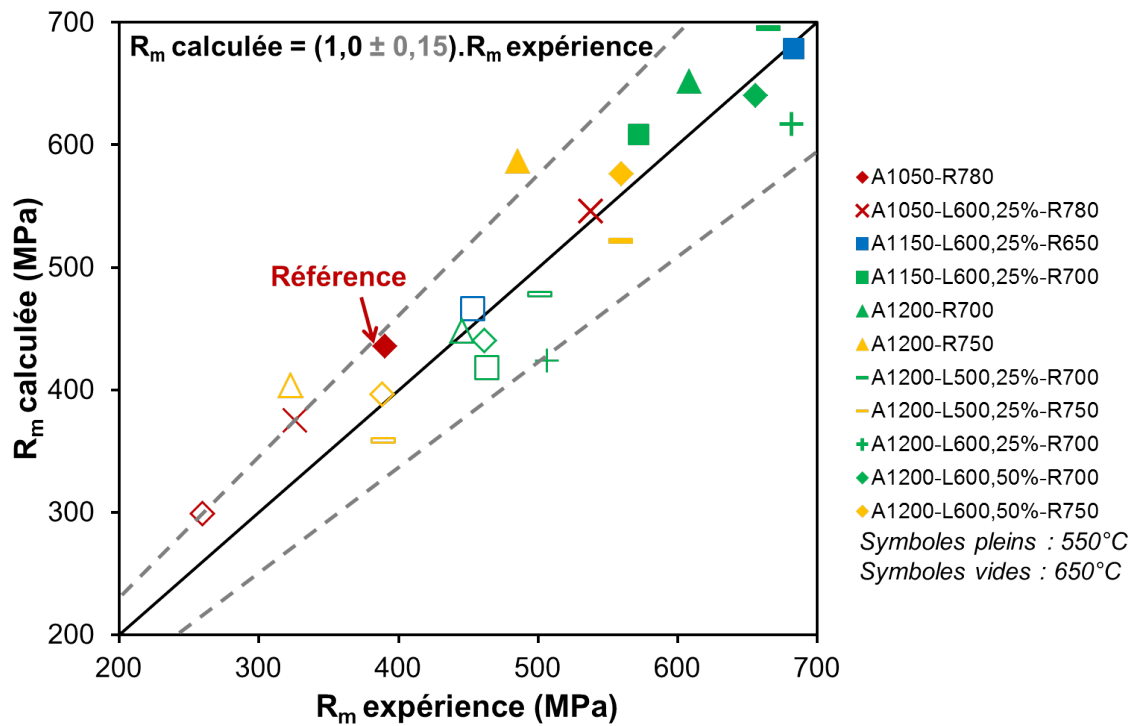


Figure 4.6 – Résistance mécanique (R_m) calculée à partir du modèle de durcissement structural en fonction de la limite d'élasticité obtenue expérimentalement, à 550°C ou 650°C, pour chaque état revenu. Les symboles en plein représentent la limite d'élasticité ou la résistance mécanique à 550°C et les symboles en vide représentent la limite d'élasticité ou la résistance mécanique à 650°C.

4.1.3 Allongement total

L'allongement total des états revenus sollicités en traction à 550°C et à 650°C ne varie pas proportionnellement à celui du même état sollicité en traction à 20°C. Cependant l'influence des différents paramètres du traitement thermomécanique de type "austéniformage" sur l'allongement total est qualitativement similaire à 550°C ou 650°C comparativement à 20°C.

Influence d'un "simple" traitement thermique : austénitisation et revenu

Comme le montre la figure 4.7 :

- **la température d'austénitisation** et notamment l'augmentation de la température de 1050°C à 1200°C a un effet négligeable sur l'allongement total en traction à 550°C ou 650°C,
- **la température de revenu** et notamment l'augmentation de la température de 700°C à 780°C augmente l'allongement total en traction à 550°C et particulièrement à 650°C. Comme cela a été évoqué au chapitre 3, paragraphe 3.2.2, ces observations peuvent être liées à une restauration plus poussée des dislocations et à une fraction volumique plus faible des précipités intragranulaires (durcissants) lorsque la température de revenu est augmentée.

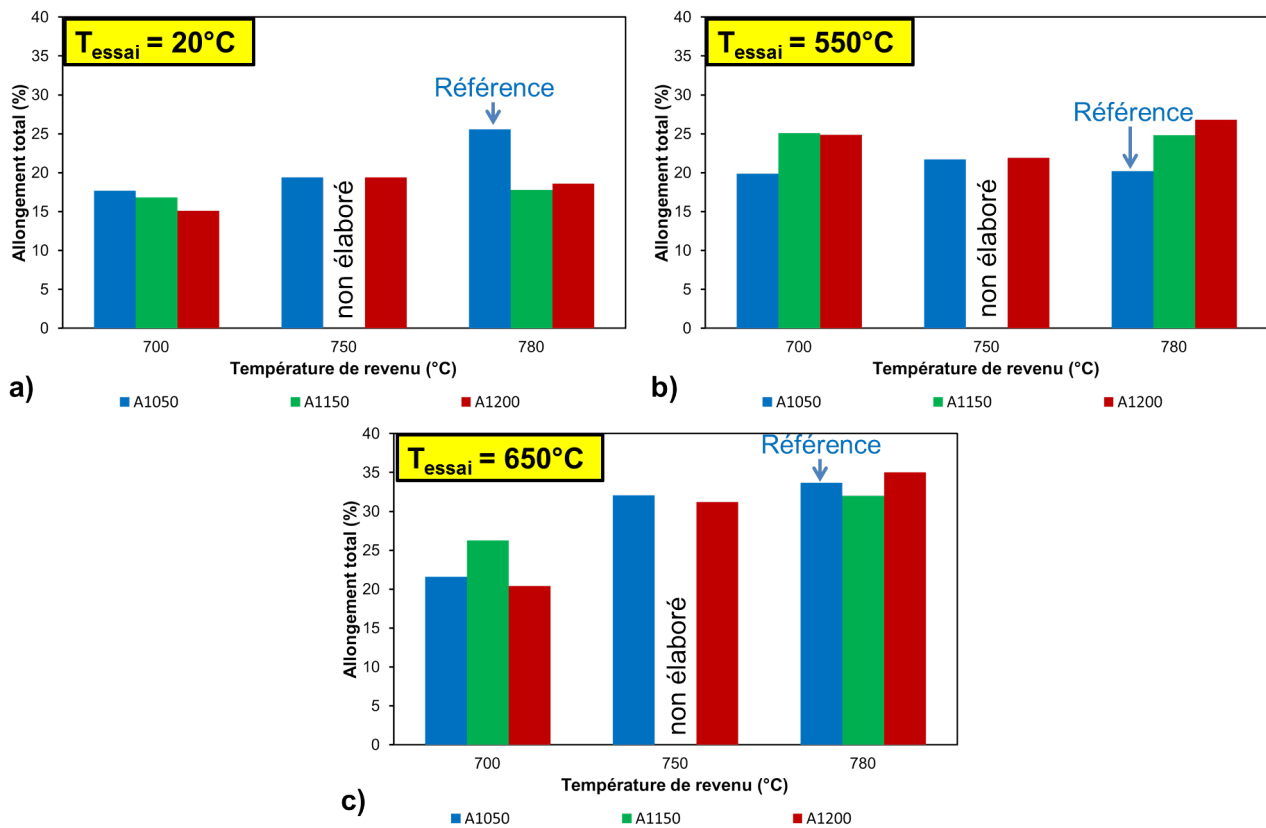


Figure 4.7 – Influence de la température d'austénitisation et de revenu sur l'allongement total en traction a) à 20°C, b) à 550°C et c) à 650°C.

Influence de l'étape de laminage en phase austénitique métastable

Comme le montrent les figures 4.8-b et 4.8-c, l'application d'une étape de laminage en phase austénitique métastable semble globalement :

- augmenter l'allongement total des éprouvettes sollicitées en traction à 550°C et à 650°C des états austénitisés à 1050°C. Cette tendance n'était pas observée pour l'allongement total des éprouvettes de traction sollicitées à 20°C (cf. figure 4.8-a).
- diminuer l'allongement total des éprouvettes sollicitées en traction à 550°C et 650°C des états austénitisés à 1150°C et 1200°C.

Cette différence de comportement ne peut être expliquée à ce stade.

D'autre part, lorsque la température de sollicitation en traction est augmentée de 20°C à 650°C, l'allongement total tout d'abord peu affecté entre 20°C et 550°C et plus fortement augmenté entre 550°C et 650°C, pour tous les états revenus, figures 4.7 et 4.8.

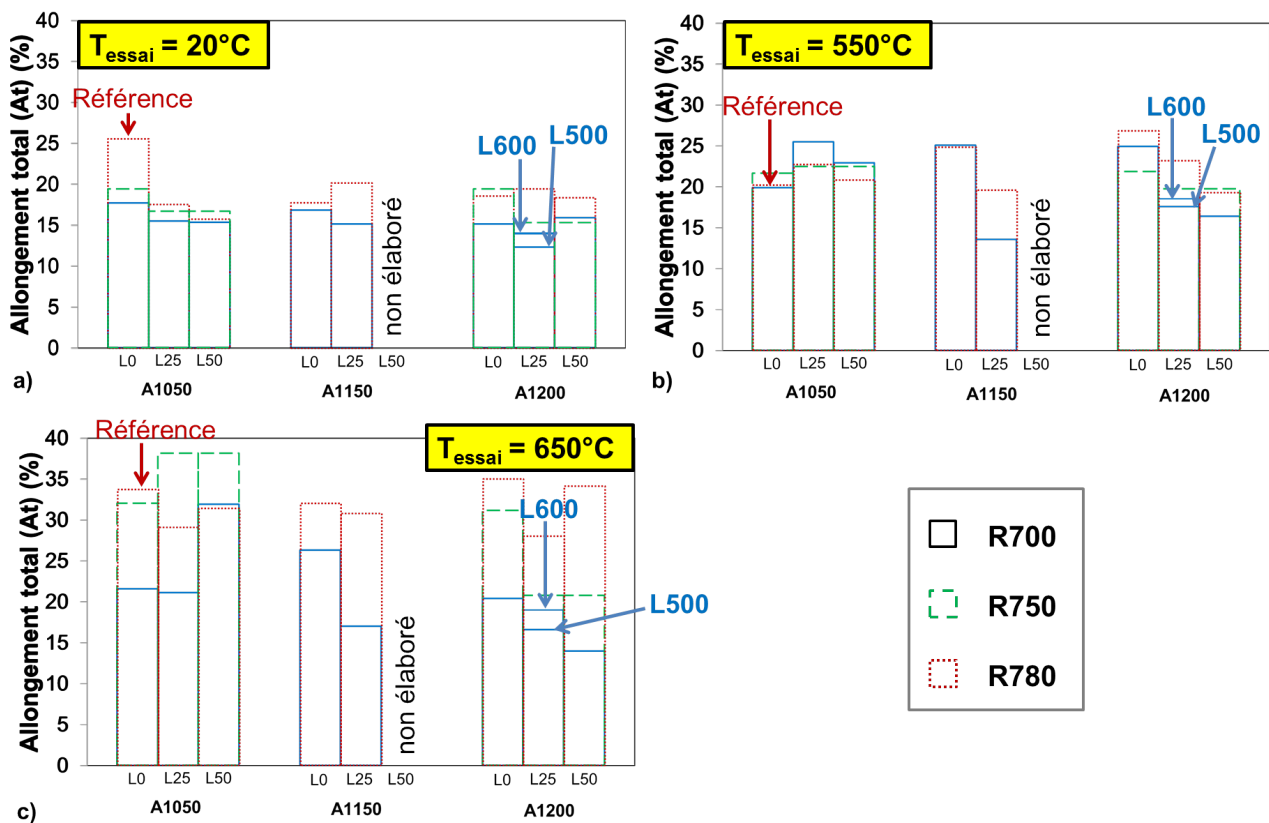


Figure 4.8 – Influence du pourcentage de réduction en épaisseur et de la température de revenu sur l'allongement total des éprouvettes sollicitées en traction a) à 20°C , b) à 550°C et c) à 650°C .

Alors qu'à 20°C , aucun état métallurgique ne présente un allongement total supérieur à celui de l'état de référence, à 550°C et 650°C , ce n'est plus le cas :

- à 550°C , les états A1050-L600,25% ou 50% - R700, R750 ou R780, A1150-R700 ou R780, A1200-R700 ou R780, A1200-L500,25%-R750 et A1200-L600,25%-R780,
- à 650°C , les états A1050-L600,25%-R750, A1200-R780 et A1200-L600,50%-R780,

ont un allongement total supérieur à l'état de référence, A1050-R780.

Les états A1200-L600,50%-R750 et A1200-L600,50%-R780 qui comportent des zones recristallisées ne sont malgré tout pas les états métallurgiques ayant l'allongement total le plus élevé. Il semble donc que les zones recristallisées, probablement en raison de leur faible fraction en volume n'aient pas d'influence notable sur l'allongement total.

Enfin, les états A1150-L600,25%-R700, A1200-L500,25%-R700, A1200-L600,25%-R700 et A1200-L600,50%-R700 présentent les allongements totaux les plus faibles à 550°C et à 650°C . Leur ductilité sera donc à surveiller sous sollicitations de fluage, fatigue et fatigue-fluage.

Influence de la température et de la direction de laminage sur les propriétés de traction à 550°C et à 650°C

Tout comme pour les propriétés de traction à 20°C , l'influence de la température de laminage sur la limite d'élasticité, la résistance mécanique et l'allongement total à 550°C ou à 650°C a été étudiée pour un état austénitisé à 1200°C , laminé de 25% et revenu à 700°C . Deux températures de laminage ont été choisies : 500°C et 600°C . D'autre part, afin de voir l'influence de la direction de laminage, un état a été laminé à 500°C de 25% dans une seule direction qui est la direction initiale de laminage de la tôle de référence et un autre état a été laminé à 500°C de 12,5% dans la direction initiale de laminage puis de 12,5% dans la direction transverse de la tôle de référence. Ces états ont été ensuite revenus à 700°C . Les valeurs de limite d'élasticité ($R_{p0,2\%}$), de résistance mécanique (R_m) et d'allongement total (A_t) de ces différents états ainsi que l'écart de valeurs entre l'état laminé à 500°C de 25% dans la direction initiale de laminage de la tôle "à réception" revenu sont notées dans le tableau 4.2. Par rapport à l'état A1200-L500,25%-R700 pris pour référence dans la comparaison, pour les deux températures d'essai, les écarts les plus importants de limite d'élasticité, de résistance mécanique et d'allongement total sont respectivement de 26 MPa, 27 MPa et 4,5% soit 4,0% et 4,2% (état L500,25%(LT))

4 : Influence du traitement thermomécanique sur les propriétés mécaniques à haute température de l'acier de Grade 91

sens L à 550°C) et 21,3% (état L500,25%(LT) sens T à 650°C). Par conséquent, on peut considérer que tout comme à 20°C, la température de laminage et la direction de laminage ont peu d'effet sur la limite d'élasticité, la résistance mécanique et l'allongement total à 550°C et à 650°C pour les états austénitisés à 1200°C et laminés de 25% de réduction en épaisseur.

T_{essai} (°C)	États métallurgiques	$R_{p0,2\%}$ (MPa)	$\Delta R_{p0,2\%}$ (MPa)	R_m (MPa)	ΔR_m (MPa)	A_t (%)	ΔA_t (%)
550	L500,25%-R700	630	0	666	0	17,6	0
	L500,25%(LT)-R700 sens L	656	+ 26	629	- 27	17,0	-0,6
	L500,25%(LT)-R700 sens T	617	- 13	643	- 23	18,6	+ 1,0
	L600,25%-R700	651	+ 21	682	+ 16	18,6	+ 1,0
650	L500,25%-R700	476	0	502	0	16,6	0
	L500,25%(LT)-R700 sens L	466	- 10	490	- 12	21,1	+ 4,5
	L500,25%(LT)-R700 sens T	469	- 7	490	- 12	17,3	+ 0,7
	L600,25%-R700	481	+ 5	507	+ 5	19,0	+ 2,4

Tableau 4.2 – Influence de la température et de la direction de laminage sur la limite d'élasticité ($R_{p0,2\%}$), la résistance mécanique (R_m) et l'allongement total (A_t) à 550°C et à 650°C d'éprouvettes d'états austénitisés à 1200°C et sollicités à 7.10^{-4} s^{-1} .

Résistance mécanique en fonction de l'allongement total

Afin d'étudier le compromis résistance mécanique/ductilité, la résistance mécanique peut être représentée en fonction de l'allongement total à 550°C, figure 4.9 et à 650°C, figure 4.10, pour tous les états métallurgiques revenus.

Pour une température d'essai de 550°C, plus de la moitié des états métallurgiques étudiés présentent à la fois une résistance mécanique et un allongement total supérieurs à ceux de l'état de référence. Cinq états sortent du lot car ils présentent un allongement total important tout en ayant une résistance mécanique convenable. Il s'agit des états A1150-R700, A1200-R700, A1050-L600,25%-R700, A1150-R780 et A1200-R780.

Pour une température d'essai de 650°C, seulement trois états métallurgiques présentent à la fois une résistance mécanique et un allongement total supérieurs à ceux de l'état de référence. Il s'agit des états A1050-L600,25%-R750, A1200-L600,25%-R780 et A1200-R780. Parmi ces quatre états (avec l'état de référence A1050-R780), l'état A1050-L600,25%-R750 paraît optimal pour les propriétés en traction (meilleures résistance mécanique et allongement total).

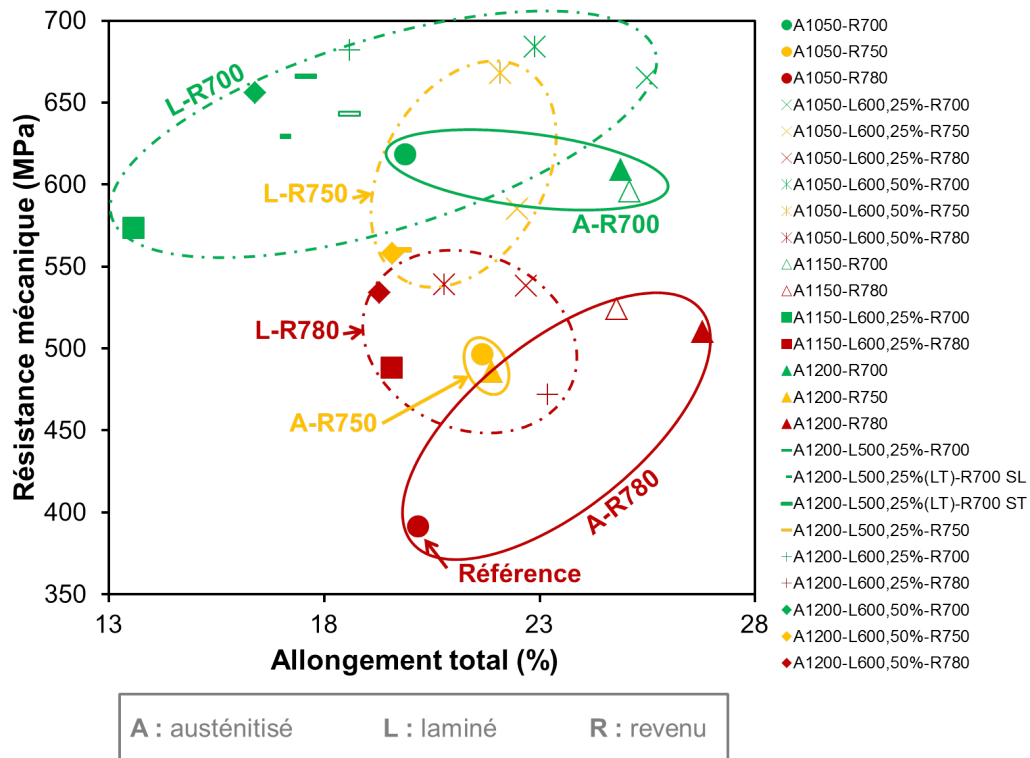


Figure 4.9 – Résistance mécanique en fonction de l'allongement total à 550°C pour chaque état métallurgique revenu.

Les cercles en traits pleins regroupent les états métallurgiques non laminés ayant la même température de revenu (vert pour un revenu à 700°C, orange pour un revenu à 750°C et rouge pour un revenu à 780°C) et les autres cercles regroupent les états métallurgiques des états laminés ayant une même température de revenu (même code couleur pour les températures de revenu que précédemment).

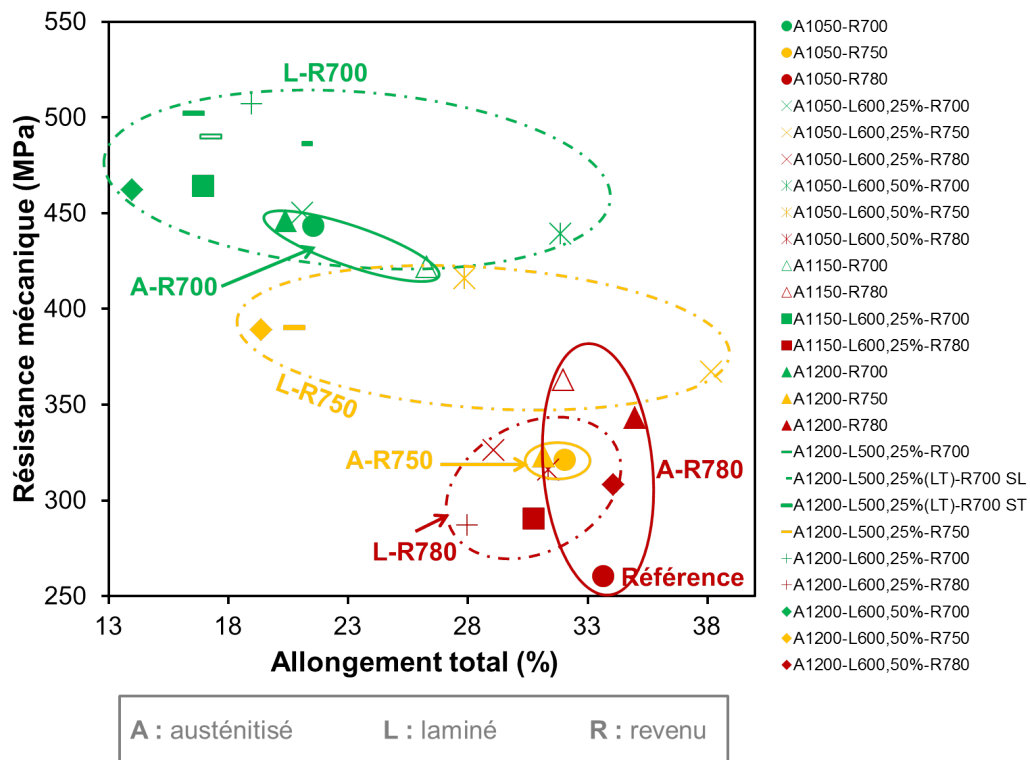


Figure 4.10 – Résistance mécanique en fonction de l'allongement total à 650°C pour chaque état métallurgique revenu.

4.1.4 Bilan sur les propriétés en traction à 550°C ou 650°C

De cette étude portant sur les propriétés en traction à 550°C ou 650°C, il peut être noté que :

- la limite d'élasticité et la résistance mécanique à 550°C ou à 650°C peuvent être extrapolées à partir de celles à 20°C. Il suffit d'appliquer un facteur multiplicatif dont les valeurs sont résumées dans le tableau 4.3.

Facteurs multiplicatifs	$R_{p0,2\%}$ 550°C	$R_{p0,2\%}$ 650°C	R_m 550°C	R_m 650°C
$R_{p0,2\%}$ 20°C	0,69	0,47	/	
R_m 20°C	/		0,64	0,44

Tableau 4.3 – Facteurs multiplicatifs pour obtenir la limite d'élasticité ou la résistance mécanique à 550°C ou à 650°C à partir de celles à 20°C.

Ainsi, la résistance mécanique et, dans une moindre mesure, la limite d'élasticité à 550°C ou 650°C peuvent être reliées à la microstructure par le modèle de durcissement structural établi au chapitre 3. Il suffit de multiplier l'équation 3.3.25 par les facteurs multiplicatifs notés dans le tableau 4.3.

- L'allongement total à 550 et 650°C apparaît :
 - être indépendant de la température d'austénitisation,
 - augmenter avec l'application d'un laminage en phase austénitique métastable pour les états austénitisés à 1050°C mais diminuer pour ceux austénitisés à 1150°C et 1200°C,
 - augmenter avec la température de revenu.
- La striction à rupture est élevée dans tous les cas, supérieure ou de l'ordre de 90% (on verra dans le paragraphe 4.2.4 qu'il n'en n'est pas forcément de même en fluage).

4.2 Fluage à 650°C

Les essais de fluage ont été réalisés sur des éprouvettes prélevées dans le sens de laminage, dont la géométrie est décrite à l'Annexe C.3, à 650°C et sous une contrainte de 140 MPa. Certains états sont également testés sous des contraintes de 120 MPa et 170 MPa toujours à 650°C. Ces contraintes ont été choisies par Hollner dans le cadre de ses travaux post-doctoraux [Hollner et al., 2010]. Pour comparer les états métallurgiques entre eux, Hollner avait choisi une contrainte de 140 MPa. Il a été décidé de garder cette contrainte comme référence pour la comparaison car de plus, elle permet de conduire des essais de fluage avec des durées raisonnables pour un travail de thèse. A minima, tous les états métallurgiques sont donc sollicités en fluage à 140 MPa. Pour l'état de référence, trois contraintes ont été appliquées : 120, 140 et 170 MPa afin de pouvoir bénéficier de deux points de comparaison avec certains états métallurgiques. En effet, certains états métallurgiques ont été sollicités sous deux contraintes : 120 et 140 MPa ou 140 et 170 MPa car Hollner avait fait de même avec un état métallurgique comparable. D'autre part, pour les états A1200-L500,25%-R700, A1200-L500,25%(LT)-R700 et A1200-L600,50%-R700, une éprouvette a également été prélevée dans le sens travers long (T) afin de voir si les propriétés mécaniques à haute température sont anisotropes.

La liste des différents essais de fluage réalisés est donnée dans le tableau 4.4 et les résultats sont fournis dans l'annexe A.2.3.

% laminage	T_{revenu}	Contrainte (MPa)		
		A1050	A1150	A1200
0	700	140, 170	120, 140	140, 170
	750	140	non élaboré	140
	780	120, 140, 170	140	140, 170
25	700	120, 140, 170	120, 140 [Hollner et al., 2010]	L500 : 140, 170 ($\times 3$)
				L600 : 140 ($\times 2$)
				L500,(LT) : 140
	750	140	non élaboré	140 [Données CEA]
	780	140	120, 140	140
50	700	140	non élaboré	140 [Données CEA]
	750	140		140 [Données CEA]
	780	140		140

Tableau 4.4 – Les différents états métallurgiques sollicités en fluage à 650°C.

Quelques courbes de fluage à 650°C et sous 140 MPa sont représentées sur la figure 4.11. Pour tous les états métallurgiques, il est observé trois stades :

- *primaire*, où la vitesse de déformation décroît avec le temps,
- *secondaire*, où la vitesse de déformation est relativement constante avec le temps,
- *tertiaire*, où la vitesse de déformation croît rapidement avec le temps jusqu'à la rupture. Dans la suite de ce paragraphe, on verra que certains états métallurgiques présentent un stade tertiaire très limité.

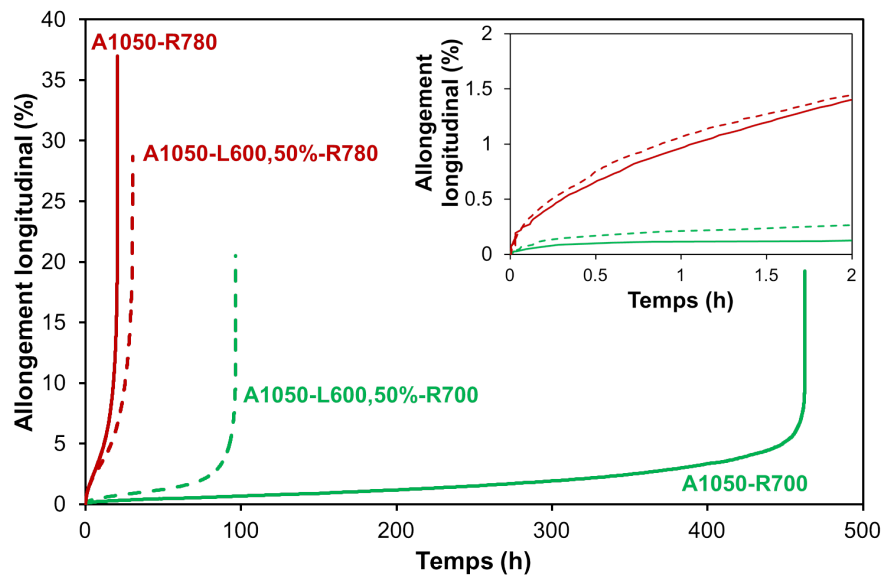


Figure 4.11 – Courbes de fluage de quelques états métallurgiques, sollicités à 650°C, sous 140 MPa.

Dans un premier temps, l'influence des différentes étapes du traitement thermomécanique sur la vitesse minimale de fluage et sur le temps à rupture a été étudiée sur les éprouvettes prélevées dans la direction de laminage et elle ne sera illustrée que pour une contrainte de fluage de 140 MPa. Les résultats sont similaires pour des contraintes de 120 MPa ou 170 MPa. Cependant, la striction des éprouvettes de fluage ne sera pas présentée car elle semble être liée à l'allongement à rupture. En effet, lorsque l'allongement à rupture est :

- inférieur à 12%, le facteur de striction n'est jamais supérieur à 50%, associé à un stade de fluage tertiaire très limité ;
- supérieur à 12%, le facteur de striction varie entre 62% et 96%.

Dans un second temps, les faciès de rupture des éprouvettes seront étudiés. Enfin, dans un troisième temps, l'ensemble des résultats sera comparé aux données de la littérature. On vérifiera notamment si les différents états métallurgiques suivent la relation de Monkman-Grant d'un acier de Grade 91 traité thermiquement selon les conditions conventionnelles, la loi d'"écoulement" en fluage sera également regardée.

4.2.1 Influence d'un "simple" traitement thermique : austénitisation et revenu

Comme le montre la figure 4.12, augmenter la température d'austénitisation de 1050°C à 1200°C entraîne une augmentation du temps à rupture et une diminution de la vitesse minimale de fluage (stade secondaire).

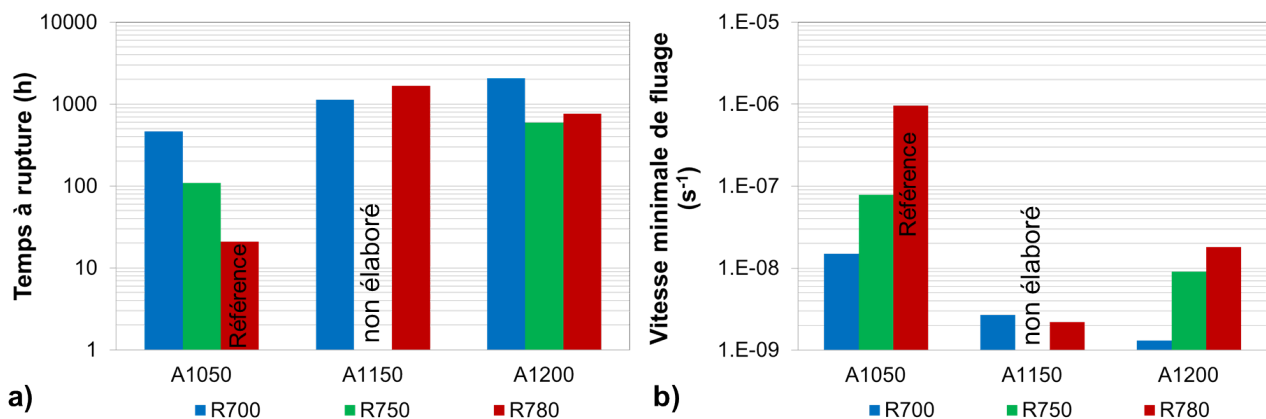


Figure 4.12 – Influence des températures d'austénitisation et de revenu sur a) le temps à rupture en fluage et b) la vitesse minimale de fluage (140 MPa et à 650°C).

Ces résultats sont en accord avec ceux de Totemeier et al. qui observent ces mêmes tendances pour un acier de Grade 91 mais pour des températures d'austénitisation comprises entre 850°C et 1050°C (environ le domaine

"intercritique"), pour des essais de fluage réalisés à 600°C et 145 MPa [Totemeier et al., 2006].

La meilleure résistance au fluage des états austénitisés à plus haute température pourrait être due à l'acroissement de taille des ex-grains d'austénite. En effet, il est bien connu que, sous certains mécanismes de fluage, notamment de diffusion, la vitesse minimale de fluage est dépendante de la taille de grains (cf. par exemple l'équation 4.2.1 de Mukherjee-Bird-Dorn [Mukherhee et al., 1969] et le tableau 4.5). Pour un mécanisme de fluage diffusionnel aux joints de grains (Coble), la vitesse minimale de fluage varie en fonction de l'inverse du carrée de la taille de grains et pour un mécanisme de fluage diffusionnel en volume, elle varie en fonction de l'inverse du cube de la taille de grains. Enfin, pour le mécanisme du fluage - dislocations, la vitesse minimale de fluage est indépendante de la taille de grains.

$$\dot{\epsilon} = \frac{A_0 D_0 \cdot \mu_m b}{kT} \left(\frac{\sigma}{\mu_m} \right)^n \left(\frac{d}{b} \right)^p \exp\left(-\frac{Q_c}{RT}\right) \quad (4.2.1)$$

avec :

- $\dot{\epsilon}$, la vitesse minimale de fluage,
- D_0 , le coefficient d'auto-diffusion,
- μ_m , le module de cisaillement du matériau,
- b , le vecteur de Burgers,
- k , la constante de Boltzmann,
- T , la température de fluage,
- σ , la contrainte appliquée de fluage,
- d , la taille des grains,
- Q_c , l'énergie d'activation pour le fluage,
- R , la constante des gaz parfaits,
- A_0 , p et n des constantes adimensionnelles.

Types de fluage	Dislocations	Diffusion	
		Joint de grain (Coble)	Volume (Nabarro-Herring)
Hypothèses	– glissement et montée des dislocations, – formation et annihilation des dislocations dans le volume des grains ou dans les joints et sous-joints de grains, – loi d'Orowan $\dot{\epsilon} = \rho_m \cdot b \cdot v$.	diffusion des atomes dans les joints de grains	diffusion des atomes dans le volume des grains
Température	$T < 0,4 \text{ ou } 0,5 T_{fusion}$	$T > 0,4 \text{ ou } 0,5 T_{fusion}$	$T < 0,8 T_{fusion}$
$\sigma_{appliquée}$	forte	faible	
Constante "p"	0	-2	-3
Constante "n"	4 - 5	1 - 2	

Tableau 4.5 – Hypothèses, domaine de températures et de contraintes et valeurs typiques des constantes p et n pour trois régimes de fluage [Mukherhee et al., 1969].

Or, pour les essais de fluage de l'acier de Grade 91, effectués au cours de cette thèse, d'après le graphique d'Ashby, figure 4.13, pour un acier bainitique avec des carbures à 1%Cr-Mo-V¹, d'ex-grains d'austénite de taille

1. Fe-1,02%Cr-0,57%Mo-0,29%V-0,24%C-0,64%Mn-0,29%Si-0,21%Ni-0,16%P-0,10%S, revenu à $700 \pm 3^\circ\text{C}$ pendant 20 heures. Bien que la composition chimique de cet acier soit différente de celle de l'acier de Grade 91 (moins d'éléments d'alliage mais plus de carbone que l'acier de Grade 91), c'est l'acier dont la microstructure est la plus proche de l'acier de Grade 91 et pour lequel il existe un graphique représentant les mécanismes de déformation en fluage en fonction

environ égale à $100\ \mu\text{m}$, le régime de fluage attendu serait de type "dislocations" (étoile en rouge) [Frost and Ashby, 1982]. En effet, pour l'acier de Grade 91 et pour les conditions d'essai de fluage (contrainte de 120, 140 ou 170 MPa et température d'essai de 650°C) :

- la contrainte de cisaillement normalisée par le module de cisaillement ($\frac{\sigma_s}{\mu_m} = \frac{\sigma_{appliquée}}{\sqrt{3} \cdot \mu_m}$) est de respectivement $1,1 \cdot 10^{-3}$ pour une contrainte appliquée de 120 MPa, $1,3 \cdot 10^{-3}$ pour une contrainte appliquée de 140 MPa et $1,6 \cdot 10^{-3}$ pour une contrainte appliquée de 170 MPa.
- la température de fluage normalisée par la température de fusion de l'acier de Grade 91 obtenue à l'aide du logiciel MatCalc (cf. Chapitre 1, paragraphe 1.1.4, $\frac{T}{T_m}$) est égale à $\frac{(650 + 273,15)}{1440 + 273,15} \sim 0,54$.

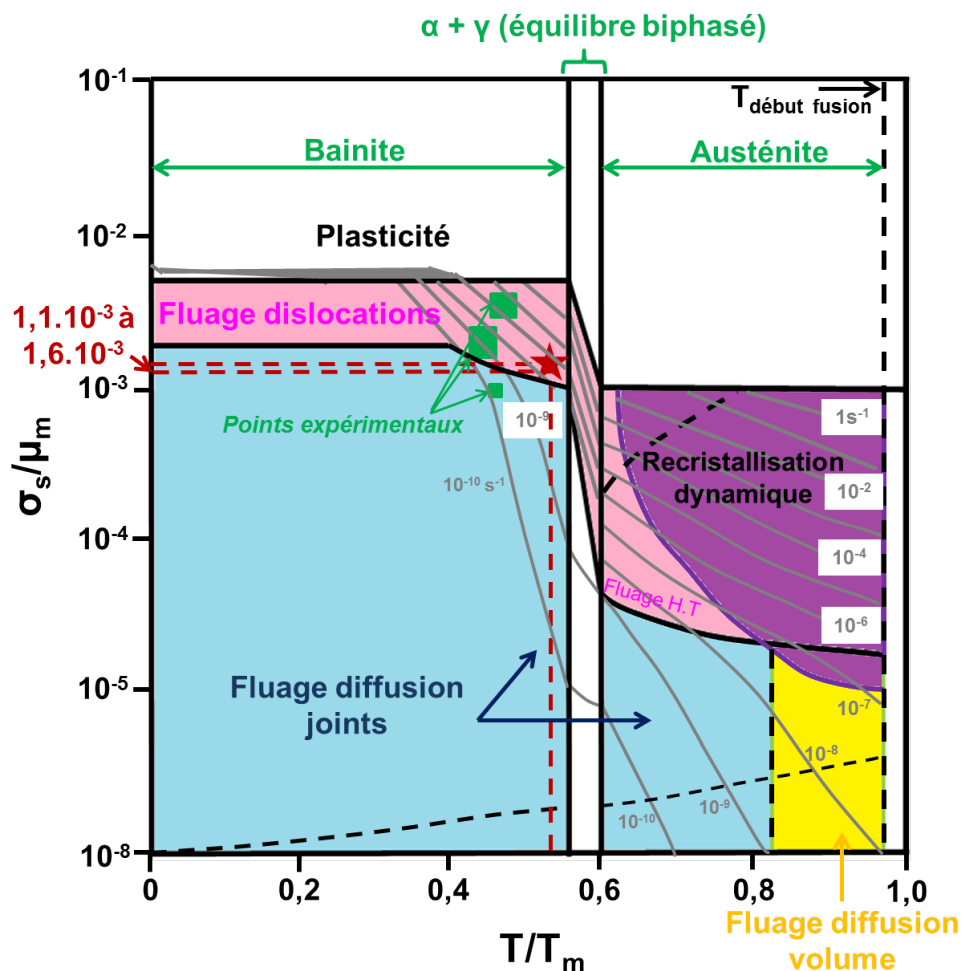


Figure 4.13 – Mécanismes de déformation de fluage en fonction de la contrainte de cisaillement normalisée par le module de cisaillement et de la température de fluage normalisée par la température de fusion d'un acier 1%Cr-Mo-V, d'une taille d'ex-grains d'austénite d'environ $100\ \mu\text{m}$ [Frost and Ashby, 1982].

De plus, d'après Palaparti et al.², le mécanisme de fluage de l'acier de Grade 91 à 650°C et sous 120, 140 ou 170 MPa serait bien de type dislocations³ [Palaparti et al., 2013]. Il semblerait donc qu'un autre paramètre microstructural que la taille des ex-grains d'austénite soit à l'origine de l'augmentation du temps à rupture et de la diminution de la vitesse minimale de fluage avec l'augmentation de la température d'austénitisation. Il pourrait notamment s'agir de l'effet de la plus grande fraction volumique des précipités intragranulaires présents après revenus dans les états austénitisés à 1200°C , comparativement aux états austénitisés à 1050°C , qui épin-

de la contrainte appliquée normalisée par le module de cisaillement et de la température de fluage normalisée par la température de fusion, dont la composition chimique est la plus proche de l'acier de Grade 91.

2. Nuance de Grade 91, austénitisée à 1065°C pendant 30 minutes, refroidie à l'air et revenue à 780°C pendant 1h, refroidie à l'air

3. Au paragraphe 4.2.5, il sera également identifié un mécanisme de fluage de type dislocations pour l'état de référence A1050-R780 (avec $n = 12,3$).

gleraient davantage les dislocations.

D'autre part, d'après la figure 4.12, augmenter la température de revenu de 700°C à 780°C entraîne une diminution du temps à rupture et une augmentation de la vitesse minimale de fluage pour des essais à 650°C et 140 MPa. Ceci peut être lié à l'augmentation du diamètre moyen et à la diminution de la fraction volumique des précipités intragranulaires avec l'augmentation de la température de revenu (cf. chapitre 2, paragraphe 2.1.5). D'autre part, d'après Maruyama et al., la densité de dislocations "libres" dans un sous-grain (par opposition aux dislocations qui sont piégées dans les joints de la microstructure, notamment entre les sous-grains) aurait également un impact sur la résistance au fluage. Plus cette densité est élevée, plus la déformation atteinte à la fin du stade primaire et donc au début du stade secondaire serait faible. L'acier contenant au départ une plus forte densité de dislocations "libres" se déformerait donc moins, conduisant à une meilleure résistance au fluage. La densité de dislocations "libres" peut être contrôlée par la température de revenu. Plus celle-ci est basse, plus la quantité de dislocations "libres" est importante et comme nous l'avons déduit des estimations des densités de dislocations en diffraction des neutrons (chapitre 2, paragraphe 2.2.4) [Maruyama et al., 2001]. Pour résumer, les nuances revenues à plus basse température auraient une plus grande densité de dislocations "libres" et par conséquent, aurait un temps à rupture plus élevé. Les propos de Maruyama et al. sont en accord avec nos observations.

4.2.2 Influence de l'étape de laminage en phase austénitique métastable

L'influence de l'étape de laminage et notamment du taux de réduction en épaisseur en phase austénitique métastable sur le temps à rupture et sur la vitesse minimale de fluage est complexe. Suivant la température d'austénitisation et de revenu, les effets ne sont pas les mêmes. En effet, d'après la figure 4.14 :

- *pour une température de revenu de 700°C :*
Le temps à rupture varie inversement avec le taux de laminage lorsque les états sont austénitisés à 1050°C. En revanche, il évolue peu pour les états austénitisés à 1150°C et 1200°C sauf pour l'état A1200-L600,25%-R700 présentant le temps à rupture maximal parmi tous les états métallurgiques de cette thèse.
- *pour une température de revenu de 750°C :*
Quelque soit la température d'austénitisation, le temps à rupture est plus élevé lorsqu'un laminage de 25% ou 50% est appliqué par rapport aux états non laminés. Il n'existe pas de variation importante du temps à rupture entre les deux taux de laminage (25 et 50%).
- *pour une température de revenu de 780°C :*
Le temps à rupture est maximal pour un taux de laminage de 25% pour les états austénitisés à 1050°C alors qu'il est maximal lorsqu'aucun laminage est appliqué pour les états austénitisés à 1150°C ou 1200°C.

Comme cela sera évoqué au paragraphe 4.2.5, certains états métallurgiques présentent un endommagement intergranulaire entraînant une rupture prématurée des éprouvettes (ce mode d'endommagement est signalé par des étoiles sur la figure 4.14). Ceci pourrait avoir des conséquences lors de la détermination de l'influence des différents paramètres du traitement thermomécanique de type austéniformage sur le temps à rupture puisque dans certains cas, le temps à rupture expérimental serait sous-évalué par rapport au modèle de Monkman-Grant (cf. paragraphe 4.2.5). Fort heureusement, les états métallurgiques de Grade 91 présentant un endommagement de type intergranulaire ont les temps à rupture les plus élevés, par conséquent, les résultats ne sont pas biaisés pas le mode d'endommagement. Comme la vitesse minimale de fluage varie en sens inverse du temps à rupture, l'influence du pourcentage de réduction en épaisseur sur la vitesse minimale de fluage peut être facilement déduite.

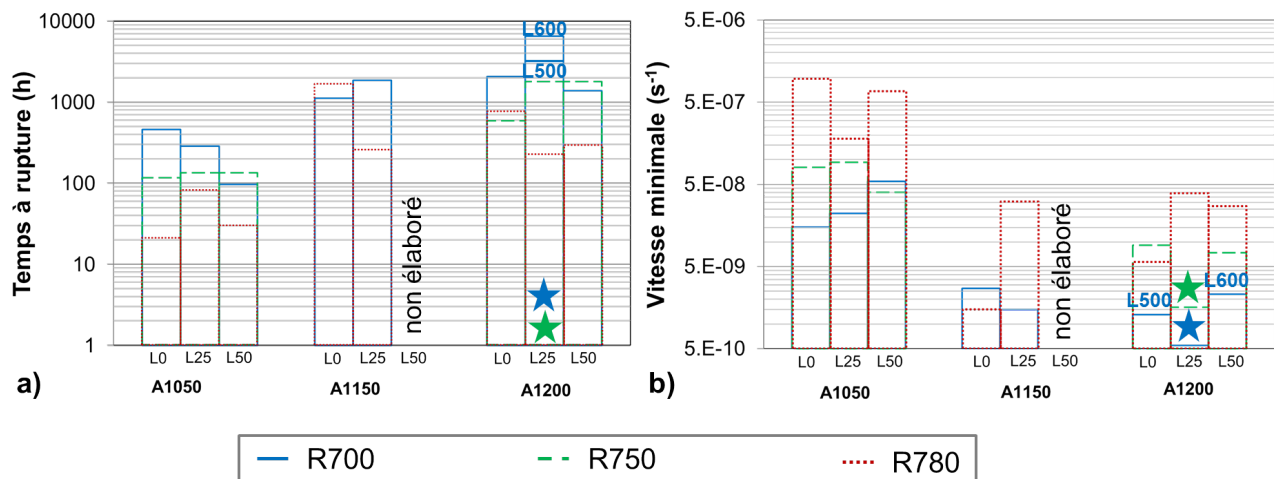


Figure 4.14 – Influence du taux de laminage sur a) le temps à rupture en fluage et b) la vitesse minimale de fluage (Fluage à 140 MPa et à 650°C). Les états métallurgiques notés d’une étoile rompent de manière intergranulaire. Il s’agit des états A1200-L(500 ou 600),25%-R700 et A1200-L500,25%-R750, comme cela sera évoqué au paragraphe 4.2.5 de ce chapitre.

Les différences microstructurales ne permettent pas d’expliquer de manière simple ces observations en fluage. En effet, il a été vu dans le chapitre 2 que plus le taux de laminage est élevé, plus la densité de dislocations est élevée et les lattes de martensite (donc les sous-grains) sont affinées. Ces paramètres microstructuraux seraient plutôt bénéfiques à la résistance au fluage [Maruyama et al., 2001]. Ainsi, d’après les informations microstructurales, on aurait pu attendre une meilleure résistance au fluage des états laminés de 50% par rapport à 0 et 25%.

D’autre part, bien que pour une même température de revenu, la microstructure des états austénitisés à 1050°C et des états austénitisés à 1150°C ou 1200°C soit quasiment la même (à l’exception de la nature chimique des précipités intragranulaires), leur comportement mécanique diffère et les propriétés en fluage ne dérogent pas à cette règle.

Enfin, les états contenant des zones recristallisées, A1200-L600,50%-R750 et A1200-L600,50%-R780 présentent un temps à rupture et une vitesse minimale de fluage proche des états A1200-L600,25%-R750 et A1200-L600,25%-R780 n’en contenant pas. Il semblerait donc que la faible fraction de zones recristallisées n’ait pas d’influence notable sur les propriétés de fluage.

4.2.3 Influence de la direction de prélèvement des éprouvettes

Afin de déterminer si le comportement en fluage des états laminés est isotrope ou anisotrope, des éprouvettes de fluage ont également été prélevées dans le sens travers de laminage pour les états : A1200-L500,25%-R700, A1200-L500,25%(LT)-R700 et A1200-L600,50%-R700 et leurs propriétés de fluage sont comparées à celles des éprouvettes prélevées dans la direction de laminage. Les valeurs sont résumées dans le tableau 4.6.

Les états A1200-L500,25%-R700 et A1200-L500,25%(LT)-R700 ne présentent pas de différences majeures de propriétés de fluage suivant la direction de prélèvement des éprouvettes. Cependant, la différence de temps à rupture et d’allongement total est moindre lorsqu’un laminage croisé (A1200-L500,25%(LT)-R700) est effectué que lorsque le laminage est appliqué dans une seule direction (A1200-L500,25%-R700). En revanche, pour l’état A1200-L500,50%-R700, l’éprouvette prélevée dans le sens travers long de laminage présente un temps à rupture 1,5 fois supérieur, une vitesse minimale de fluage de 2,5 fois inférieur ainsi qu’un allongement à rupture 4 fois inférieur à ceux de l’éprouvette prélevée dans le sens de laminage. Les propriétés de fluage sont donc anisotropes pour cet état tout comme cela avait été observé pour les propriétés de résilience (même si les températures et le mode d’essai sont très différents). La texturation morphologique des ex-grains d’austénite (plus élevée dans le sens de laminage que dans le sens travers long) ne peut expliquer ces observations pour un mécanisme de fluage de type dislocations puisque la vitesse de fluage serait indépendante de la taille de grains (cf. equation 4.2.1 et tableau 4.5). En conséquence, ces observations ne peuvent être expliquées de manière simple.

États métallurgiques	Sens pré-lèvement	σ (MPa)	$t_{rupture}$ (h)	$A_{rupture}$ (%)	$\dot{\epsilon}_{minimale}$ (s ⁻¹)	Z (%)
A1200-L500,25%-R700	L	140	3277	10,7	$7,0 \cdot 10^{-10}$	/
	T		4697	6,6	$1,3 \cdot 10^{-9}$	
A1200-L500,25%(LT)-R700	L		4861	10,5	$1,1 \cdot 10^{-9}$	11,6
	T		3992	9,2	$9,7 \cdot 10^{-8}$	9,9
A1200-L600,50%-R700	L		1400	23,9	$2,3 \cdot 10^{-9}$	77,1
	T		2029	6,0	$9,3 \cdot 10^{-10}$	20,5

Tableau 4.6 – Propriétés de fluage des états dont les éprouvettes ont été prélevées dans le sens de laminage (L) et le sens travers long (T).

4.2.4 Endommagement intergranulaire

D'après la carte des mécanismes d'endommagement en fluage de l'acier de Grade 91, figure 4.15, en fonction de la contrainte normalisée par le module d'Young et de la température normalisée par la température de fusion, il est attendu un mode d'endommagement transgranulaire (étoile en rouge) pour les essais de fluage [Shrestha et al., 2012]. En effet, pour l'acier de Grade 91 et pour les conditions d'essai de fluage (contrainte de 120, 140 ou 170 MPa et température d'essai de 650°C) :

- la contrainte appliquée normalisée par le module d'Young ($\frac{\sigma}{E_0}$) est de respectivement $2 \cdot 10^{-3}$ pour une contrainte appliquée de 120 MPa, $7,6 \cdot 10^{-4}$ pour une contrainte appliquée de 140 MPa et $1,1 \cdot 10^{-3}$ pour une contrainte appliquée de 170 MPa.
- la température de fluage normalisée par la température de fusion ($\frac{T}{T_m}$) est égale à $\frac{(650 + 273,15)}{(1440 + 273,15)} \sim 0,54$.

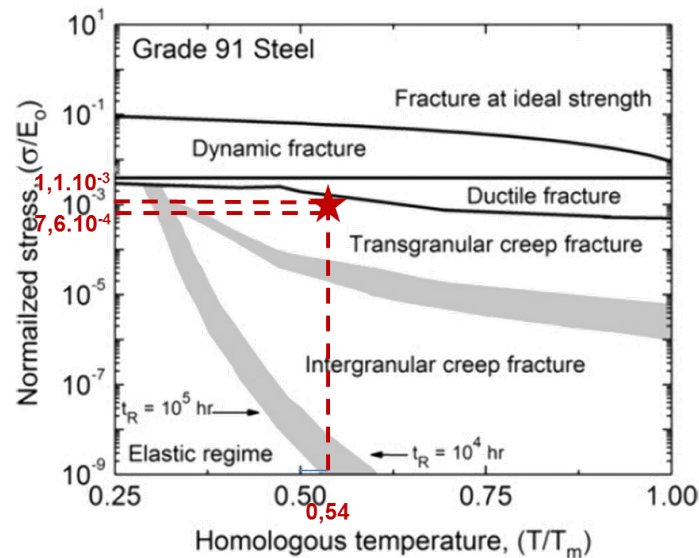


Figure 4.15 – Carte des mécanismes d'endommagement en fluage en fonction de la contrainte normalisée par le module d'Young et de la température normalisée par la température de fusion d'un acier de Grade 91. Les bandes grises représentent les transitions entre les deux régimes. [Shrestha et al., 2012].

Or, certains états métallurgiques (notamment une partie de ceux qui présentaient un allongement total faible en traction à 550°C et à 650°C), austénitisés à 1200°C, laminé ou non, revenus à 700°C ou 750°C, listés dans le tableau 4.7, sollicités en fluage à 650°C, présentent :

- un stade tertiaire très limité, comme l'illustrent quelques courbes de fluage, figure 4.16.

- une striction à rupture faible des éprouvettes (< 50%) (cf. tableau 4.7) par rapport aux autres états métallurgiques dont le facteur de striction est toujours supérieur à environ 50%.
- au niveau des faciès de rupture, un endommagement de type ductile-intergranulaire avec des zones avec des cupules et des zones de décohésion intergranulaire, alors que les autres états métallurgiques présentent un endommagement ductile transgranulaire à cupules, figure 4.17.

États métallurgiques	Contrainte (MPa)	Allongement à rupture (%)	Striction (%)
A1200-R700 SL	170 mais pas pour une contrainte de 140 MPa	5,3	9,3
A1200-L500,25%-R700 SL	140	10,7	/
	170	2,7 à 5,3	3,2 à 21,2
A1200-L500,25%-R700 ST	140	6,6	5,9
A1200-L500,25%(LT)-R700 SL		10,5	11,6
A1200-L500,25%(LT)-R700 ST		9,2	9,9
A1200-L600,25%-R700 SL		6,9 ($t_r = 6523$ h) et 11,2 ($t_r = 4990$ h)	6,0 ($t_r = 6523$ h) et 6,2 ($t_r = 4990$ h)
A1200-L600,50%-R700 ST		6,0	20,5
A1200-L500,25%-R750 SL		3,9	4,9

Tableau 4.7 – États métallurgiques sensibles à l'endommagement intergranulaire.

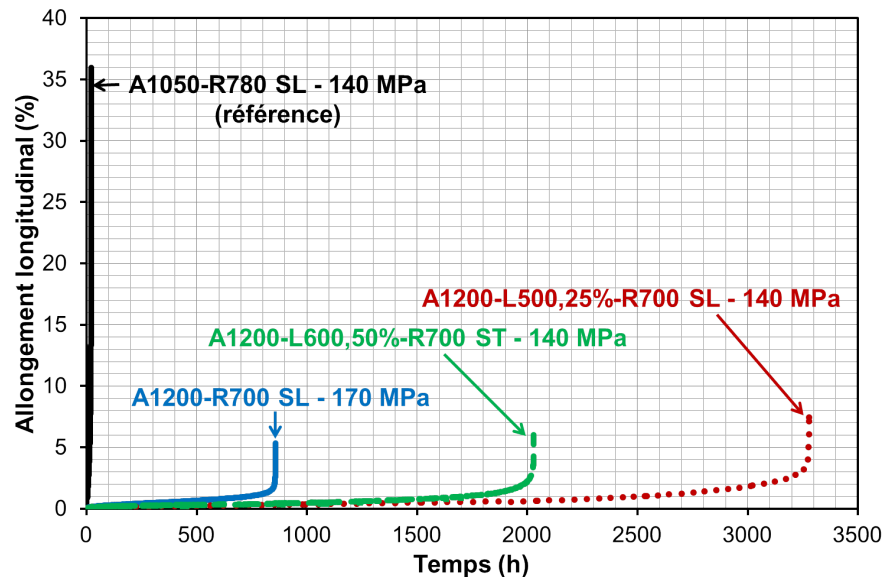


Figure 4.16 – Courbes de fluage à 650°C des états présentant un stade tertiaire très limité, comparées à celle de l'état de référence.

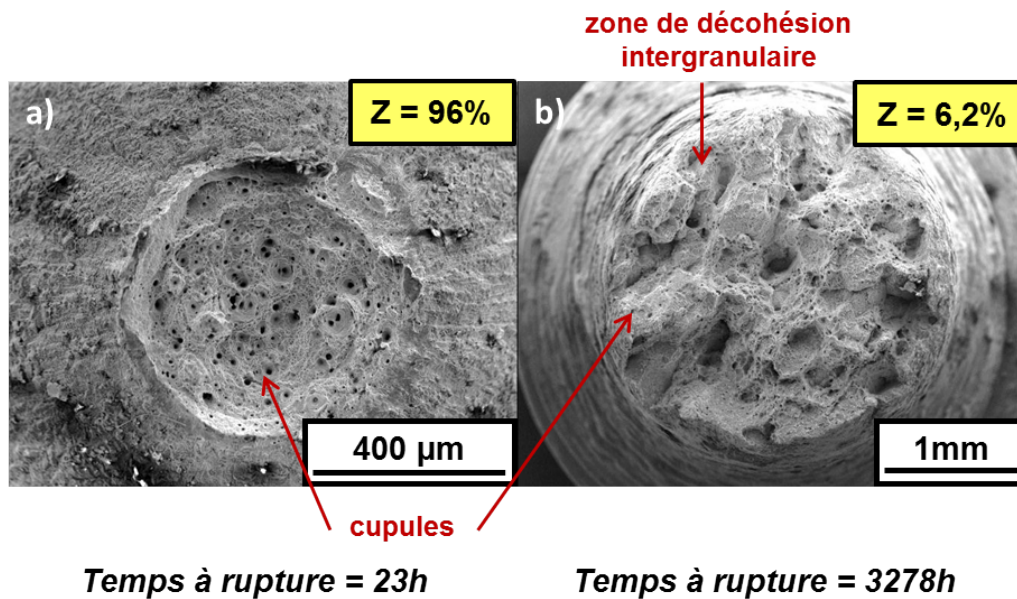


Figure 4.17 – Faciès de rupture des éprouvettes de fluage, prélevées dans la direction de laminage, sollicitées à 140 MPa et à 650°C de l'état a) A1050-R780 et b) A1200-L500,25%-R700.

L'observation des éprouvettes de tous ces états, en coupe transversale, montre de nombreuses fissures plus ou moins, perpendiculaires au chargement appliqué, dans toute la partie utile de l'éprouvette. Le caractère intergranulaire de ces fissures a été confirmée pour l'état A1200-L500,25%-R750 par cartographie EBSD d'une fissure, figure 4.18. En effet, la fissure secondaire observée sépare bien des ex-grains d'austénite. De plus, au niveau de la fissure, certains "ponts" de matière sont observés. Bien que la présence de cette matière peut être due à un artefact de polissage (lors du polissage, la matrice est déformée et peut avoir tendance à "reboucher" les fissures), il semblerait que les fissures résultent d'un regroupement de cavités qui se sont agglomérées au niveau des joints d'ex-grains austénitiques.

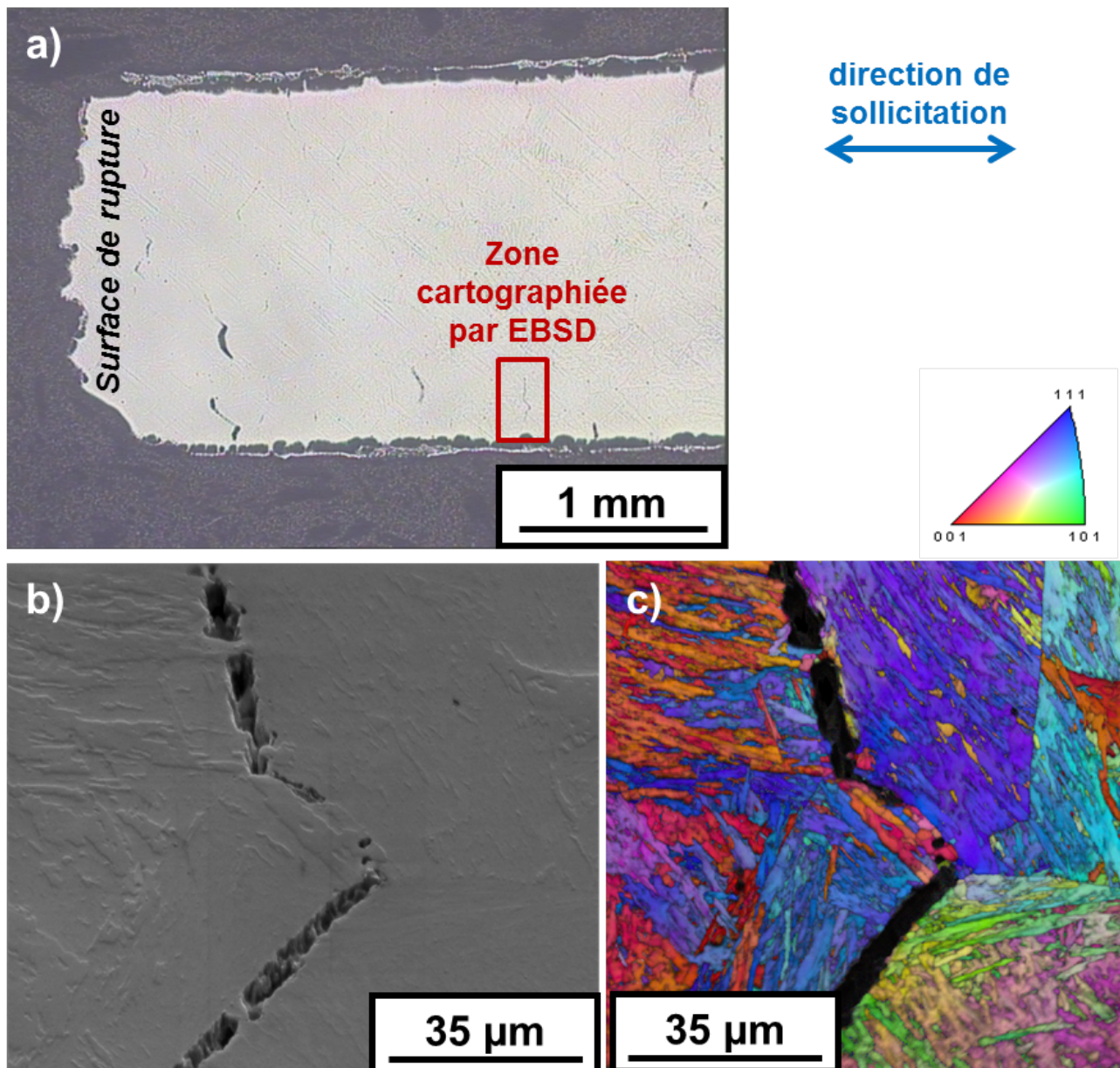


Figure 4.18 – Caractérisation de la partie utile, en coupe transversale, d’une éprouvette a) par microscopie optique, b) au MEB et c) au MEB-EBSD (cartographie non nettoyée) d’une fissure intergranulaire qui s’est formée dans une éprouvette de fluage de A1200-L500,25%-R750 qui a flué à 140 MPa et à 650°C, pendant 1790 heures.

Enfin des analyses à la microsonde de Castaing de cette même fissure ont montré qu’il n’y avait pas en formation de phases fragilisantes (phases de Laves) au niveau des joints d’ex-grains austénitiques.

Recherche du domaine de vitesse de déformation lié à une sensibilité à l’endommagement intergranulaire

Afin de voir l’influence de la vitesse de déformation sur l’endommagement intergranulaire, un essai de traction lente a été effectué sur l’état A1200-L500,25%-R700, à 650°C, à une vitesse de 1.10^{-5} s^{-1} (état qui rompt de manière intergranulaire en fluage à 650°C aussi bien à 140 qu’à 170 MPa). La courbe de traction est présentée sur la figure 4.19 et elle est comparée à celle dont la vitesse de sollicitation est de 7.10^{-4} s^{-1} (vitesse utilisée pour tous les autres essais de traction de cette thèse). La limite d’élasticité, la résistance mécanique sont apparaissent toutes deux inférieures pour une sollicitation à 1.10^{-5} s^{-1} qu’à 7.10^{-4} s^{-1} , du fait de la viscoplasticité de l’acier de Grade 91. De plus, l’état métallurgique déconsolide plus fortement pour une vitesse de sollicitation de 1.10^{-5} s^{-1} que pour 7.10^{-4} s^{-1} . Pour la plus faible vitesse de sollicitation, il est également observé une rupture de pente vers 6-7% de déformation, entraînant un plus faible allongement total pour cet essai. Ce comportement singulier

peut laisser supposer l'apparition d'un endommagement intergranulaire ou un début de rupture. C'est pourquoi l'éprouvette a été expertisée.

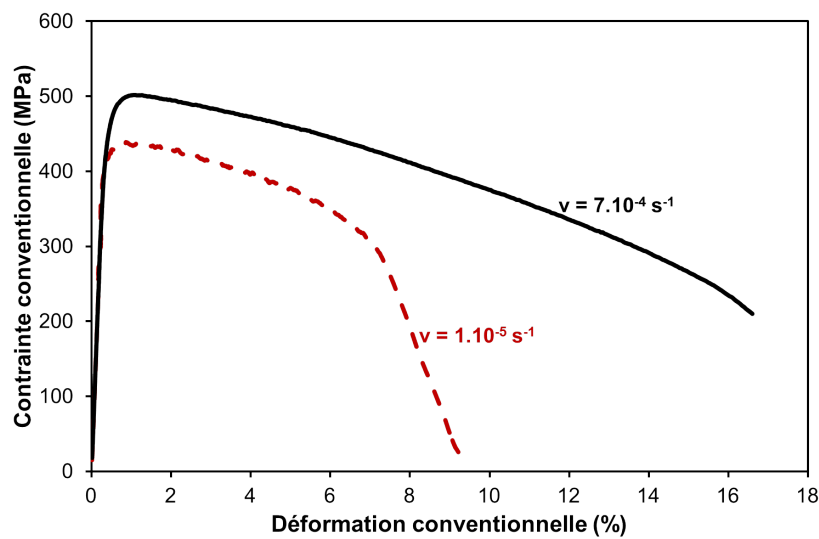


Figure 4.19 – Courbes de traction de l'état A1200-L500,25%-R700, sollicité à 1.10^{-5} s^{-1} et à 7.10^{-4} s^{-1} , à 650°C .

L'observation du faciès de rupture et du fût de l'éprouvette montre que l'endommagement est de type ductile avec un grand nombre de zones de décohésion intergranulaire, figure 4.20. L'état A1200-L500,25%-R700 est donc sensible à l'endommagement intergranulaire dès 1.10^{-5} s^{-1} . Ce mode d'endommagement n'est donc pas lié à un problème de vieillissement métallurgique aux temps longs (> 857 heures) à 650°C . La microstructure est sensible dès le début.

Il est donc possible de reproduire l'endommagement intergranulaire, observé en fluage, plus rapidement, à partir d'essais de traction lente. En effet, il est nécessaire d'effectuer un essai de fluage à 650°C pendant au minimum 857 heures soit près d'un mois pour observer ce mode d'endommagement alors qu'il faut une journée en traction lente.

A titre de perspective, il serait intéressant de vérifier si c'est également le cas pour tous les autres états métallurgiques sensibles à l'endommagement intergranulaire sous sollicitations de fluage.

Comme le faciès de rupture est très peu oxydé, comparé à ceux des éprouvettes de fluage, il est possible de voir une certaine ductilité au niveau des zones de décohésion intergranulaire. En effet, aux joints dont la taille semble équivalant à celle des ex-grains d'austénite⁴, des cupules sont observées avec, à l'intérieur, un ou plusieurs précipités M_{23}C_6 (d'après les pointés de microanalyse effectués).

4. Il faudrait effectuer une cartographie EBSD pour valider cette hypothèse.

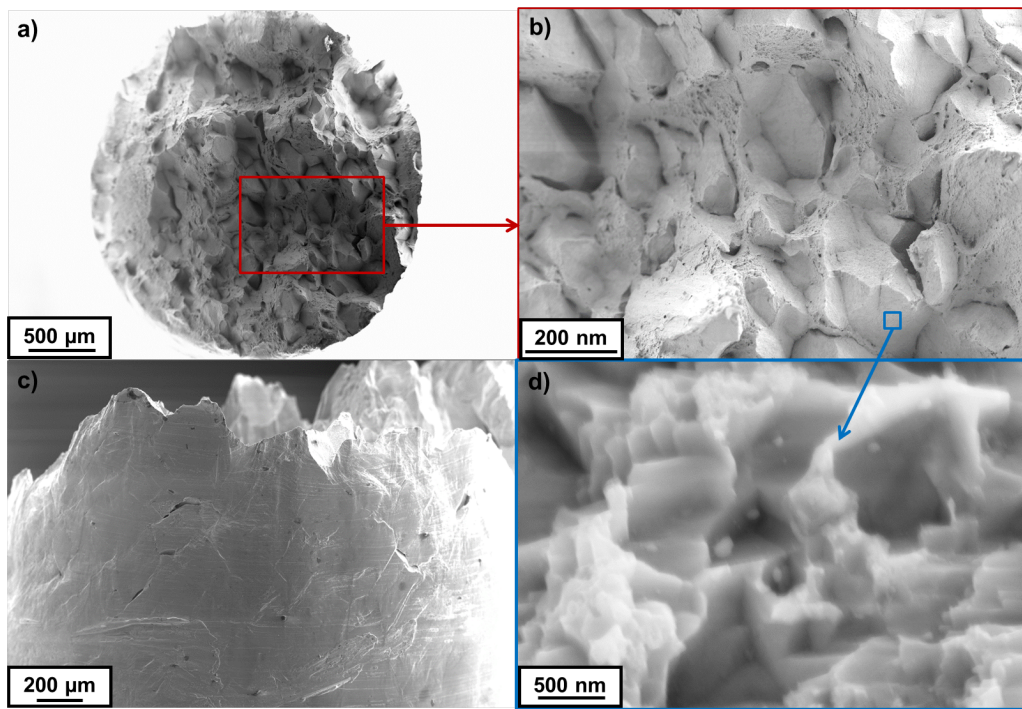


Figure 4.20 – Faciès de rupture et fût de l'état A1200-L500,25%-R700, sollicité à 1.10^{-5} s^{-1} et à 650°C .

Influence de l'environnement

Pour tous les essais de fluage sous air, présentant de l'endommagement intergranulaire, la plupart des fissures sont proches de la surface. Afin de voir si l'environnement a une influence sur la sensibilité à l'endommagement intergranulaire, un essai de fluage de l'état A1200-L500,25%-R700 a été réalisé sous-vide secondaire à 650°C et à 170 MPa. Bien que cet essai ait été interrompu avant que l'éprouvette ait rompu, suite à un problème du four, il est comparé à l'essai de fluage sous air, figure 4.21. Alors que la vitesse minimale de fluage est quasiment identique pour les deux essais, respectivement de $1.0.10^{-9} \text{ s}^{-1}$ pour l'essai de fluage sous air et de $9.4.10^{-10} \text{ s}^{-1}$ pour l'essai de fluage sous vide, l'essai de fluage sous vide a été arrêté à un temps 3 fois supérieur au temps à rupture de l'essai de fluage sous air, notamment dû à une durée de stade tertiaire plus importante.

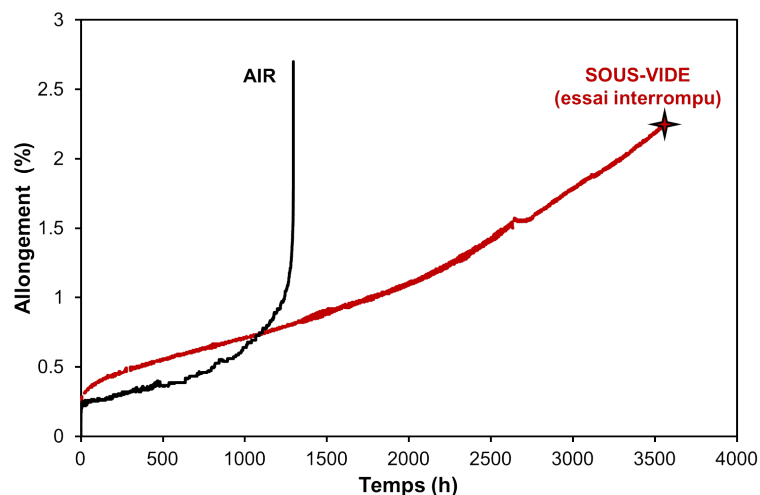


Figure 4.21 – Courbes de fluage, dont les éprouvettes ont été prélevées dans la direction de laminage, de l'état A1200-L500,25%-R700, sollicités à 170 MPa et à 650°C , sous air et sous vide.

D'autre part, de la profilométrie a été réalisée sur l'éprouvette de fluage sous vide. Bien qu'elle se soit déformée de 2,6%, il n'a pas été observé de striction notable de l'éprouvette. De plus, pour les deux éprouvettes (fluage sous air et sous vide), des cavités aux joints d'ex-grains d'austénite sont observées, figure 4.22-a et figure

4.22-b, laissant présager un mode d'endommagement intergranulaire de l'éprouvette de fluage sous vide (si elle avait été testée jusqu'à la rupture). L'étude d'une cavité de fluage, issue de l'éprouvette ayant flué sous vide, formée à un joint triple (identifié à partir de l'analyse chimique EDS des précipités $M_{23}C_6$ le constituant et d'après la localisation des cavités formant un grain de taille apparente à un ex-grain d'austénite), figure 4.22-c et figure 4.22-d, montre une certaine rugosité (des analyses chimiques EDS indiquent cette rugosité est de la matrice et non pas des $M_{23}C_6$). De plus, des précipités $M_{23}C_6$ (analysés par pointé EDS, qui apparaissent en blanc sur les images, figures 4.22-c et 4.22-d) sont observés à l'intérieur de la cavité. Il semblerait donc que le mode d'endommagement intergranulaire en fluage à 650°C soit dû à la concentration de lacunes et donc de cavités, ainsi que leur coalescence, de part et d'autre des joints des ex-grains d'austénite ou à une incompatibilité de déformation entre la zone du joint de grains et les carbures (en grande densité). L'environnement n'aurait donc pas d'effet évident sur la vitesse minimale de fluage et sur le mode d'endommagement intergranulaire mais il agirait plutôt sur la durée du stade tertiaire et donc sur le temps à rupture de l'éprouvette dans ce stade.

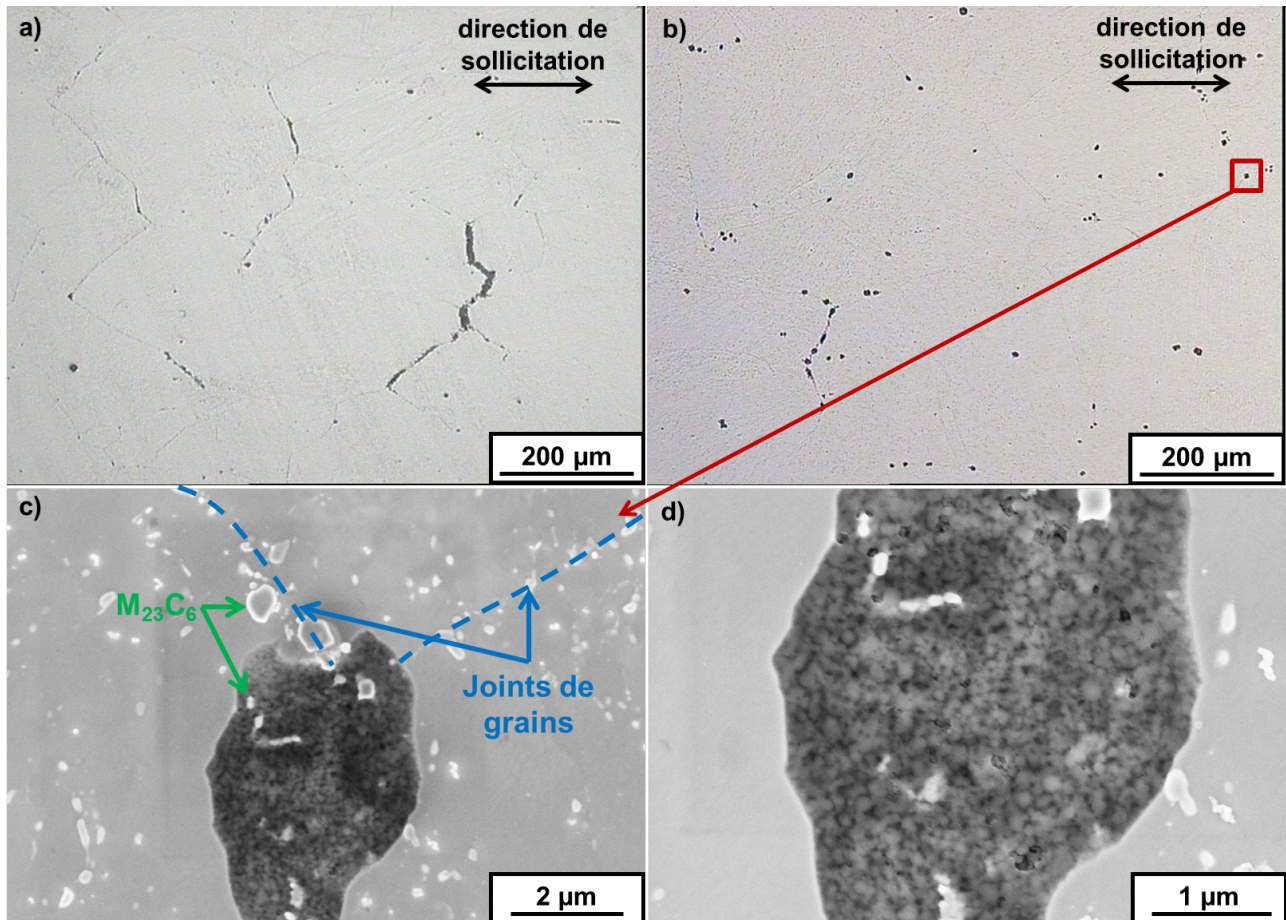


Figure 4.22 – Observations au microscope optique (a, b), d'une coupe longitudinale des éprouvettes de l'état A1200-L500,25%-R700 ayant flué à 170 MPa et 650°C a) sous air ($t_{rupture} = 1295$ heures) et b) sous vide ($t_{interrompu} = 3592$ heures), au MEB en électrons secondaires c) et d) d'une cavité de l'éprouvette ayant flué sous vide.

4.2.5 Comparaison avec les données de la littérature

Les différentes données de fluage collectées sur tous les états métallurgiques étudiés au cours de cette thèse sont comparées aux données de Haney qui a synthétisé de nombreuses données sur le fluage de l'acier de Grade 91 [Haney et al., 2009].

Relation entre la vitesse minimale de fluage et le temps à rupture

La vitesse minimale de fluage peut être reliée au temps à rupture en fluage puisque d'après Monkman-Grant, le produit de ces deux grandeurs est constant à iso-mécanismes de déformation et de rupture (T, σ), équation 4.2.2 [Monkman and Grant, 1956]. Haney et al. ont montré que les aciers de Grade 91 vérifiaient cette relation

pour une température de fluage comprise entre 500°C et 625°C et une large gamme de temps à rupture (3.10^{-2} à 2.10^5 heures) [Haney et al., 2009].

$$\dot{\epsilon}_{minimale}^{\alpha} \cdot t_{rupture} = B \quad (4.2.2)$$

avec :

- $\dot{\epsilon}_{minimale}$, la vitesse minimale de fluage (s^{-1}),
- α , un paramètre égal à 0,93 pour le Grade 91 [Haney et al., 2009],
- $t_{rupture}$, le temps à rupture (h),
- B, la constante de Monkman-Grant ($h.s^{-\alpha}$) égale à $3,9.10^{-5} h.s^{-0,93}$ d'après Haney et al. [Haney et al., 2009].

Les valeurs expérimentales obtenues à 650°C sur les différents états métallurgiques de cette thèse ont été reportées dans le graphique représentant la vitesse minimale de fluage en fonction du temps à rupture avec les données de Haney et al. et de Palaparti et al., figure 4.23 [Haney et al., 2009], [Palaparti et al., 2013].

A part l'état de référence (qui vérifie parfaitement la relation établie par Haney et al. et les données de Palaparti et al., montrant qu'il est possible d'extrapoler cette relation pour des températures de fluage supérieures à 625°C), tous les états métallurgiques de cette thèse présentent, pour une vitesse donnée, un temps à rupture en fluage inférieur à celui attendu d'après la relation identifiée par Haney et al. [Haney et al., 2009], [Palaparti et al., 2013]. Cela n'est pas de bon augure vis-à-vis de l'optimisation des propriétés de fluage. Cependant, de nombreux états métallurgiques vérifient la relation identifiée par Haney et al. (avec $\alpha = 0,93$ et $B = (3,9 \pm 2).10^{-5} h.s^{-0,93}$, à un facteur près (zone comprise entre les droites en pointillés gris). Mais, plusieurs états ne la vérifient pas. Il s'agit des états austénitisés à 1150°C ou 1200°C, non laminés ou laminés de 25% de réduction en épaisseur et revenus à 700°C, de l'état austénitisé à 1200°C, laminé de 50% de réduction en épaisseur et revenu à 700°C et de l'état austénitisé à 1200°C, revenu à 780°C. Alors que pour l'état A1200-L600,50%-R700 les deux éprouvettes L et T ne respectent pas la relation de Monkman-Grant pour l'état A1200-L500,25%-R700, seul l'éprouvette prélevée dans la direction travers ne la vérifie pas. Enfin, il sera remarqué que la majorité d'états métallurgiques sensibles à l'endommagement intergranulaire (entourés en noir sur la figure 4.23) ne vérifie pas la relation identifiée par Haney et al. [Haney et al., 2009].

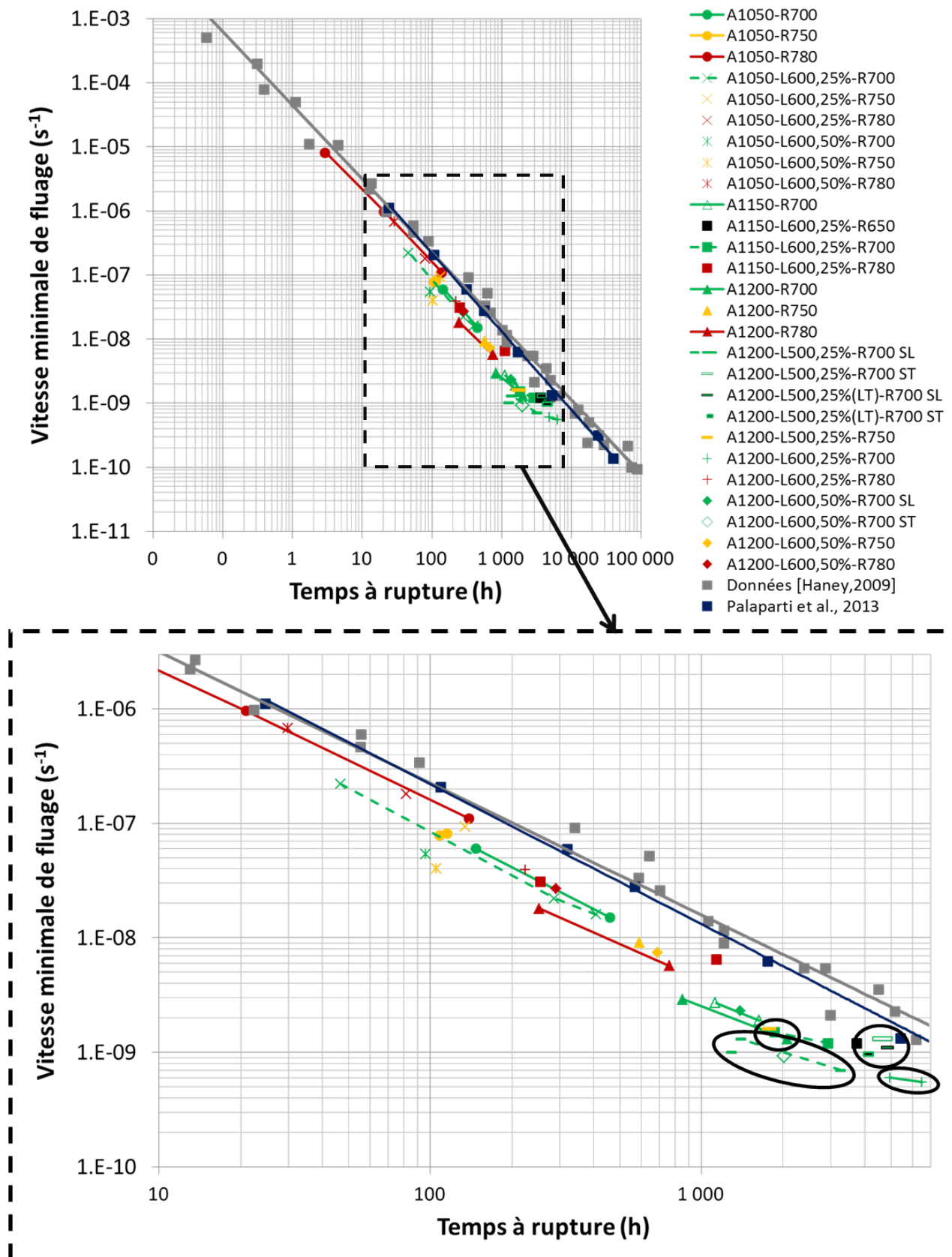


Figure 4.23 – Vitesse minimale de fluage en fonction du temps à rupture pour chaque état métallurgique de cette thèse ayant flué à 650°C, comparée aux données de Haney et al. entre 500°C et 625°C et de Palaparti et al. à 650°C [Haney et al., 2009], [Palaparti et al., 2013].

Les traits en pointillés représentent l'incertitude sur la constante de Monkman-Grant de $2.10^{-5} \text{ h.s}^{-0,93}$.

Les cercles indiquent les états métallurgiques présentant de l'endommagement intergranulaire.

Loi d'écoulement en fluage

En utilisant l'équation de Norton, on tente de relier la vitesse minimale de fluage à la contrainte, équation 4.2.3.

$$\dot{\epsilon}_{minimale} = A \cdot \sigma^n \quad (4.2.3)$$

avec :

- $\dot{\epsilon}_{minimale}$, la vitesse minimale de fluage (s^{-1}),
- A , un facteur, thermiquement activée ($MPa^{-n} \cdot h^{-1}$),
- σ , la contrainte de fluage (MPa)
- n , l'exposant de Norton, dépendant de la température.

Pour des températures de 500°C, 600°C et 625°C, Haney et al. ont identifié un exposant de Norton pour un fluage à basses contraintes et un fluage à hautes contraintes pour le Grade 91 [Haney et al., 2009]. Palaparti et al. ont fait de même pour une température de 650°C. Les valeurs sont reportées dans le tableau 4.8. L'exposant de Norton du régime de fluage à hautes contraintes diminue avec l'augmentation de la température d'essai. Cela est sûrement dû à la diminution des contraintes internes de l'acier.

Température (°C)	Exposant de Norton		Changement de régime (MPa)
	Hautes contraintes	Basses contraintes	
500	18,6	3,0	170 - 200
600	11,9	0,78	70 - 100
625	10,7	1,7	50 - 90
650	9,9	4,8	55

Tableau 4.8 – Exposants de Norton, pour des essais de fluage à basses et hautes contraintes, identifiés par Haney et al. pour les températures de 500°C, 600°C et 625°C et par Palaparti et al. à 650°C [Haney et al., 2009], [Palaparti et al., 2013].

Pour une température d'essai de 650°C, Palaparti et al. trouvent donc un changement de régime de fluage de hautes à basses contraintes, à une contrainte de 55 MPa pour un acier de Grade 91 [Palaparti et al., 2013]. Pour les états métallurgiques, la vitesse minimale de fluage est représentée en fonction de la contrainte, figure 4.24.

De plus, pour les états métallurgiques où deux essais de fluage ont été réalisés pour des contraintes différentes, l'exposant de Norton a été estimé (avec seulement deux ou trois points d'où une certaine incertitude sur ces estimations). Les valeurs sont données sur la figure 4.24. Hormis pour les états A1050-R780 et A1050-L600,25%-R700 où l'exposant de Norton correspond à du fluage à haute contrainte, tous les autres états métallurgiques ont un exposant de Norton compris entre 0,8 et 6 et semblent correspondre à un changement de régime de fluage ou à du fluage à basse contrainte.

Ces très grandes différences de coefficients de Norton peuvent être dues aux incertitudes sur la vitesse minimale de fluage mais surtout à un nombre d'essais limités (2 ou 3 niveaux de contraintes) pris en compte pour déterminer l'exposant de Norton.

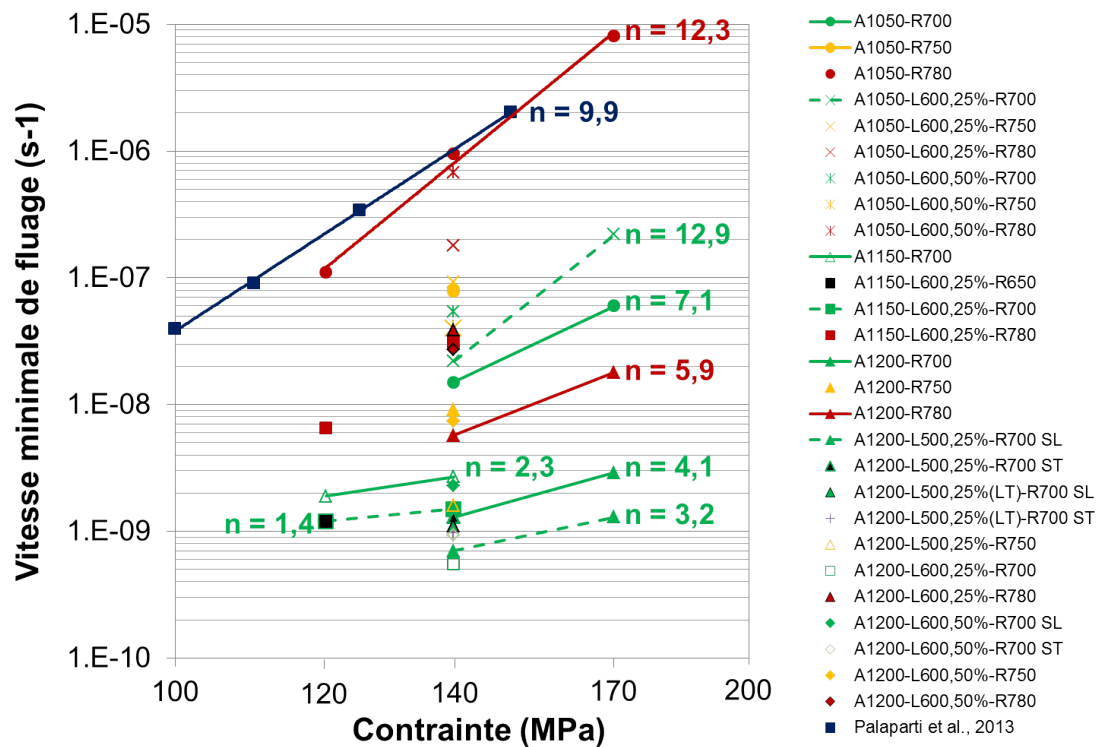


Figure 4.24 – Vitesse minimale de fluage à 650°C en fonction de la contrainte appliquée pour chaque état métallurgique de cette thèse comparée aux données de Palaparti et al., pour le fluage à haute contrainte [Palaparti et al., 2013].

4.2.6 Sensibilité de la ductilité en fonction de la vitesse minimale de fluage

La réduction d'aire à rupture (striction) est représentée en fonction de la vitesse minimale de fluage de tous les états métallurgiques et elle est comparée aux données de Haney et al., figure 4.25 [Haney et al., 2009]. Il semblerait que nos données et celles recueillies par Haney convergent vers le même résultat bien que les nuances de Grade 91 soient différentes.

- si la vitesse minimale de fluage est supérieure à $1.10^{-8} s^{-1}$, la striction est élevée ($\geq 80\%$), le mode de rupture est ductile,
- si la vitesse minimale de fluage est inférieure à $1.10^{-9} s^{-1}$, le facteur de striction est faible ($\leq 20\%$), le mode de rupture est intergranulaire,
- si la vitesse minimale de fluage est comprise entre $1.10^{-8} s^{-1}$ et $1.10^{-9} s^{-1}$, le facteur de striction est compris entre 20 et 70%, le mode de rupture est mixte.

D'après ces données l'endommagement intergranulaire en fluage semble donc être associé à une faible vitesse minimale de fluage, typiquement de $1.10^{-9} s^{-1}$, à 650°C, pour l'acier de Grade 91. Cependant, pour l'état A1200-L500,25%-R700 de l'endommagement intergranulaire a été observé pour une vitesse de déformation de $1.10^{-5} s^{-1}$ à 650°C (traction lente). Il semblerait donc que, dans notre cas, l'endommagement intergranulaire ne soit pas simplement lié à la vitesse de déformation.

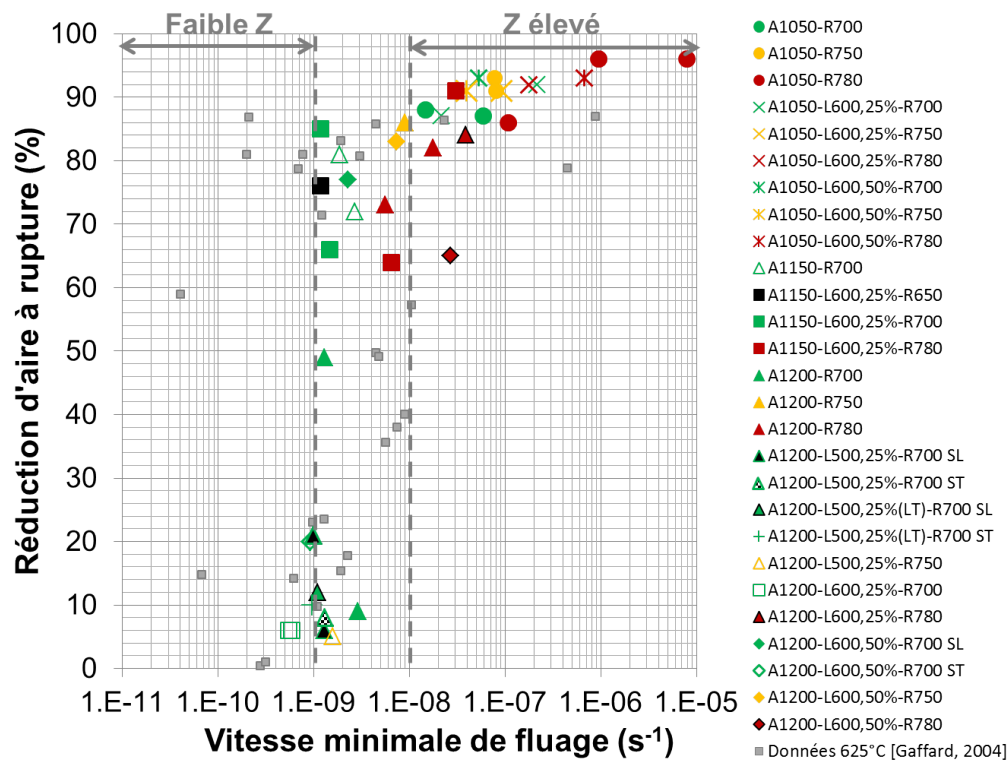


Figure 4.25 – Réduction d'aire en fonction de la vitesse minimale de fluage.

4.2.7 Évolution de la microstructure après sollicitation de fluage

Tous les paramètres microstructuraux n'ont pas été étudiés sur les éprouvettes ayant flué. L'attention s'est portée sur les lattes de martensite de quelques états métallurgiques et sur la précipitation, notamment la stabilité des précipités intragranulaires M_2X puisque la taille des ex-grains d'austénite et des "blocs" est fixée au départ et n'évolue pas. Par ailleurs, en raison de la courte durée des essais de fluage, il n'est pas attendu de précipitation importante de phase de Laves. Les objectifs étaient donc de savoir si :

- le grossissement potentiel des lattes de martensite pourrait être corrélé au temps à rupture, à la vitesse minimale de fluage ou aux différents étapes du traitement thermomécanique de type austéniformage,
- les précipités M_2X , connus comme étant métastables, étaient toujours présents après sollicitation de fluage à 650°C. Pour cela, l'éprouvette de fluage de l'état A1200-L600,25%-R700 a été étudiée (à 140 MPa et à 650°C, $t_{rupture} = 6523$ heures). Il s'agit de l'état métallurgique contenant uniquement des précipités intragranulaires M_2X avant sollicitation et ayant le temps à rupture de fluage le plus élevé, comparé à tous les autres états métallurgiques (vieillessement thermique maximum).

Lattes de martensite

Selon les états métallurgiques étudiés, la largeur moyenne des lattes de martensite est augmentée d'environ 100 nm à environ 600 nm, après fluage à 650°C, sous 120 MPa, 140 MPa et 170 MPa, figure 4.26. L'état de référence, A1050-R780, présente la plus grande évolution des tailles de lattes après fluage. Il n'a pu être mis en évidence un lien entre le grossissement des lattes de martensite après fluage et le temps à rupture ou la vitesse minimale de fluage et encore moins avec la température d'austénitisation, le taux de laminage ou la température de revenu.

Ce grossissement a déjà été constaté [Cerri et al., 1998]⁵, [Orlovà et al., 1998]⁶, [Polcik et al., 1999]⁷ [Panait et al., 2010]⁸. Panait et al. observent une croissance hétérogène des sous-grains [Panait et al., 2010].

Le manque de tendance claire entre le grossissement des lattes et le temps à rupture ou la vitesse minimale de

5. Fluage à 575°C, 625°C, 650°C et de 85 à 240 MPa d'une nuance de Grade 91.

6. Fluage à 600°C, 110 MPa pendant 16 650 heures, 125 MPa pendant 9111 heures et 175 MPa pendant 386,7 heures, d'une nuance de Grade 91.

7. Fluage à 600°C, 110 MPa pendant 16 650 heures, 125 MPa pendant 9111 heures et 175 MPa pendant 386,7 heures, d'une nuance de Grade 91 et pour les temps $\frac{t}{t_{rupture}} = 0,2, 0,5, 0,7, 1,0$.

8. Fluage à 600°C et 80 MPa pendant 113 431 heures d'une nuance de Grade 91.

fluage peut être lié à une dispersion de mesures, n'entraînant pas de différences significatives entre les largeurs moyennes des lattes de martensite après fluage ou alors à un problème d'échantillonnage.

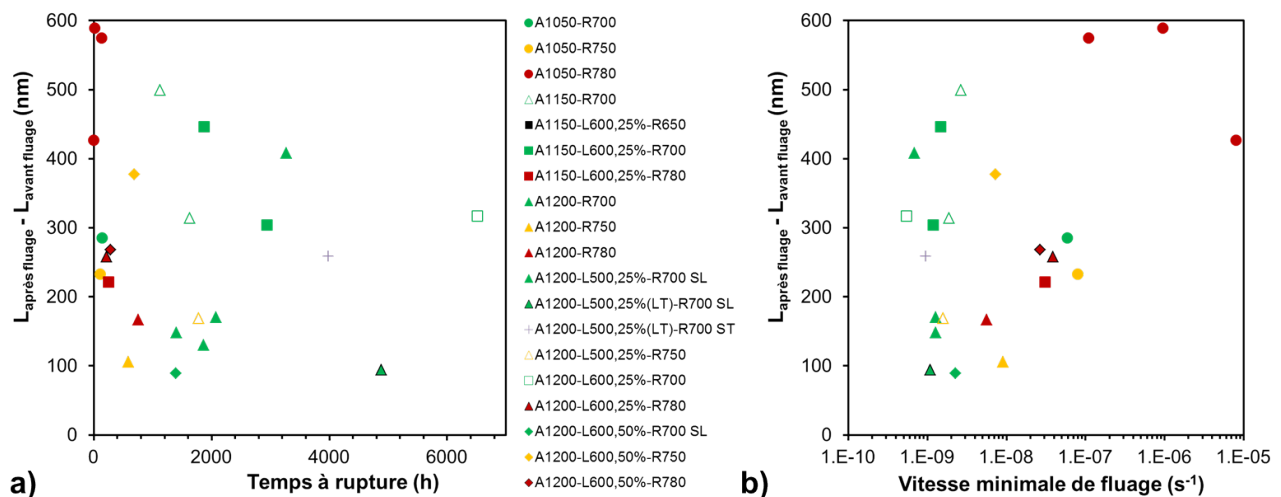


Figure 4.26 – Largeur de lattes après fluage à 650°C en fonction a) du temps à rupture et b) de la vitesse minimale de fluage.

Précipitation

La précipitation après fluage a été étudiée seulement sur l'état A1200-L600,25%-R700, sur l'éprouvette ayant flué, à 140 MPa et à 650°C, le temps le plus long ($t_{\text{rupture}} = 6523$ heures) par rapport à tous les autres états métallurgiques.

Afin de découpler l'influence du vieillissement thermique d'un potentiel effet de la contrainte sur la précipitation, une tête en plus de la partie utile de l'éprouvette de fluage a été caractérisée.

Concernant les précipités intergranulaires, il est observé un léger appauvrissement en fer des $M_{23}C_6$ au profit du chrome et du molybdène. En effet, les fractions d'éléments métalliques de ces carbures, étudiés dans la tête et la partie utile de l'éprouvette de fluage, contiennent 65% de chrome, 20% de fer et 15% de molybdène au lieu de 60% de chrome, 30% de fer et 10% de molybdène de l'état non sollicité (plus d'une vingtaine de précipités $M_{23}C_6$ ont été analysés chimiquement). Bien que cette évolution de composition chimique ne soit pas très significative, elle est cohérente avec les données de Sawada et al. qui observent également cet appauvrissement en fer des $M_{23}C_6$, après fluage à 600°C et 70 MPa, dès 10 000 heures jusqu'à 60 000 heures, d'un acier de Grade 91 [Sawada et al., 2011]. D'autre part, il semblerait que la taille de ces précipités $M_{23}C_6$ n'évolue pas significativement après vieillissement thermique et après fluage (cf. tableau 4.9).

	Etat de réception	Vieilli thermiquement	Vieilli thermiquement + contrainte appliquée
D $M_{23}C_6$ (nm)	123 ± 58	130 ± 48	147 ± 55

Tableau 4.9 – Diamètre moyen des précipités $M_{23}C_6$ de l'état A1200-L600,25%-R700, à réception, vieilli thermiquement à 650°C pendant 6253 heures avec et sans contrainte de 140 MPa, déterminé en considérant plus de 150 précipités.

Concernant les précipités intragranulaires, une évolution significative de la nature chimique de ces précipités est observée entre l'état A1200-L600,25%-R700 de départ, vieilli thermiquement et vieilli thermiquement + sollicité en fluage à 140 MPa. Le schéma, figure 4.27, illustre les proportions des précipités intragranulaires pour ces trois cas. Alors que l'état non sollicité (avant fluage) est constitué à 100% de M_2X , il est observé dans la tête de l'éprouvette, une majorité de (V,Nb)X avec quelques M_2X résiduels. Dans la partie utile de l'éprouvette, tous les M_2X ont disparu et seuls des MX sont observés. La majorité de ces MX sont des (V,Nb)X de composition chimique identique à ceux identifiés dans la tête de l'éprouvette de fluage. Cependant, on observe également des MX riches en vanadium ou riches en niobium.

Les précipités M_2X sont des précipités métastables qui tendent à se transformer en MX , précipités attendus à l'équilibre. Cette transformation n'est pas complète après un vieillissement thermique à 650°C pendant 6523 heures sauf si une contrainte (ici 140 MPa) est appliquée au cours dudit vieillissement. La multiplication et/ou le mouvement des dislocations auraient donc un effet "accélérateur" sur la précipitation.

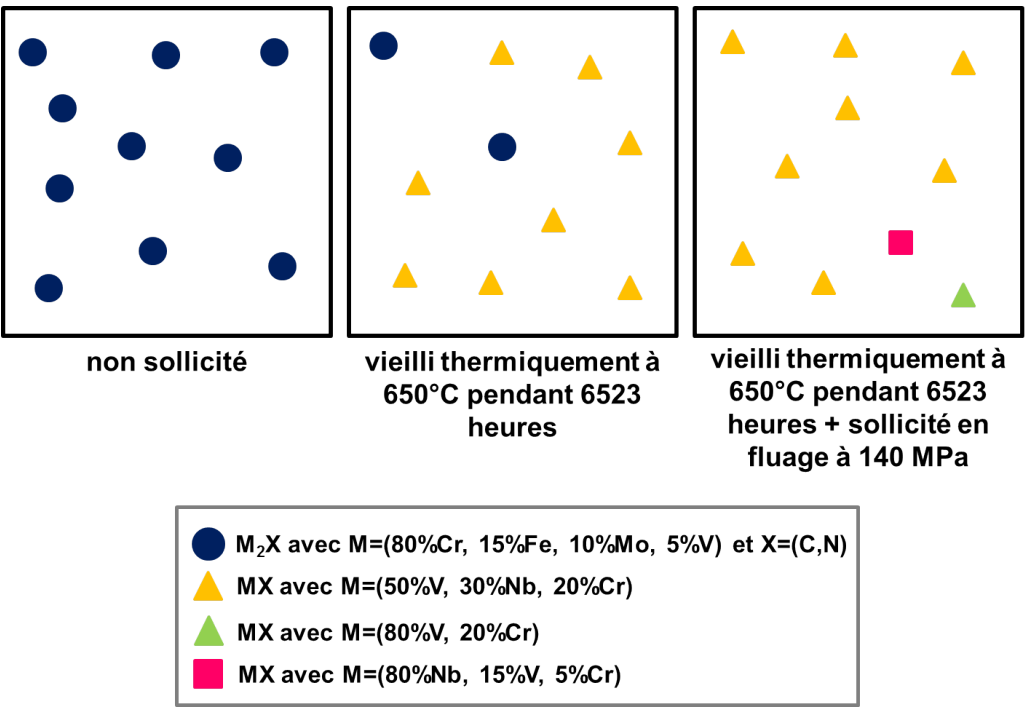


Figure 4.27 – Évolution schématique de la nature chimique des précipités intragranulaires de l'état A1200-L600,25%-R700, non sollicité, vieilli thermiquement à 6523 heures à 650°C et vieilli thermiquement + sollicité à 140 MPa. Les tailles, les formes ainsi que les fractions volumiques des précipités intragranulaires ne sont pas respectées.

Du point de vue de la taille, les précipités intragranulaires ne semblent pas évoluer significativement entre les trois cas étudiés, comme le montre le tableau 4.10. Ce résultat est cohérent avec les données de Panait et al. qui n'observent également pas d'évolution de taille des précipités intragranulaires après fluage à 600°C, sous 80 MPa pendant 113 431 heures d'une nuance de Grade 91 mais est en contradiction avec les données de Cerri et al. qui observent une croissance des précipités intragranulaires [Panait et al., 2010], [Cerri et al., 1998].

	Etat de réception	Vieilli thermiquement	Vieilli thermiquement + contrainte appliquée
D intragranulaires (nm)	18 ± 7	16 ± 4	20 ± 4

Tableau 4.10 – Diamètre moyen des précipités intragranulaires de l'état A1200-L600,25%-R700, à réception, vieilli thermiquement à 650°C pendant 6253 heures avec et sans contrainte de 140 MPa, déterminé à partir de la mesure d'une centaine de précipités.

Nos observations ne permettent cependant pas de trancher sur le mécanisme de transformation $M_2X \rightarrow MX$.

4.2.8 Bilan sur les propriétés de fluage à 650°C (temps courts)

- **Influence des différents paramètres du traitement thermomécanique de type "austéniformage"**

L'influence des différentes étapes du traitement thermomécanique de type "austéniformage" a été étudiée sur les propriétés de fluage à 140 MPa et à 650°C. Pour les éprouvettes prélevées dans le sens de laminage :

- **une augmentation de la température d'austénitisation de 1050°C à 1200°C** a pour effet d'augmenter le temps à rupture et de diminuer la vitesse minimale de fluage. Microstructuralement, cette évolution pourrait être reliée à la fraction volumique plus importante des précipités intragranulaires des états austénitisés à 1200°C qu'à 1050°C, ceux-ci jouant alors un rôle d'épinglage/freinage du mouvement des dislocations.
- **l'application d'une étape de laminage a un effet complexe sur la résistance au fluage.** Suivant la température d'austénitisation préalable et de revenu ultérieur au laminage, les effets ne sont pas les mêmes.
- **une augmentation de la température de revenu de 700°C à 780°C** a pour effet de diminuer le temps à rupture et d'augmenter la vitesse minimale de fluage. Cette tendance peut être reliée à l'augmentation du diamètre moyen et à la diminution de la fraction volumique des précipités intragranulaires conduisant à faciliter le contournement des précipités par les dislocations. De plus, ceci pourrait être dû à une quantité plus faible de dislocations dans les états faiblement revenus à 780°C.

D'autre part, l'influence du sens de prélèvement des éprouvettes a été étudiée (sens de laminage et sens travers long). Alors que pour les états laminés de 25% (A1200-L500,25%-R700 et A1200-L500,25%(LT)-R700), il n'est pas observé de différence significative de résistance au fluage entre les deux sens de prélèvement des éprouvettes, pour l'état A1200-L600,50%-R700, il semblerait que les propriétés de fluage soient anisotropes : le temps à rupture est plus élevé et la vitesse minimale de fluage est plus faible pour l'éprouvette prélevée dans le sens travers long que pour celle prélevée dans le sens de laminage.

- **Endommagement intergranulaire**

Certains états austénitisés à 1200°C, laminés ou non et revenus à 700°C ou 750°C présentent un stade tertiaire très limité, une faible striction à rupture et un endommagement de type ductile-intergranulaire, confirmée au MEB-EBSD par l'observation d'une fissure secondaire.

Ce mode d'endommagement ne semble pas être dû aux phases de Laves, non observées au niveau des joints d'ex-grains d'austénite pour ces essais courts. Cet endommagement ductile-intergranulaire pourrait être dû à un regroupement de cavités aux joints des ex-grains d'austénite ou à une incompatibilité de déformation entre les sous-grains adjacents de part et d'autre du joint de grains et /ou à un effet additionnel endommageant des carbures, particulièrement nombreux et de taille plus grossière dans ces zones.

Pour l'état A1200-L500,25%-R700, ce mode d'endommagement peut être reproduit à partir d'un essai de traction lente, à une vitesse de sollicitation de 1.10^{-5} s^{-1} , réalisé en une journée (au lieu d'un mois pour un essai de fluage).

Enfin, l'effet de l'environnement sur ce même état métallurgique (sous vide au lieu de sous air) a été étudié. L'environnement ne semble pas avoir d'impact sur la vitesse minimale de fluage ou le mode d'endommagement (intergranulaire dans les deux cas). En revanche, travailler sous vide semble avoir pour effet d'augmenter la durée du stade tertiaire et par conséquent, le temps à rupture par rapport à un essai de fluage sous air.

- **Stabilité de la microstructure après sollicitation de fluage**

L'étude de la microstructure de quelques états métallurgiques après sollicitation de fluage a montré :

- un grossissement de la largeur des lattes de martensite entre environ 100 nm et environ 600 nm après sollicitation de fluage mais ce phénomène n'a pas pu être corrélé avec le temps à rupture, la vitesse minimale de fluage ou les différents paramètres du traitement thermomécanique.
- pas de changement significatif du diamètre moyen des $M_{23}C_6$ pour les états vieillis thermiquement et/ou sollicités en fluage,
- une évolution significative de la composition chimique des précipités intragranulaires qui tendent vers une composition d'équilibre, phénomène accéléré par l'application d'une contrainte à des déformations micro-plastiques.
- l'absence d'évolution significative du diamètre moyen des précipités intragranulaires après vieillissement thermique ou sollicitation de fluage.

4.3 Fatigue oligocyclique à 550°C

Seulement trois états métallurgiques ont été étudiés en fatigue oligocyclique. Il s'agit de l'état à réception : A0150-R780 [données CEA], A1150-R700 [Cette thèse] et A1150-L600,25%-R700 [données CEA]. Les essais de fatigue⁹, dont le cycle est représenté sur la figure C.14 avec des valeurs caractéristiques, ont été effectués à 550°C, à une vitesse de déformation de $2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et en imposant une déformation totale de $\pm 0,35\%$ ($R_\epsilon = \frac{\epsilon_{\min}}{\epsilon_{\max}} = -1$). La géométrie des éprouvettes de fatigue ainsi que les méthodes de dépouillement des essais sont présentées en Annexe C.4. Alors que pour l'état de référence l'éprouvette de fatigue a été prélevée dans la direction travers long, les éprouvettes des états A1150-R700 et A1150-L600,25%-R700 ont été prélevées dans la direction de laminage. Pour l'état A1150-R700, l'essai de fatigue a été doublé car lors du premier essai l'éprouvette a rompu sous couteau avant d'avoir atteint le cycle stabilisé (en italiques dans le tableau 4.11). Le tableau 4.11 résume les valeurs caractéristiques des essais de fatigue oligocyclique.

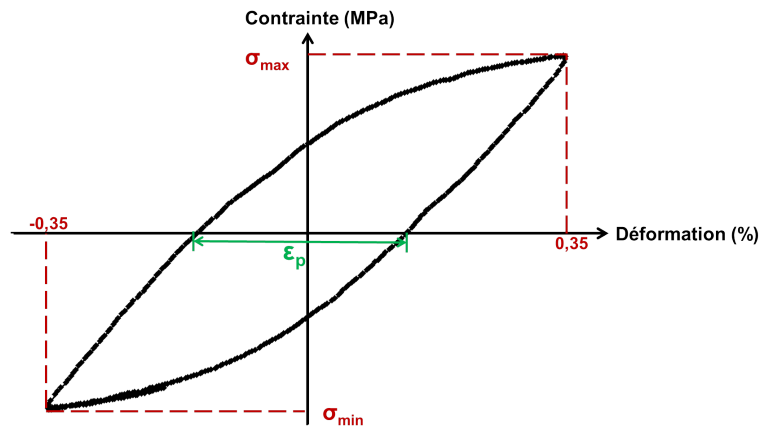


Figure 4.28 – Schéma d'un cycle de fatigue avec quelques valeurs caractéristiques.

$\sigma_{traction}$, la contrainte maximale en traction du cycle, $\sigma_{compression}$, la contrainte maximale en compression du cycle, ϵ_p , la déformation plastique du cycle.

États	$V_{\sigma_{max}}$		$N_{arrêt}$	N_{50}	$\sigma_{N_{50}/2}$ (MPa)	$1 - \frac{\sigma_{N_{50}/2}}{\sigma_{max}}$ (%)
	N	σ_{max} (MPa)				
A1050-R780	1	369	6819	5007	282	25
A1150-R700	<i>2</i>	<i>518</i>	<i>3197</i>	<i>non atteint</i>	/	
	2	523	8635	5221	405	23
A1150-L600,25%-R700	3	503	7677	7359	435	14

Tableau 4.11 – Valeurs caractéristiques des essais de fatigue olygocyclique, à 550°C et à $\Delta\epsilon_p = 0,7\%$, des états A1050-R780, A1150-R700 et A1150-L600,25%-R700.

avec :

- $V_{\sigma_{max}}$, les valeurs expérimentales à contrainte maximale où N est le numéro du cycle où la contrainte en traction est maximale, et σ_{max} , la valeur maximale de la contrainte en traction sur l'ensemble de l'essai,
- $N_{arrêt}$, le cycle où l'essai a été arrêté. Pour tous ces essais, $N_{arrêt}$ est également le cycle où la rupture a lieu.
- N_{50} , le cycle où la contrainte en traction a chuté de 50% par rapport à la contrainte maximale en traction obtenue au cours de l'essai,
- $\sigma_{N_{50}/2}$ est la contrainte au cycle stabilisé pris conventionnellement comme $\frac{N_{50}}{2}$.

9. Essais réalisés par Christel Caës (CEA/DMN/SRMA)

4.3.1 Comparaison des cycles 2 et N_{50}

Pour les trois états métallurgiques, le deuxième cycle et le cycle N_{50} sont représentés sur la figure 4.29. Il est observé une diminution de la contrainte en traction et en compression entre le cycle 2 et le cycle N_{50} (du fait de l'adoucissement cyclique, détaillé par la suite), plus importante pour l'état A1150-R700 que l'état A1150-L600,25%-R700 ainsi qu'une augmentation de la déformation plastique cumulée. Tous les états métallurgiques atteignent donc un état de "rochet élastoplastique" : la déformation plastique augmente sans cesse, entraînant la dégradation du matériau et un nombre de cycles limité.

L'application d'un traitement thermique différent du traitement conventionnel (austénitisation plus élevée et revenu plus faible) ou d'une étape de laminage en phase austénitique métastable ne semble pas endiguer ce problème.

De plus, la figure 4.29-b montre qu'au cycle N_{50} , chaque état métallurgique comporte des dommages macroscopiques (partie en compression du cycle distordue).

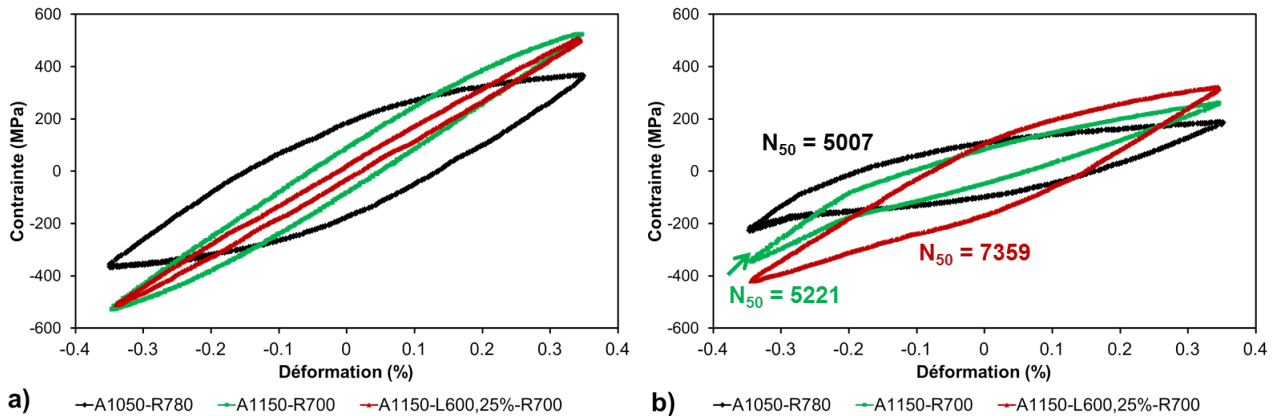


Figure 4.29 – Cycles de fatigue des trois états métallurgiques : A1050-R780, A1150-R700 et A1150-L600,25%-R700, a) Cycle n°2 et b) Cycle N_{50} .

4.3.2 Comparaison des différentes contraintes en fonction du nombre de cycles et de la déformation plastique cumulée

La contrainte extrême par cycle en traction, en compression et la contrainte moyenne (moyenne de la contrainte de traction et de compression) de chaque cycle sont données en fonction du nombre de cycles sur la figure 4.30. La contrainte en traction de chaque cycle normalisée par σ_{max} est représentée en fonction du nombre de cycles et de la déformation plastique cumulée sur la figure 4.31-a et sur la figure 4.31-b. L'influence de l'étape d'austénitisation ne peut être découplée de celle de l'étape du revenu car l'état A1150-R700 possède à la fois une température d'austénitisation et une température de revenu différentes de celles de l'état de référence : A1050-R780.

Pour tous les états métallurgiques, la contrainte moyenne est proche de 0 MPa (inférieure à ± 5 MPa) jusqu'au cycle où l'éprouvette commence à fissurer macroscopiquement (où il est observé une chute de la contrainte de traction et de compression). Elle devient alors négative et peut atteindre environ -150 MPa. Pour tous les états métallurgiques, les cycles de fatigue sont donc symétriques jusqu'à la fissuration de l'éprouvette.

D'après le tableau 4.11 et la figure 4.31, l'application d'un traitement thermique avec une température d'austénitisation plus élevée et une température de revenu plus basse que l'état de référence ne semble pas avoir d'effet sur l'adoucissement cyclique puisque la perte de résistance mécanique au cycle stabilisé ($\frac{N_{50}}{2}$) est d'environ 25% pour ces deux états métallurgiques.

De plus, le nombre de cycles à rupture ou la déformation plastique cumulée (somme des déformations plastiques (ϵ_p) de chaque cycle) à rupture sont sensiblement les mêmes pour ces deux états. Cependant, la résistance mécanique de l'état A1150-R700 est plus élevée à 550°C que celle de l'état A1050-R780. Ainsi, pour chaque cycle, la contrainte en traction de l'état A1150-R700 reste supérieure à celle de l'état A1050-R780, figure 4.30. L'état de précipitation (précipités plus fins ou fraction volumique plus importante) ne semble pas avoir d'impact sur l'adoucissement cyclique.

Si les états A1150-R700 et A1150-L600,25%-R700 sont comparés, il semblerait que l'application d'un laminage en phase austénitique métastable de 25% limite l'adoucissement cyclique. En effet, la perte de résistance en traction au cycle stabilisé ($\frac{N_{50}}{2}$) est seulement de 14% par rapport à la contrainte en traction maximale alors qu'elle est quasiment doublée pour un état non laminé (cf. tableau 4.11 et figure 4.31). Ces observations peuvent

être liées à la densité de dislocations plus élevée dans l'état laminé que dans l'état non laminé. De plus, l'état A1150-L600,25%-R700 présente une fissuration plus tardive en termes de cycles de fatigue et plus brutale que l'état non laminé, figure 4.31-a. Cependant, il rompt plus rapidement en termes de déformation plastique cumulée que l'état A1150-R700, du fait de sa plus grande résistance mécanique, due à l'introduction de dislocations en phase austénitique métastable.

Enfin, on remarque que les essais des états A1150-R700 sont très reproductibles. Les courbes de ces deux essais se superposent, figure 4.30 et figure 4.31.

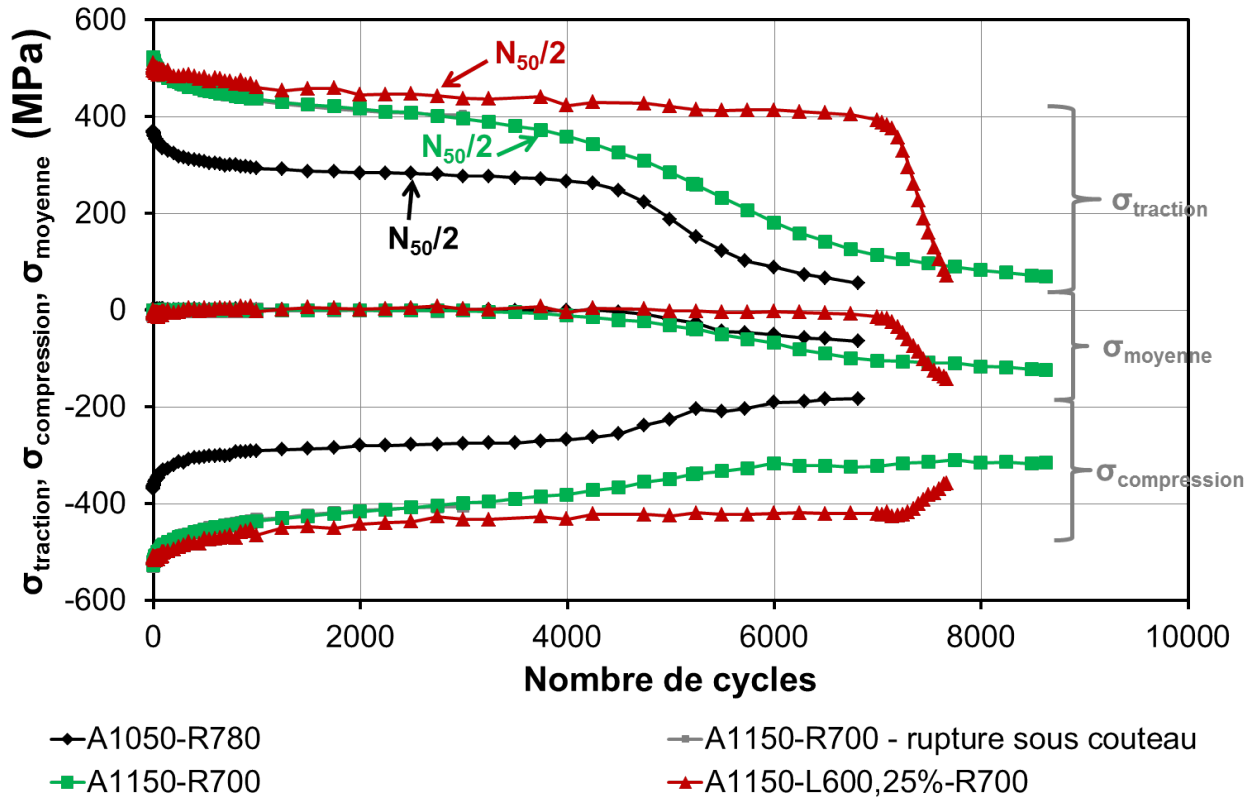


Figure 4.30 – Contrainte en traction, en compression et moyenne en fonction du nombre de cycles pour les états A1050-R780, A1150-R700 et A1150-L600,25%-R700. Pour chaque état métallurgique, lorsqu'il a pu être atteint avant la rupture de l'éprouvette, le cycle stabilisé est indiqué par la notation : $N_{50/2}$.

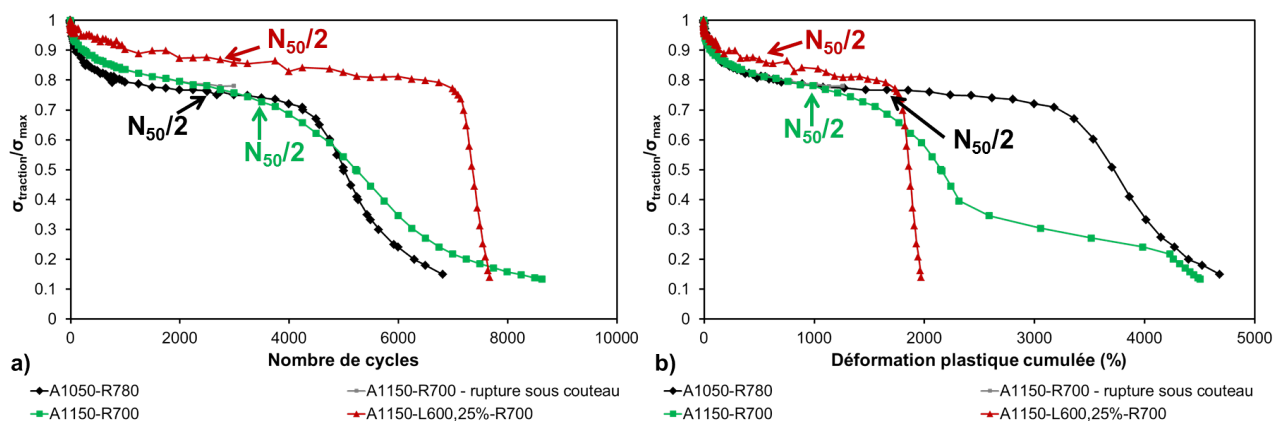


Figure 4.31 – Contrainte maximale en traction de chaque cycle normalisée par la contrainte maximale (sur l'ensemble de l'essai) a) en fonction du nombre de cycles et b) en fonction de la déformation plastique cumulée pour les états A1050-R780, A1150-R700 et A1150-L600,25%-R700.

4.3.3 Analyses des boucles de fatigue - Lien entre la nature de l'écrouissage et la microstructure

La microstructure, après sollicitation de fatigue oligocyclique n'a pas été étudiée. Afin d'identifier les paramètres microstructuraux responsables de la contrainte (moyenne) mesurée et de l'adoucissement cyclique, les contributions isotrope (R), cinématique (X) et visqueuse à la contrainte d'écoulement (σ_v) de chaque état métallurgique ont été évaluées à partir du comportement macroscopique, selon la méthode statistique proposée par Cottrell [Cottrell, 1953] et reprise par Fournier et al. [Fournier et al., 2006]. A partir d'un repérage rigoureux de la partie linéaire de chaque phase de déchargement en compression, il est possible de déterminer la contrainte linéaire maximale (σ_e^{max}) et la contrainte linéaire minimale (σ_e^{min}) et d'après les formules énoncées de remonter aux composants isotrope (R), cinématique (X) et visqueuse ($\sigma_{visqueuse}$), figure 4.32.

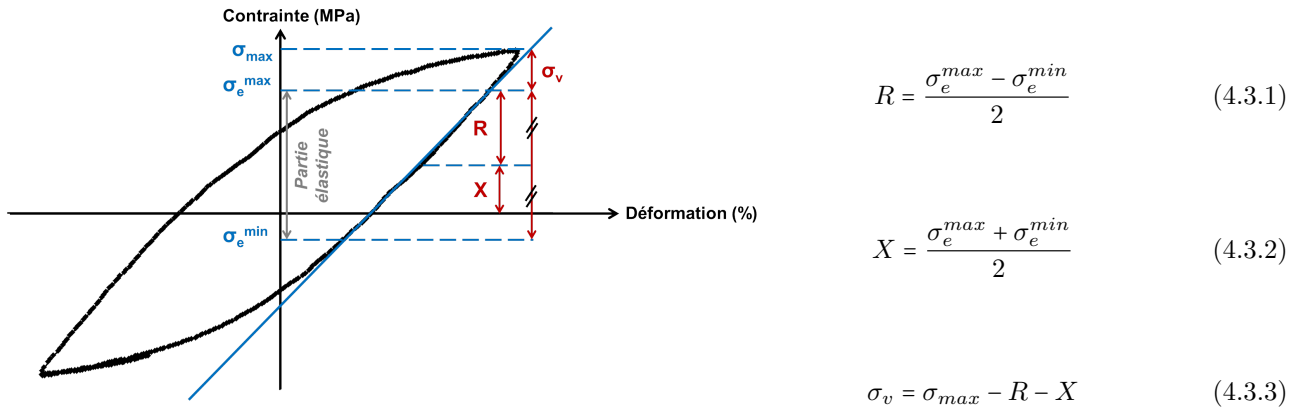


Figure 4.32 – Équations et schéma définissant les contraintes isotropes (R), cinématiques (X) et visqueuses ($\sigma_{visqueuse}$).

- **La composante isotrope et athermique, R ,** provient de l'interaction entre les dislocations mobiles et les obstacles à courte portée (distants de quelques vecteurs de Burgers) tels que les éléments en solution solide, les précipités (lorsqu'ils sont fins et en grande densité) ou les arbres de la forêt des dislocations [Fournier, 2007].
- **La composante cinématique, X ,** provient de l'interaction entre les dislocations mobiles et les obstacles à longue portée tels que les empilements de dislocations aux joints de grains, les réseaux de dislocations [Fournier, 2007],...
- **La composante visqueuse, σ_v** est liée à la température d'essai et à la vitesse de déformation. Connaissant sa valeur, il est possible de calculer le volume d'activation du mécanisme de déformation [Fournier, 2007].

La figure 4.33 représente les composantes isotrope (R), cinématique (X) et visqueuse (σ_v) en fonction de la déformation plastique cumulée ¹⁰. Alors que la composante visqueuse est quasiment constante en fonction de la déformation plastique cumulée pour tous les états métallurgiques (sauf lorsque l'éprouvette fissure) et est proche de celle identifiée par Fournier (120 à 160 MPa pour une déformation totale de 0,7%, vitesse de $2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, à 550°C), les composantes isotrope et cinématique décroissent en fonction de la déformation plastique cumulée de la même manière que la contrainte macroscopique [Fournier, 2007]. D'après ces observations, l'adoucissement cyclique serait principalement lié à la restauration des dislocations, à la croissance des sous-grains et à la coalescence des précipités, conformément aux résultats de Fournier [Fournier, 2007].

Enfin, on notera que les composantes isotrope et cinématique, des états revenus à 700°C, aux premiers cycles sont très supérieures à celles de l'état A1050-R780. Ceci semble cohérent avec le fait que les états revenus à 700°C sont moins restaurés que l'état revenu à 780°C. Cependant, du fait que les lattes de martensite de l'état A1150-L600,25%-R700 sont plus fines ($248 \pm 126 \text{ nm}$) que celles de l'état A1150-R700 ($376 \pm 212 \text{ nm}$) et que la densité de dislocations moyenne est plus élevée (du fait du laminage en phase austénitique métastable), il était attendu des composantes isotrope et cinématique plus élevée pour ce premier état.

¹⁰. Les mêmes tendances sont observées lorsque les composantes isotrope (R), cinématique (X) et visqueuse (σ_v) sont représentées en fonction du nombre de cycle. En conséquence, les figures n'ont pas été tracées.

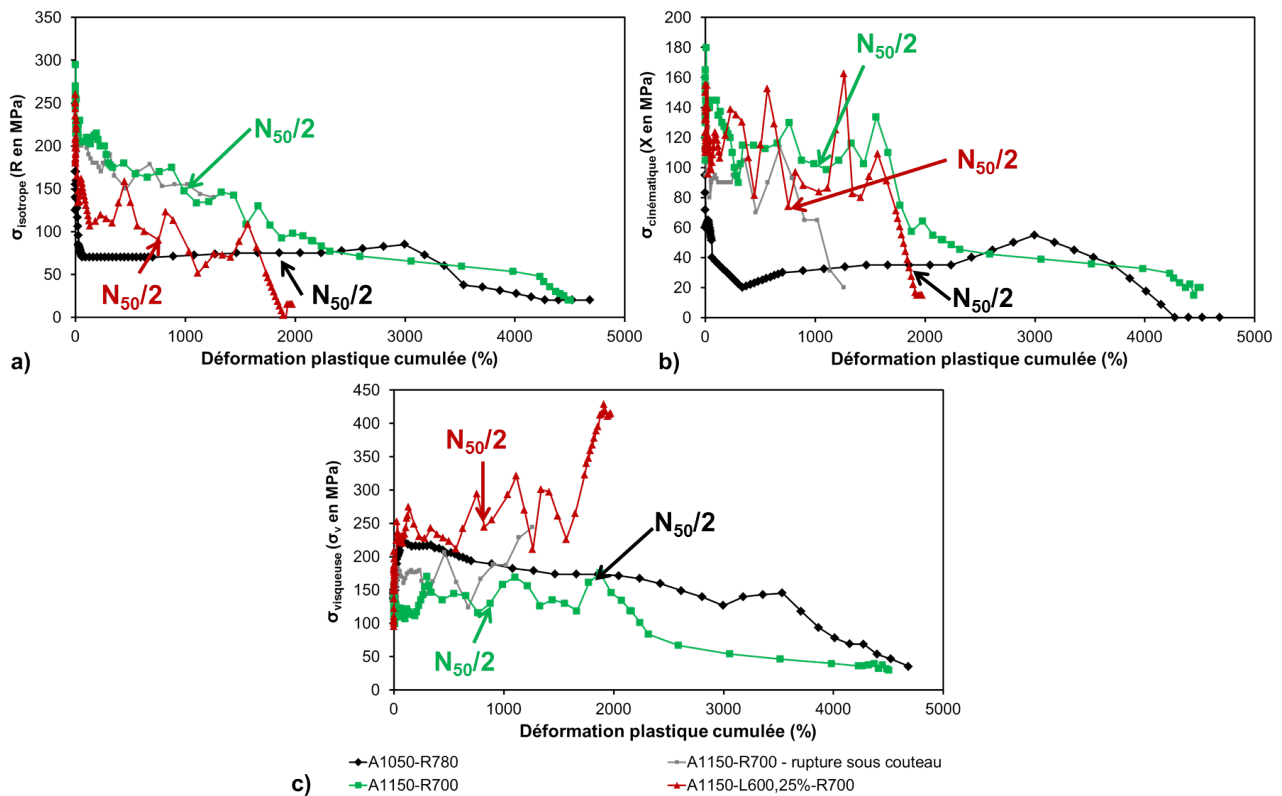


Figure 4.33 – Composantes a) isotrope, b) cinématique et c) visqueuse en fonction de la déformation plastique cumulée pour chaque état métallurgique étudié en fatigue.

L'étude des composantes isotrope et cinématique normalisées par la valeur maximale montre que :

- la diminution de la composante isotrope est plus prononcée pour les états A1050-R780 et A1150-L600,25%-R700 (diminution d'environ 60%) que pour l'état A1150-R700 (diminution de 40%). Cependant, à partir d'environ 1500% de déformation plastique cumulée, la composante isotrope normalisée de l'état A1150-R700 devient inférieure à celle de l'état A1050-R780, puisque cette dernière s'est très rapidement stabilisée, ce qui n'est pas le cas de celle de l'état A1150-R700.

Pour l'état A1150-L600,25%-R700, la forte diminution de cette composante peut être due à une forte annihilation des dislocations facilitée par une densité plus élevée dans l'état métallurgique laminé non sollicité par rapport à l'état A1150-R700. Pour l'état A1050-R780, état contenant la plus faible densité de dislocations, ces tendances observées sont difficilement explicables au vu des seules données macroscopiques.

- la diminution de la composante cinématique est également plus prononcée pour l'état A1050-R780 (diminution d'environ 70%) que pour les états A1150-R700 et A1150-L600,25%-R700 (diminution de 40%). Pour tous les états métallurgiques, il semblerait qu'un grossissement des sous-grains ou des lattes ait lieu au cours de la sollicitation. Ce phénomène serait plus important pour l'état A1050-R780 que pour les autres états et pourrait être lié à la taille plus élevée et à la fraction volumique plus faible des précipités intragranulaires qui n'épinglent plus efficacement les dislocations.

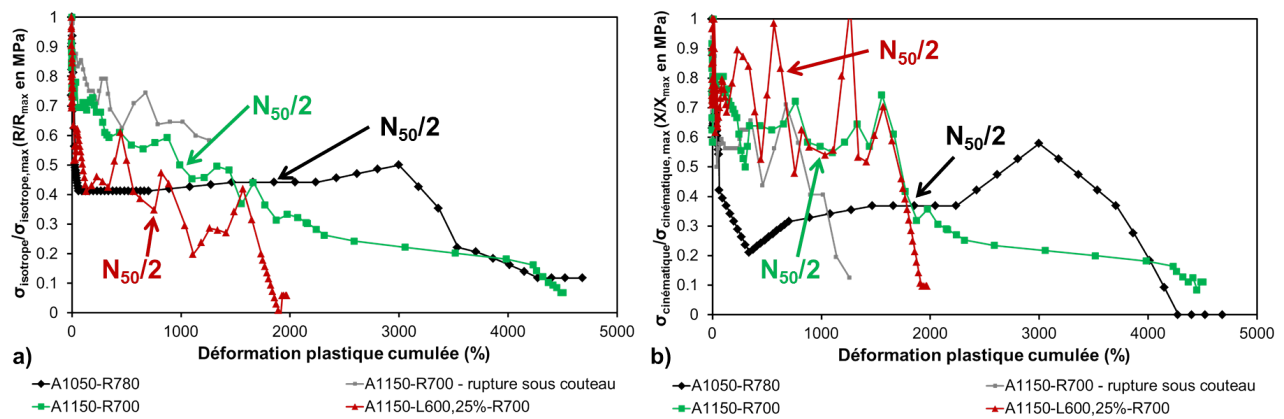


Figure 4.34 – Composantes a) isotrope normalisées par la valeur isotrope maximale et b) cinématique normalisées par la valeur cinématique maximale pour chaque état métallurgique étudié en fatigue.

Les faciès de rupture des éprouvettes ainsi que la microstructure après sollicitation cyclique n'ont pas été étudiés et on ne peut ainsi pas corroborer les interprétations développées ci-avant. Cependant, on observe que l'état "standard" A1050-R780 est l'un des moins "performants" vis-à-vis de la résistance à l'adoucissement cyclique, d'où l'intérêt de tenter de mieux optimiser les traitements thermiques, en amont, pour espérer autant que possible limiter ce problème, typique de la famille d'aciers ici étudiée.

4.3.4 Bilan sur les propriétés en fatigue à 550°C

- Les propriétés de fatigue ont été étudiées sur seulement trois états métallurgiques. Il semblerait que :
- **l'application d'un traitement thermique** (température d'austénitisation plus élevée et température de revenu plus basse que les conditions usuelles) n'a pas d'influence sur l'adoucissement cyclique. Cependant, la résistance mécanique de l'état revenu à plus basse température est plus élevée.
 - **l'application d'une étape de laminage en phase austénitique métastable** limite l'adoucissement cyclique.

L'étude des composantes isotrope, cinématique et visqueuse à la contrainte d'écoulement de chaque état métallurgique semble montrer que l'adoucissement cyclique est lié à une restauration des dislocations, un grossissement des lattes et des sous-grains, comme déjà proposé par Fournier [Fournier, 2007].

4.4 Fatigue-fluage à 550°C

Des essais de fatigue-fluage¹¹ ont été réalisés à 550°C, sur certains états métallurgiques, afin de pouvoir les comparer aux données CEA existantes et d'identifier séparément l'influence de chaque étape du traitement thermomécanique. En effet, les propriétés en fatigue-fluage de certains états métallurgiques tels que A1050-R780, A1200-L600,50%-R700 et A1200-L600,50%-R750 ont déjà été testées mais ces états ne peuvent pas être comparés entre eux de manière judicieuse puisque à la fois la température d'austénitisation et celle de revenu sont différentes. De plus, certains états ont subi une étape de laminage en phase austénitique métastable. Les états métallurgiques sollicités en fatigue-fluage avant cette thèse ([données CEA]) et pendant cette thèse sont reportés dans le tableau 4.12.

Le cycle de fatigue-fluage est représenté sur la figure 4.35 et comporte quatre phases :

- une phase de traction, où la déformation totale imposée est de + 0,35%, à 2.10^{-3} s^{-1} ,
- une phase de fluage où la contrainte atteinte à 0,35% de déformation est maintenue. Le matériau flue jusqu'à atteindre une déformation seuil en fluage, selon les états métallurgiques, de 0,25% ou 0,5% ($= \epsilon_{\text{fluage}}$). Ce choix a été fait car certains états traités thermomécaniquement n'ont jamais pu atteindre la déformation imposée de 0,5% en fluage avant la reprise de l'essai de fatigue. En effet, afin de limiter le temps des essais, il est imposé un temps maximal de 12 heures de fluage. Si la déformation voulue n'est pas atteinte au bout de ce temps, la phase de compression est activée. Ainsi, pour limiter le temps des essais, pour tous les états métallurgiques testés en fatigue-fluage au cours de ces travaux, la déformation en fluage imposée choisie a été de 0,25%. Afin de voir l'influence de la déformation en fluage, un seul état, A1200-R700 a également été déformé de 0,5%.
- une phase de compression, où la déformation imposée est de -0,35%, à 2.10^{-3} s^{-1} ,
- une phase de traction pour atteindre 0%, à 2.10^{-3} s^{-1} .

Le tableau 4.12 recense également les déformations imposées en fluage pour chaque essai. La géométrie des éprouvettes de fatigue-fluage est présentée en Annexe C.4. A l'exception de l'état "à réception" : A1050-R780, où l'éprouvette a été prélevée dans la direction travers long, pour tous les autres états métallurgiques, les éprouvettes ont été prélevées dans la direction de laminage. Enfin, les éprouvettes des états A1050-R780 et A1200-R750 ont rompu "sous couteau" et les résultats ne peuvent donc être validés en termes de durée de vie.

États métallurgiques	$\Delta\epsilon_{\text{fatigue}}$ (%)	ϵ_{fluage} (%)
A1050-R700	0,7	0,25
A1050-R780 [données CEA]		0,5
A1200-R700		0,5
A1200-R750		0,25
A1200-R780		
A1200-L500,25%-R700 ($\times 2$ dont 1 [données, CEA])		
A1200-L600,50%-R700 [données CEA]		0,5 puis 0,25 après 142 cycles
A1200-L600,50%-R750 [données CEA]		0,5 puis 0,25 après 123 cycles

Tableau 4.12 – États métallurgiques avec les conditions d'essai de fatigue-fluage à 550°C.

11. Essais réalisés par Christel Caës (CEA/DMN/SRMA)

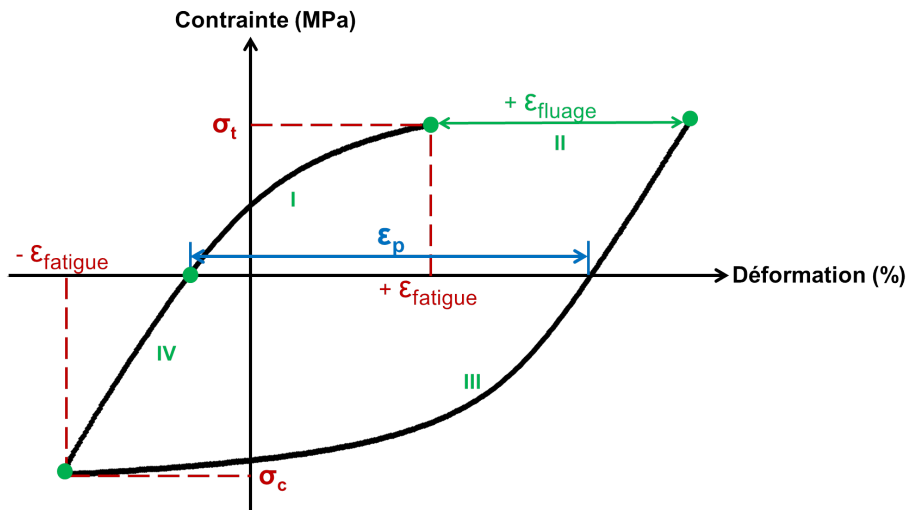


Figure 4.35 – Schéma d'un cycle courant de fatigue-fluage où $\Delta\epsilon_p$ représente la déformation (visco)plastique du cycle.

Le tableau 4.13 résume les résultats caractéristiques des essais de fatigue-fluage. La plupart des notations de ce tableau ont été définies dans le paragraphe précédent. Cependant, il reste à présenter :

- σ_t , la contrainte maximale en traction,
- $\dot{\epsilon}_{fluage}$, la vitesse minimale de fluage, obtenue au cours du maintien à la charge maximale,
- $V_{N_{50}/2}$ ou $N_{arrêt}/2$, les valeurs expérimentales au cycle dit stabilisé ($\frac{N_{50}}{2}$ ou $\frac{N_{arrêt}}{2}$).

États	$V_{\sigma max}$			$N_{arr\hat{e}t}$	N_{50}	$V_{N_{50}/2 \text{ ou } N_{arr\hat{e}t}/2}$		$\frac{1 - \sigma_{N_{50}/2 \text{ ou } N_{arr\hat{e}t}/2}}{\sigma_{max}}$
	N	σ_t (MPa)	$\dot{\epsilon}_{fluage}$ (s ⁻¹)			σ_t (MPa)	$\dot{\epsilon}_{fluage}$ (s ⁻¹)	(%)
A1050-R700	1	528	2,9.10 ⁻⁶	2001	1809	302	2,3.10 ⁻⁶	43
A1050-R780 (*)		355	6,0.10 ⁻³	767	n.a.	227	2,0.10 ⁻⁴	36
A1200-R700		529	2,8.10 ⁻⁶	142	142	307	1,6.10 ⁻⁶	42
		526	1,9.10 ⁻⁶	995	971	340	1,0.10 ⁻⁶	35
A1200-R750 (*)		433	1,6.10 ⁻⁵	443	n.a.	292	6,8.10 ⁻⁶	33
A1200-R780		382	2,8.10 ⁻⁵	2198	1846	229	8,0.10 ⁻⁶	40
A1200-L500,25%-R700		549	2,0.10 ⁻⁷	152	130	388	1,0.10 ⁻⁷	29
		552	1,0.10 ⁻⁷	159	148	369	2,0.10 ⁻⁷	33
A1200-L600,50%-R700		566	8,2.10 ⁻⁹	210	191	352	1,3.10 ⁻⁸	38
A1200-L600,50%-R750		508	2,0.10 ⁻⁸	313	227	287	4,0.10 ⁻⁸	44

Tableau 4.13 – Valeurs caractéristiques des essais de fatigue-fluage à 550°C pour les états métallurgiques étudiés. "n.a." signifie non atteint. Le symbole (*) identifie les éprouvettes ayant rompu sous couteau.

4.4.1 Influence de la déformation en fluage, ϵ_{fluage}

Afin de voir si la déformation en fluage (ϵ_{fluage}) a une influence sur la contrainte en traction, en compression et moyenne, sur le nombre de cycles à rupture et sur la déformation plastique cumulée, les deux essais de fatigue-

fluage de l'état A1200-R700 sont comparés. La déformation en fluage imposée pour l'un des essais est de 0,25% et pour l'autre essai est de 0,5%. Les différentes contraintes sont représentées en fonction du nombre de cycles sur la figure 4.36 et seule la contrainte en traction est représentée en fonction de la déformation plastique cumulée sur la figure 4.37. L'essai dont la déformation en fluage imposée est la plus élevée présente une chute plus importante de la contrainte en traction (de 20%) et en compression (de 15%) alors que la différence de contrainte du premier cycle est au maximum de 2% (contrainte en compression). Le nombre de cycles à rupture et la déformation plastique cumulée à rupture sont également diminués d'environ 85%. Ces observations sont en accord avec les données de Fournier qui constate une diminution du nombre de cycles à mi-durée de vie (N_{50}) avec l'augmentation de la déformation imposée en fluage [Fournier, 2007]. La déformation en fluage semble donc avoir un effet important sur les propriétés de fatigue-fluage. Par conséquent, l'influence des différents paramètres du traitement thermomécanique de type austéniformage sur les propriétés de fatigue-fluage ne peut être évaluée que sur des essais impliquant la même déformation en fluage imposée de 0,25% (condition de fluage pour la majorité des états métallurgiques étudiés : A1050-R700, A1200-R700, A1200-R750, A1200-R780 et A1200-L500,25%-R700).

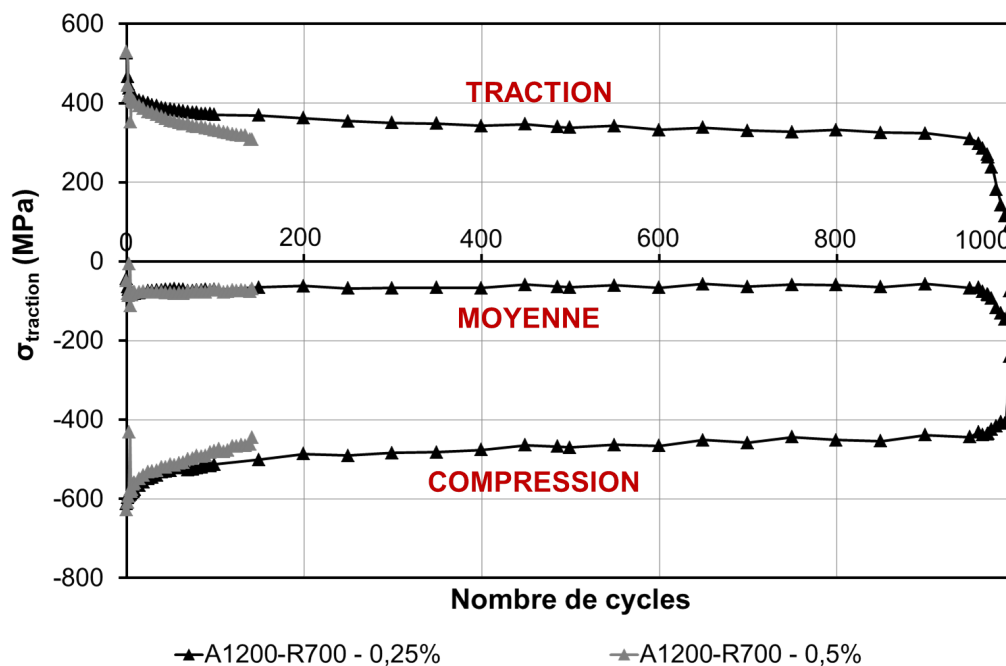


Figure 4.36 – Contraintes maximale de traction, maximale de compression et moyenne en fonction du nombre de cycles pour l'état A1200-R700 déformé en fluage de 0,25% et de 0,5%.

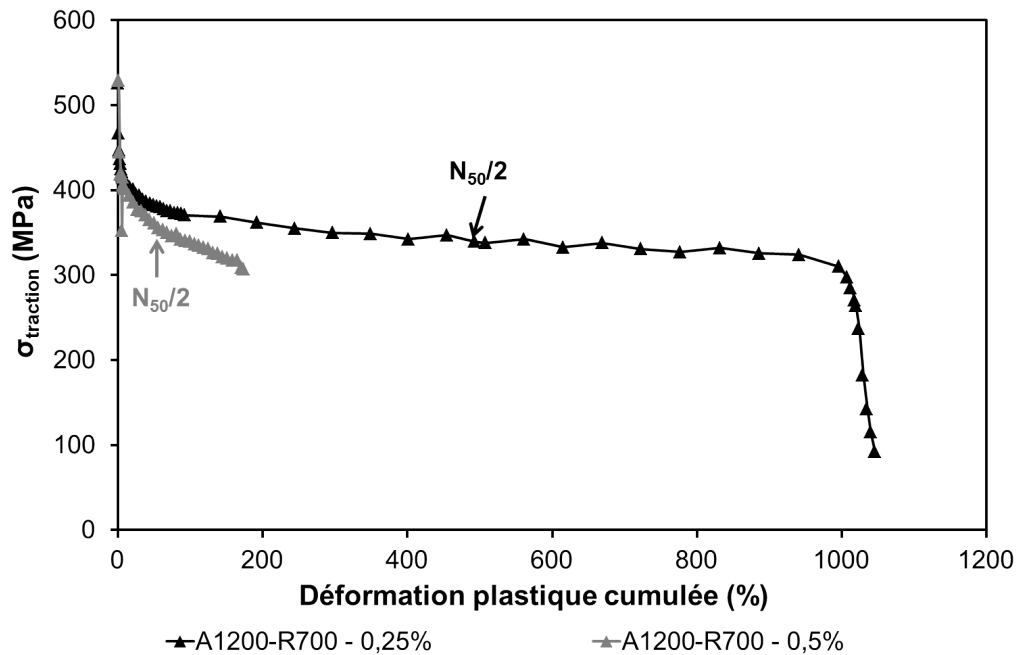


Figure 4.37 – Contrainte de traction en fonction de la déformation plastique cumulée pour l'état A1200-R700 déformé en fluage de 0,25% et de 0,5%.

4.4.2 Comparaison des cycles 2 et N_{50} à même déformation en fluage ($\epsilon_{fluage} = 0,25\%$)

Pour tous les états métallurgiques déformés de 0,25% en fluage, le deuxième cycle et le cycle N_{50} sont représentés sur la figure 4.38. Le cycle N_{50} de l'état A1200-R750 n'est pas tracé car l'essai a rompu sous couteau avant une chute de 50% de la contrainte maximale.

Influence d'un "simple" traitement thermique

A revenu identique (comparaison des états A1050-R700 et A1200-R700), la température d'austénitisation ne semble pas avoir d'effet sur le cycle 2 puisque pour les deux états métallurgiques, les cycles se superposent quasiment. En revanche, pour le cycle N_{50} , la contrainte en traction et celle en compression est plus élevée et la déformation plastique du cycle est plus faible pour l'état A1200-R700 que pour l'état A1050-R700. Cependant, le numéro de cycle N_{50} de l'état A1050-R700 est deux fois plus élevé que celui de l'état A1200-R700. A température d'austénitisation identique (comparaison des états A1200-R700, A1200-R750 et A1200-R780), il est observé une diminution de la contrainte en traction et en compression et une augmentation de la déformation plastique du cycle 2 et du cycle N_{50} , avec l'augmentation de la température de revenu.

Influence de l'application d'une étape de laminage en phase austénitique métastable

A températures d'austénitisation et de revenu identiques (comparaison des états A1200-R700 et A1200-L500,25%-R700), les contraintes maximales en traction et en compression sont plus élevées et la déformation plastique cumulée est plus faible pour l'état laminé que pour l'état non laminé.

Pour tous les états métallurgiques, les contraintes maximales en traction et en compression diminuent et la déformation plastique par cycle augmente entre le cycle 2 et le cycle N_{50} . Aucun des cycles N_{50} ne présentent de traces d'endommagement.

Ainsi, il faut retenir que plus l'état métallurgique est résistant (R_m élevée), plus la contrainte pour atteindre $\pm 0,35\%$ de déformation en fatigue est élevée et plus la déformation plastique est faible (même en incluant la contribution de fluage puisque celle-ci est fixée au cours de l'essai).

D'autre part, l'application d'une étape de laminage en phase austénitique métastable fait disparaître l'effet Portevin Le Chatelier.

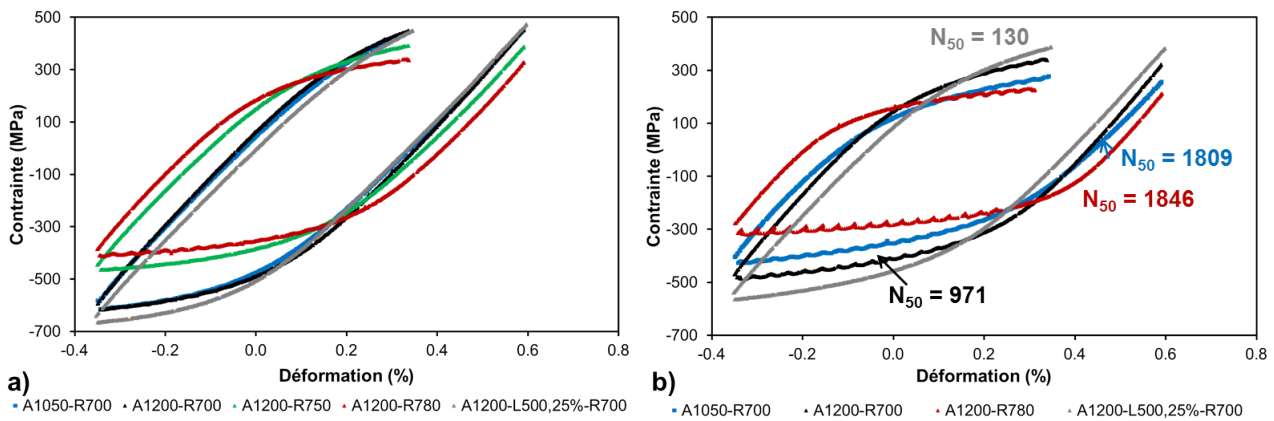


Figure 4.38 – Cycles de fatigue-fluage des états A1050-R700, A1200-R700, A1200-R750, A1200-R780 et A1200-L500,25%-R700 en imposant une déformation de $\pm 0,35\%$ en fatigue et de $+0,25\%$ en fluage, a) Cycle 2 et b) Cycle N₅₀. Le cycle N₅₀ de l'état A1200-R750 n'est pas tracé car l'essai a rompu sous-couteau avant de s'être adouci de 50%.

4.4.3 Comparaison de la contrainte en traction en fonction du nombre de cycles et de la déformation plastique cumulée à même déformation en fluage

La contrainte extrême en traction de chaque cycle est représentée en fonction du nombre de cycles et de la déformation plastique cumulée, figure 4.39. De plus, la contrainte maximale en traction de chaque cycle normalisée par la contrainte maximale sur l'ensemble de l'essai en fonction du nombre de cycles est donnée, figure 4.40.

Influence d'un "simple" traitement thermique

A revenu identique (comparaison des états A1050-R700 et A1200-R700), l'augmentation de la température d'austénitisation semble ne pas avoir d'effet direct sur la contrainte en traction, figure 4.39, et sur la perte de résistance mécanique, figure 4.40. En revanche, le nombre de cycles à rupture et la déformation plastique cumulée à rupture sont diminués d'un facteur 2 entre les états A1050-R700 et A1200-R700.

A température d'austénitisation identique (comparaison des états A1200-R700, A1200-R750 et A1200-R780), l'augmentation de la température de revenu de 700°C à 780°C ne semble pas avoir d'influence significative sur l'adoucissement cyclique (normalisé par la contrainte). En effet, la perte de résistance mécanique au cycle stabilisé ($\frac{N_{50}}{2}$) est d'environ $40 \pm 5\%$ pour ces quatre états métallurgiques, tableau 4.13 et figure 4.40. Comme la résistance mécanique, à 550°C, au premier cycle de fatigue-fluage des états revenus à 700°C est supérieure à celle des états revenus à 780°C, elle reste également supérieure au cycle stabilisé, figure 4.39. D'autre part, il semblerait que la température de revenu ait une influence sur le nombre de cycles à rupture et la déformation plastique cumulée à rupture (la comparaison n'est pas faite avec l'état A1200-R750 puisque l'éprouvette a rompu sous couteau). L'état A1200-R780 présente un nombre de cycles à rupture et une déformation plastique cumulée à rupture environ 3 fois supérieure à celle de l'état A1200-R700.

Ainsi, l'augmentation de la taille des ex-grains d'austénite (de 20 μm à 120 μm) ou une fraction volumique plus importante de précipités intragranulaires ne semblent pas avoir d'effet direct sur l'adoucissement cyclique.

Remarque : L'état de référence : A1050-R780, déformé de $\pm 0,35\%$ en fatigue et de $+0,5\%$ en fluage présente un adoucissement cyclique identique aux états traités thermiquement (d'environ 40% à $\frac{N_{50}}{2}$). Mais du fait que la déformation en fluage imposée n'est pas la même il est difficile de conclure si les autres états métallurgiques s'adoucissent plus fortement que l'état de référence.

Influence de l'application d'une étape de laminage en phase austénitique métastable

A températures d'austénitisation et de revenu identiques (comparaison des états A1200-R700 et A1200-L500,25%-R700), l'application d'une étape de laminage en phase austénitique métastable ne semble pas avoir d'effet significatif sur l'adoucissement cyclique. En effet, d'après le tableau 4.13 la figure 4.40, la perte de résistance mécanique de l'état A1200-R700 est quasiment identique à celle de l'état A1200-L500,25%-R700 au cycle stabilisé ($\frac{N_{50}}{2}$). Comme la contrainte maximale en traction, au premier cycle de fatigue-fluage, de l'état

laminé est supérieure à celle de l'état non laminé à 780°C, elle reste également supérieure au cycle stabilisé. Cependant, le nombre de cycles à rupture et la déformation plastique cumulée à rupture sont fortement diminués par l'application d'un traitement thermomécanique (facteurs respectifs de 10 et 20). Ainsi, l'affinement des lattes de martensite (pour l'état laminé comparé au non laminé) ne semble pas avoir d'effet direct sur l'adoucissement cyclique.

Remarque : Les états A1200-L600,50%-R700 et A1200-L600,50%-R750, déformé de $\pm 0,35\%$ en fatigue et de $+0,5\%$ en fluage puis de $+0,25\%$ à partir d'un certain cycle présentent un adoucissement cyclique identique aux états traités thermiquement et à l'état A1200-L500,25%-R700 (d'environ 40% à $\frac{N_{50}}{2}$). Mais du fait que la déformation en fluage imposée n'est pas la même il est difficile de conclure si les autres états métallurgiques s'adoucissent plus fortement que ces derniers états.

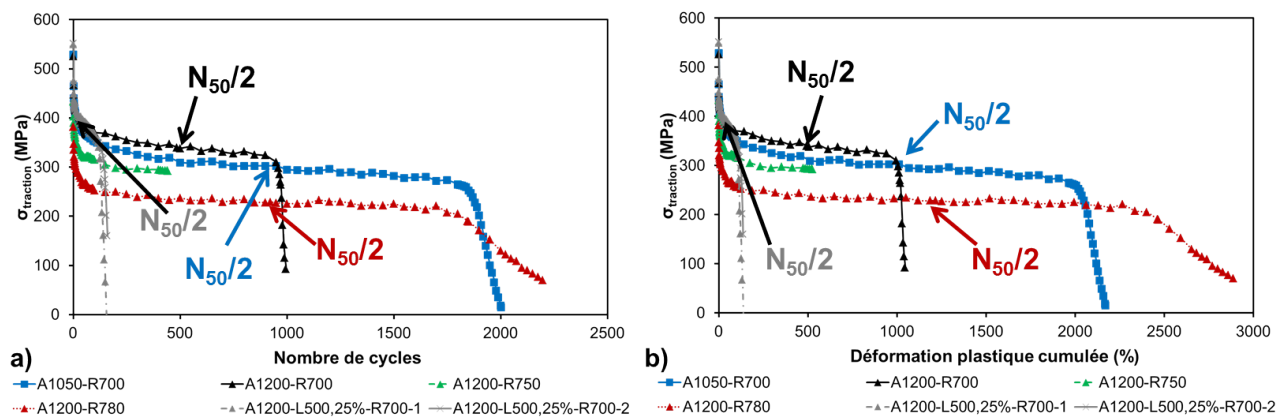


Figure 4.39 – Contrainte maximale de traction en fonction : a) du nombre de cycles et b) de la déformation plastique cumulée.

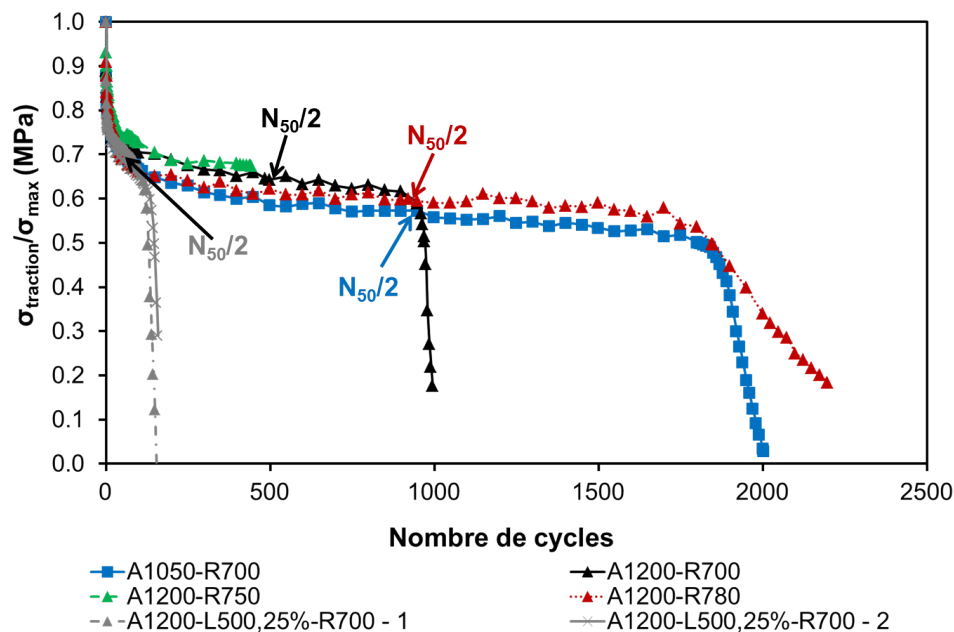


Figure 4.40 – Contrainte de traction normalisée par la contrainte de traction maximale sur l'ensemble de l'essai en fonction du nombre de cycles. Les tendances sont exactement les mêmes lorsque la contrainte de traction normalisée est représentée en fonction de la déformation plastique cumulée.

4.4.4 Comparaison des vitesses minimales de fluage du premier cycle de fatigue-fluage et d'un essai de fluage conventionnel à celle du cycle stabilisé de fatigue-fluage

Afin de voir si l'interaction entre la fatigue et le fluage (essais de fatigue-fluage) est plus endommageante/adoucissante qu'une seule sollicitation de fluage, les vitesses minimales de fluage du premier cycle de fatigue-fluage et d'un essai de fluage conventionnel (du paragraphe 4.2 de ce chapitre) sont comparées à celle du cycle stabilisée de fatigue-fluage, figure 4.41.

Pour tous les états métallurgiques l'interaction entre la fatigue et le fluage est plus adoucissante qu'une simple sollicitation en fluage conventionnel puisque pour une même contrainte, la vitesse minimale du cycle stabilisée est de 10 à 70 fois supérieure à la vitesse minimale d'un essai de fluage conventionnel.

La température d'austénitisation et l'application d'une étape de laminage ne semblent pas avoir d'effet sur la différence de vitesse minimale de fluage entre le cycle stabilisé du premier cycle de fatigue-fluage ou un essai de fluage conventionnel (facteur environ égal à 10, cf. figure 4.41). En revanche, lorsque la température de revenu est de 780°C, la vitesse minimale de fluage du cycle stabilisé est plus importante par rapport à celle d'un fluage conventionnel (facteur 70).

La différence de comportement entre l'état revenu à 780°C et les états revenus à 700°C ou 750°C peut être lié à la restauration plus poussée, des précipités intragranulaires plus grossiers et moins nombreux (donc moins efficaces pour épingler les dislocations) des états revenus à 780°C par rapport à ceux revenus à 700°C ou 750°C. On confirme ici que du point de vue des propriétés de fatigue-fluage, et comme pour l'adoucissement cyclique, l'état "standard", revenu à 780°C n'est a priori pas le plus optimal.

Remarque : Cette tendance semble se confirmer avec les états A1050-R780 (référence), A1200-L600,50%-R700 et A1200-L600,50%-R750, déformés de $\pm 0,35\%$ en fatigue et de $+0,5\%$ en fluage (pour l'état A1050-R780) puis de $+0,25\%$ à partir d'un certain cycle (pour les états A1200-L600,50%-R700 et A1200-L600,50%-R750). En effet, le facteur multiplicatif entre la vitesse minimale de fluage du cycle stabilisé par rapport à celle du premier cycle de fatigue-fluage ou d'un essai conventionnel de fluage est de 100 pour l'état A1050-R780 ([Fournier et al., 2009]) et d'un facteur 7 ou 8 pour respectivement les états A1200-L600,50%-R700 et A1200-L600,50%-R750.

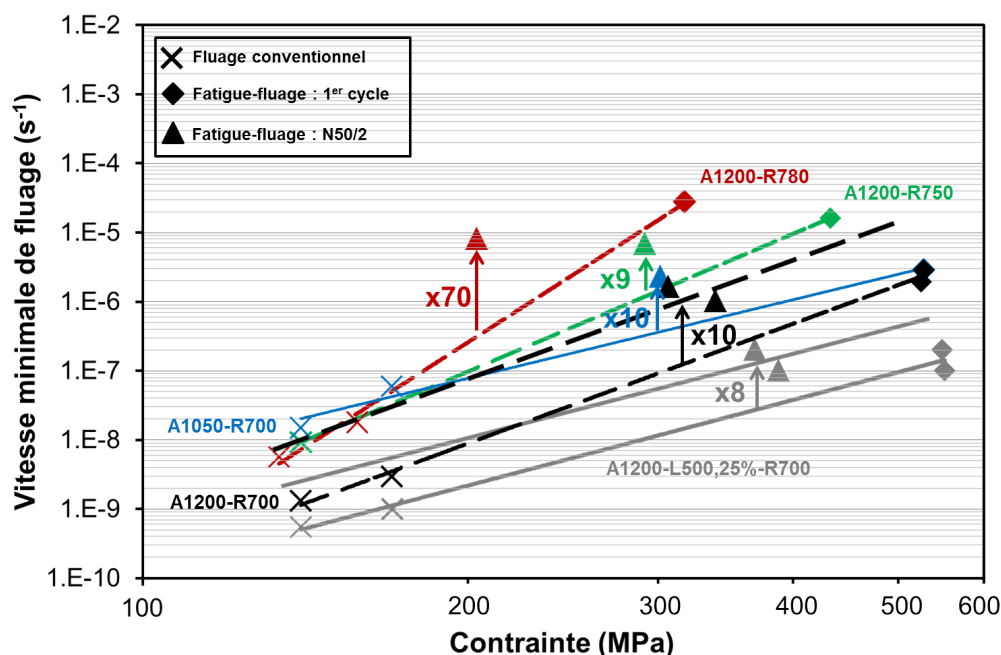


Figure 4.41 – Comparaison de la vitesse minimale de fluage du premier cycle de fatigue-fluage et d'un essai conventionnel à celle stabilisée ($\frac{N_{50}}{2}$) de fatigue-fluage.

4.4.5 Analyses des boucles de fatigue-fluage - Lien entre la nature de l'érouissage et la microstructure

Les paramètres microstructuraux responsables de la contrainte (moyenne) et de l'adoucissement cyclique en fatigue-fluage ont également été identifiés en fatigue-fluage. Les composantes isotrope, cinématique et visqueuse

ont été déterminées selon la méthode présentée au paragraphe 4.3.3 de ce chapitre.

Influence de la déformation en fluage ϵ_{fluage}

Afin de voir l'influence de la déformation en fluage (ϵ_{fluage}) sur les composantes isotrope, cinématique et visqueuse de la contrainte d'écoulement, les deux essais de l'état A1200-R700 sont comparés, figure 4.42. Il n'est pas observé de différence significative entre les composantes isotropes, cinématiques et visqueuses entre ces deux essais.

D'autre part, l'adoucissement cyclique semble être lié à la diminution de la composante isotrope (diminution d'environ 30%) et de la composante cinématique (diminution d'environ 50%). Par conséquent, la contrainte moyenne diminuerait en grande partie à cause du grossissement des lattes de martensite et des sous-grains (composante cinématique) et dans une moindre mesure à cause de la restauration des dislocations et de la coalescence des précipités.

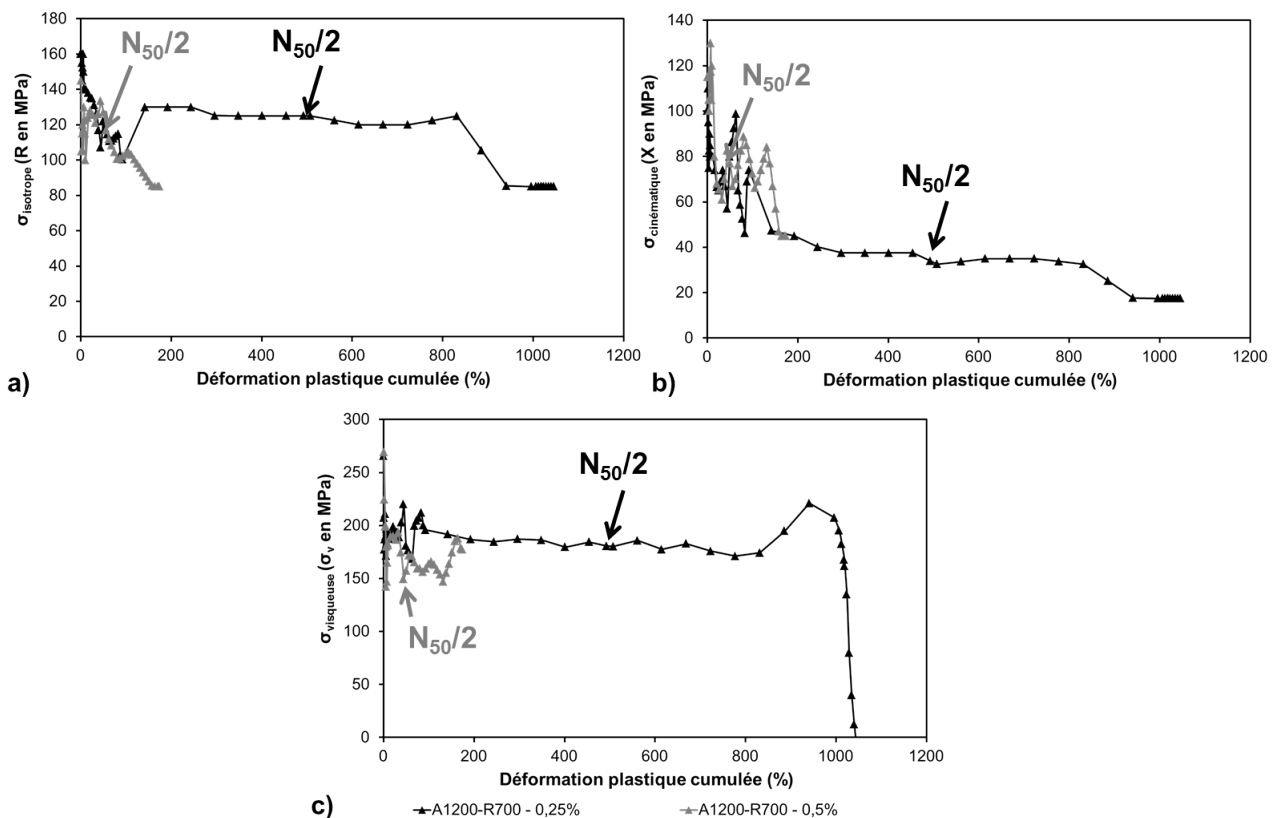


Figure 4.42 – Composantes a) isotrope, b) cinématique et c) visqueuse en fonction de la déformation plastique cumulée pour l'état A1200-R700, déformé en fatigue-fluage de $\pm 0,35$ et en fluage de $+0,25\%$ ou $0,5\%$. Les tendances en fonction de la déformation plastique cumulée sont exactement les mêmes.

Influence des différents paramètres du traitement thermomécanique de type austéniformage

Afin d'évaluer l'influence des différents paramètres du traitement thermomécanique de type austéniformage sur les paramètres microstructuraux responsables de la contrainte moyenne, les composantes isotropes, cinématiques et visqueuses des contraintes d'écoulement ont été déterminées pour tous les états métallurgiques, mais ne sont représentés en fonction de la déformation plastique cumulée que les états déformés en fluage de $+0,25\%$ au cours de l'essai de fluage, figure 4.43 et figure 4.44. Concernant :

- la composante isotrope (interaction des dislocations avec les obstacles à courte portée)

La température d'austénitisation n'a pas d'effet. En revanche, plus l'état métallurgique possède une résistance mécanique élevée (faible température de revenu et application d'une étape de laminage en phase austénitique métastable), plus la composante isotrope est élevée. Elle diminue de 20 à 50% avec l'augmentation de la déformation plastique cumulée. Les différents paramètres microstructuraux ne semblent pas avoir d'effets évidents sur cet adoucissement de la composante isotrope.

- la composante cinématique (*interaction des dislocations avec les obstacles à longue portée*)

Elle diminue fortement (de 55 à 90%) en fonction de la déformation plastique cumulée. Sa valeur ou son adoucissement ne semble pas dépendre de l'un des paramètres du traitement thermomécanique de type austéniformage. La diminution de la composante cinématique est plus importante que celle de la composante isotrope. L'adoucissement cyclique est donc plus lié à un grossissement des lattes de martensite ou des sous-grains qu'à une restauration des dislocations et une coalescence des précipités.

- la composante visqueuse

Elle est quasiment identique pour tous les états métallurgiques et reste quasiment constante jusqu'à la fissuration de l'éprouvette.

Remarque : Si les données des états A1050-R780, A1200-L600,50%-R700 et A1200-L600,50%-R750 sont prises en compte, les conclusions restent les mêmes.

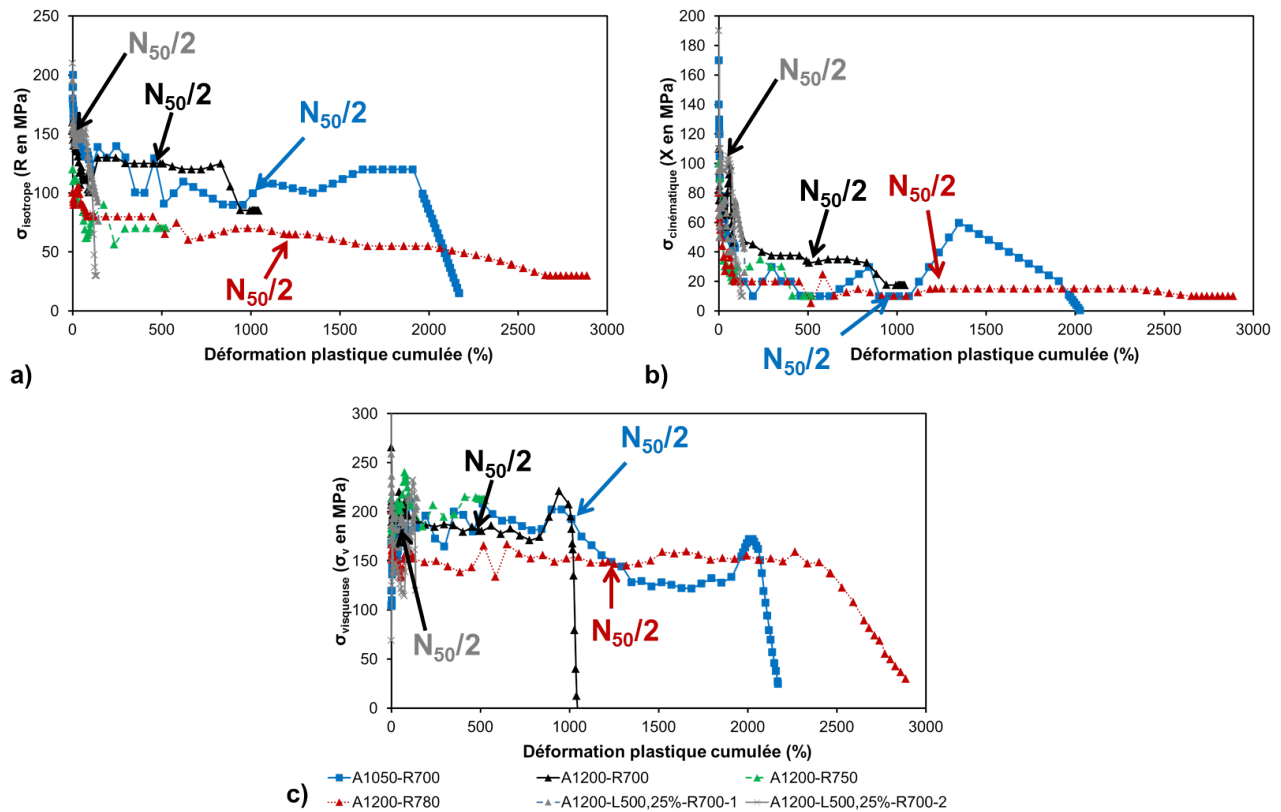


Figure 4.43 – Composantes a) isotrope, b) cinématique et c) visqueuse de la contrainte d'écoulement en fonction de la déformation plastique cumulée pour les états métallurgiques déformés en fatigue-fluage de $\pm 0,35$ et en fluage de $+0,25\%$. Les tendances sont exactement les mêmes en fonction de la déformation plastique cumulée.

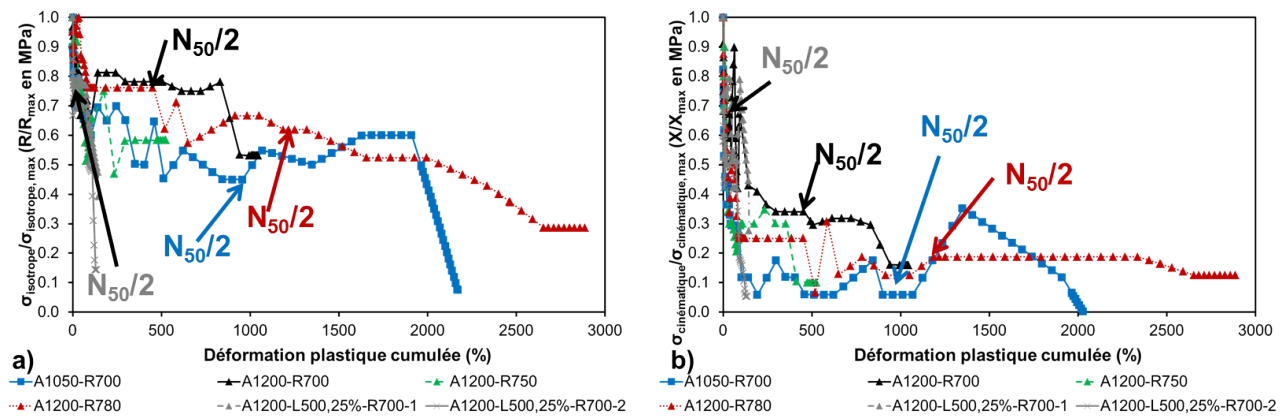


Figure 4.44 – Composantes normalisées par la valeur maximale sur l'essai a) isotrope et b) cinématique en fonction de la déformation plastique cumulée pour les états métallurgiques déformés en fatigue-fluage de $\pm 0,35$ et en fluage de $+0,25\%$. Les tendances sont exactement les mêmes en fonction de la déformation plastique cumulée.

4.4.6 Endommagement

Les surfaces de rupture des éprouvettes de fatigue-fluage ont été observées au MEB. Comme cela a été observé en fluage, certains états métallurgiques sollicités en fatigue-fluage présentent une rupture ductile-intergranulaire, comme l'illustre la figure 4.45. Il s'agit des états austénitisés à 1200°C , laminés ou non et revenus à 700°C , les mêmes états qui rompent selon ce mode d'endommagement en fluage.

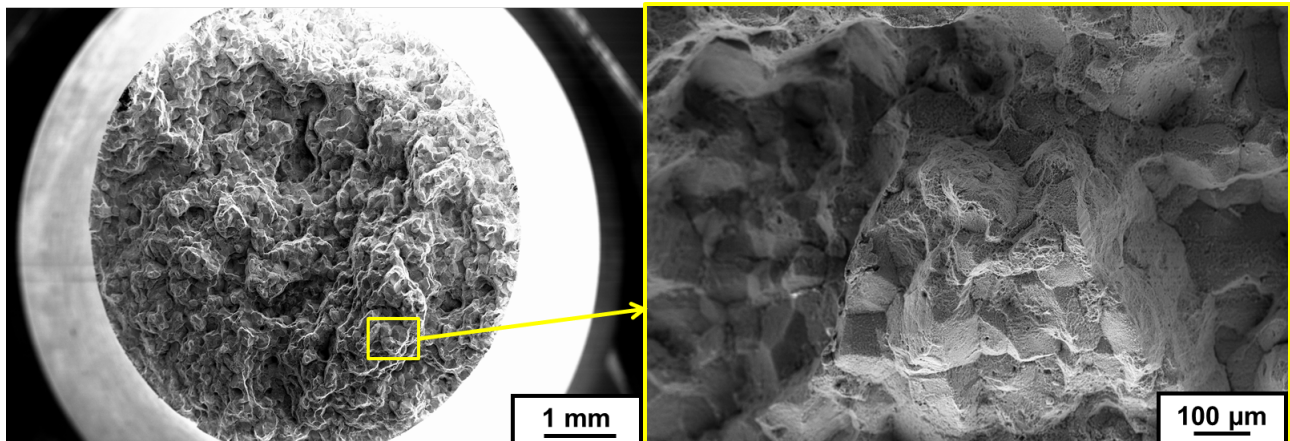


Figure 4.45 – Faciès de rupture de l'éprouvette de l'état A1200-R700, sollicitée en fatigue-fluage à 550°C , de $\pm 0,35\% + 0,5\%$ en fluage.

4.4.7 Bilan sur les propriétés en fatigue-fluage à 550°C

L'influence de la déformation en fluage d'un essai de fatigue-fluage a été étudiée sur un seul état métallurgique. De manière logique, il semblerait que plus la déformation imposée en fluage est élevée, plus l'adoucissement cyclique est prononcé et la durée de vie est diminuée.

De plus, l'influence des différents paramètres du traitement thermomécanique de type "austéniformage" a été évaluée sur les propriétés de fatigue-fluage à 550°C.

- **L'augmentation de la température d'austénitisation** n'a pas d'effet sur la contrainte en traction, l'adoucissement cyclique mais diminue le nombre de cycles à rupture.
- **L'introduction d'une étape de laminage en phase austénitique métastable** n'a pas d'effet sur l'adoucissement cyclique mais la contrainte en traction de l'état laminé est toujours supérieure (avant la fissuration) à celle de l'état non laminé. Cependant, le nombre de cycles à rupture est fortement diminué pour les états laminés (facteur 10)
- **L'étape de revenu** n'a pas d'effet sur l'adoucissement cyclique mais plus la température de revenu est élevée, plus la contrainte en traction est faible. En outre, l'augmentation de la température de revenu est bénéfique sur le nombre de cycles à rupture.

Il a été montré que sur tous les états métallurgiques, l'interaction entre la fatigue et le fluage est plus adoucissante qu'une "simple" sollicitation de fluage. Alors que la température d'austénitisation et l'application d'une étape de laminage en phase austénitique métastable n'ont pas d'effet sur la différence entre la vitesse minimale de fluage du cycle stabilisé et la vitesse minimale de fluage conventionnel pour une même contrainte donnée, cette dernière est accentuée pour les états revenus à 780°C.

D'autre part, il a été observé que l'adoucissement cyclique est dû à un adoucissement majoritairement de la composante cinématique que l'on peut relier microstructuralement au grossissement des lattes de martensite et des sous-grains et dans une moindre mesure de la composante isotrope relié plutôt à la restauration des dislocations et à la coalescence des précipités. Enfin, les états austénitisés à 1200°C, laminés ou non, et revenus à 700°C, qui étaient sensibles à l'endommagement intergranulaire en fluage (et en traction lente à 650°C pour l'état A1200-L500,25%-R700) le sont également en fatigue-fluage.

4.4.8 Conclusion

Les propriétés mécaniques à haute température : traction à 550°C et à 650°C, fluage à 650°C, fatigue et fatigue-fluage à 550°C ont été étudiées. Il a été possible de quantifier le lien entre la limite d'élasticité à 550°C ou à 650°C et celle à 20°C. La limite d'élasticité à 550°C et à 650°C sont diminuées de 31% et de 53% par rapport à la limite d'élasticité à 20°C. La résistance mécanique à 550°C et à 650°C sont quant à elles diminuées de 36% et de 56% par rapport à la résistance mécanique à 20°C. Ainsi la résistance mécanique, et dans une moindre mesure, la limite d'élasticité à 550°C ou 650°C peuvent être reliée à la microstructure par le modèle de durcissement structural établi au chapitre 3. D'autre part, l'influence des différents paramètres du traitement thermomécanique a été évaluée :

- **L'étape d'austénitisation** a une influence négligeable sur l'allongement total en traction à 550°C ou 650°C et sur les propriétés de fatigue-fluage mais conduit à un gain significatif du temps à rupture en fluage et à une diminution de la vitesse minimale de fluage.
 - **L'étape de laminage en phase austénitique métastable** entraîne une augmentation de l'allongement à rupture en traction à 550°C ou 650°C pour les états austénitisés à 1050°C et une diminution pour les états austénitisés à 1150°C ou 1200°C. Concernant les propriétés de fluage : temps à rupture et vitesse minimale de fluage, l'effet d'un laminage est complexe et semble surtout dépendre de la température d'austénitisation et de la température de revenu. D'autre part, alors que l'application d'un laminage est bénéfique sur les propriétés de fatigue oligocyclique car il permet de diminuer l'adoucissement cyclique, lorsque la fatigue est couplée à du fluage, l'étape de laminage n'a pas d'effet sur l'adoucissement cyclique.
- Enfin, un laminage de 25% ne semble pas introduire d'anisotropie des propriétés de fluage à 650°C, à la différence d'un laminage de 50%.

- **L'étape de revenu**, notamment l'augmentation de la température de revenu de 700°C à 780°C augmente l'allongement total en traction à 550°C ou 650°C, la vitesse minimale de fluage et diminue le temps à rupture en fluage. Bien qu'une dégradation plus importante des propriétés de fluage au cycle stabilisé des états revenus à 780°C qu'à 700°C a été observé, la température de revenu n'a pas d'effet sur l'adoucissement cyclique.

Les faciès de rupture des éprouvettes de fluage et de fatigue-fluage ont été observées. Les états austénitisés à 1200°C, laminés ou non et revenus à 700°C (ainsi que l'état A1200-L500,25%-R750 en fluage) présentent un mode d'endommagement ductile-intergranulaire qui a surtout été étudié sur les éprouvettes de fluage. Il n'est pas dû à la présence de phases de Laves au niveau des joints d'ex-grains austénitiques, et il ne semble pas dépendre de l'environnement (sous air ou sous vide). Il semble dû à la germination et à la croissance de cavités au niveau des joints d'ex-grains d'austénite. L'endommagement ductile-intergranulaire a également pu être reproduit avec un essai de traction lente à une vitesse de 1.10^{-5} s^{-1} , pour l'état A1200-L500,25%-R700, montrant que l'endommagement intergranulaire n'est pas principalement lié à la vitesse de déformation mais semble être intrinsèque à l'état métallurgique. De plus, cet essai atteste qu'il est possible de diminuer considérablement le temps pour savoir si un état est sensible à ce type d'endommagement.

Enfin, l'évolution microstructurale a été caractérisée après fluage de certains cas, ce qui a mis en évidence :

- un épaissement des lattes de 100 et 600 nm mais qui n'a pu être corrélé avec le temps à rupture ou la vitesse minimale de fluage des essais,
- une légère coalescence des précipités M_{23}C_6 ,
- une évolution significative de la nature chimique des précipités intragranulaires. L'état non sollicité était composé à 100% de précipités M_2X . Après sollicitation en fluage, à 140 MPa, 650°C et pendant 6523 heures, tous les précipités M_2X sont remplacés par des MX, ce qui n'est pas le cas si ce même état vieilli sans contrainte à 650°C, pendant 6523 heures.

L'influence des différents paramètres du traitement thermomécanique de type "austéniformage" sur les propriétés mécaniques à haute température de l'acier de Grade 91 sont résumées dans le tableau 4.14 avec :

- 😊, pour signifier un net effet bénéfique du paramètre,
- 😞, pour signifier un net effet néfaste du paramètre,
- ~, pour signifier un effet négligeable du paramètre.

Pour une application visée où l'acier de Grade 91 est soumis à :

- **du fluage**, comme les tubes hexagonaux et les gaines de combustibles des réacteurs à neutrons rapides refroidis au sodium :

Si la microstructure doit être stable (température de revenu supérieure à 700°C) et qu'il n'est pas toléré de l'endommagement intergranulaire, les états métallurgiques vers lesquels il faudrait orienter le choix seraient les états austénitisés à 1050°C, laminés de 25% ou 50%, revenus à 750°C (temps à rupture environ 5 à 6 fois le temps à rupture de l'état de référence). L'état A1200-L600,50%-R750 (temps à rupture d'environ 33 fois le temps à rupture de l'état de référence) est également un candidat potentiel mais présentent un début de recristallisation.

- **de la fatigue combinée à du fluage**, comme les tuyauteries des centrales thermiques, les générateurs de vapeur des réacteurs à neutrons rapides refroidis au sodium, ou les couvertures tokamak des réacteurs à fusion nucléaire :

Si la microstructure doit être stable (température de revenu supérieure à 700°C) et qu'il n'est pas toléré de l'endommagement intergranulaire, les états optimums seraient les états austénitisés à 1050°C ou 1200°C, non laminés et revenus à 750°C. Seul l'état A1200-R750 a été testé en fatigue-fluage. Il ne présentent pas un adoucissement cyclique différent des autres états métallurgiques étudiés mais la contrainte en traction reste toujours supérieure à celle des états revenus à 780°C. D'autre part, l'interaction entre la fatigue et le fluage est moins endommageante pour les états revenus à 750°C que les états revenus à 780°C (facteur 10 au lieu de 70 (R780) sur la vitesse minimale du cycle stabilisé comparé à la vitesse minimale d'un essai de fluage conventionnel, pour une même contrainte donnée).

Propriétés mécaniques à haute température	Grandeurs	$\nearrow$ $T_{austénitisation}$	$\nearrow$ Taux de laminage	$\nearrow$ T_{revenu}
Traction 550 - 650°C	R_p ou R_m	~	😊	😞
	A		~	😊
Fluage 650°C 140 MPa	$t_{rupture}$	😊	max. 25% (dans la majorité des cas)	😞
	$\dot{\epsilon}_{minimale}$		min. 25% ⁵ (dans la majorité des cas)	
	A ou Z	😞	~	😊
Fatigue 550°C	$\sigma_{traction}$	~	😊	😞
	Adoucissement			~
	$\Delta\epsilon_p rupture$		~	
Fatigue-fluage 550°C	$\sigma_{traction}$	~	😊	😞
	Adoucissement		~	~
	$\Delta\epsilon_p rupture$		😞	
	$\dot{\epsilon}_{minimale}$ N50/2		~	😞

Tableau 4.14 – Résumé de l'influence des différents paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques à haute température.

Conclusion générale

Les aciers martensitiques revenus à 9%Cr, tel que le Grade 91, sont envisagés pour différentes applications nucléaires pour lesquelles ils seraient amenés à fonctionner jusqu'à relativement hautes températures (500°C - 650°C). Bien que possédant certaines propriétés et un coût de fabrication attractifs, ils présentent une résistance mécanique limitée aux plus hautes températures d'intérêt comparativement aux aciers inoxydables austénitiques par exemple. Par ailleurs, ils souffrent d'un phénomène d'adoucissement cyclique dans cette gamme de températures. Afin d'améliorer leur résistance à chaud et leurs propriétés de fluage, Hollner et al. ont montré que l'application d'un traitement thermomécanique de type "austéniformage", associé à une haute température d'austénitisation et une faible température de revenu, pouvait induire une augmentation de la résistance en fluage à 550-650°C. Cependant, il était difficile de trancher à ce stade sur l'origine des gains des propriétés de fluage observées et des questions peuvent alors se poser sur l'optimum mécanique recherché. Par exemple, cette amélioration apparente des propriétés se fait-elle au détriment de la ductilité et de la ténacité ? Est-elle due à l'effet du traitement intermédiaire d'austéniformage, et dans quelle mesure celui-ci impacte-t-il la microstructure martensitique (revenue) et donc ses propriétés ?

Il nous a donc semblé utile de reprendre chaque **paramètre du traitement thermomécanique** considéré pour déconvoluer leurs effets respectifs :

- des conditions d'austénitisation,
- de l'application ou non d'une étape intermédiaire de laminage en phase austénitique métastable (austéniformage),
- de la température de revenu final.

Au cours de ce travail de thèse, nous avons donc mené une **étude systématique**, et à différentes échelles, pour relier les différents **paramètres du traitement thermomécanique** à la **microstructure** et aux **propriétés mécaniques** résultantes, dans le but ultime de fournir les éléments utiles pour l'optimisation des propriétés mécaniques recherchées.

Dans un premier temps, nous avons approfondi la compréhension de l'effet de la **température d'austénitisation** sur la **microstructure martensitique**, relativement complexe, de l'acier de Grade 91. Pour cela, des états austénitisés, bruts de trempe (sans revenu) ont été étudiés. Alors que la taille (largeur) des lattes de martensite semble être indépendante de la température d'austénitisation, celle des blocs de martensite est corrélée à celle des ex-grains d'austénite. C'est cette dernière échelle qui semble gouverner le durcissement structural dû à la taille des grains (effet de type "Hall-Petch"). De plus, de l'austénite résiduelle a été détectée dans ces états non revenus, dont la quantité varie en fonction de la remise en solution solide des précipités. *Des examens MET, plus poussés que ceux réalisés, resteraient à mener pour tenter de localiser cette austénite résiduelle (probablement très contrainte).*

Dans un second temps, nous nous sommes demandé si la **martensite** résultant de la transformation austénite métastable → martensite pouvait **"hériter" de la déformation introduite en phase austénitique métastable** (lors de l'austéniformage). Les tailles des grains/sous-grains sont-elles modifiées ? Y a-t-il "héritage" dans la martensite des dislocations introduites dans la phase mère austénitique ? La résistance mécanique en est-elle impactée ?

L'étude des états austénitisés, laminés, bruts de trempe a permis de mettre en évidence que l'austéniformage

affecte la martensite résultante. Les **largeurs des lattes** sont affinées, les relations d'orientation entre un même grain d'austénite et la martensite sont modifiées et, d'après l'interprétation des diagrammes de diffraction des neutrons, la densité de **dislocations** dans la martensite serait augmentée de 25 à 50%. Ce dernier résultat est important car n'avait jamais été mis clairement en évidence. De plus, il permet d'expliquer les gains élevés de **résistance mécanique** des états laminés et de montrer que les **dislocations** sont un facteur de premier ordre dans le durcissement structural de l'acier à l'état martensitique trempé.

D'autre part, le laminage en phase austénitique métastable semble avoir des effets contradictoires sur la quantité d'**austénite résiduelle**, suivant la température d'austénitisation préalablement imposée. *Ces effets relativement complexes resteraient à mieux comprendre, par exemple, en réalisant des essais de déformation in-situ en température (en phase austénitique métastable) avec un suivi simultané de dilatation (dilatométrie sous charge) et/ou résistivité, voire en diffraction des rayons X (au synchrotron) ou des neutrons.*

Enfin, la dernière étape du traitement thermomécanique a été étudiée. Nous souhaitons savoir comment évolue la microstructure de l'acier de Grade 91 en fonction de la température de **revenu**. L'étape de laminage en phase austénitique métastable permet-elle d'obtenir des précipités plus fins et plus nombreux comme le supposent certains auteurs? Le revenu "efface-t-il" totalement les dislocations supplémentaires héritées de l'étape d'austéniformage? Quels sont les conséquences sur la résistance mécanique et la ductilité finales de l'acier de Grade 91 à l'état martensitique revenu?

Conformément aux tendances attendues, nous avons observé que l'augmentation de la température de revenu entraîne une **disparition de l'austénite résiduelle**, une **restauration** plus poussée des dislocations ainsi qu'un grossissement des **précipités** et une diminution de leur fraction volumique. Ceci est bénéfique pour obtenir une ductilité convenable et une température de transition ductile/fragile inférieure à 20°C. Cependant, la cinétique de restauration des dislocations et/ou de disparition au revenu de l'austénite résiduelle dépend du traitement thermomécanique antérieur.

Pour la plus faible température de revenu étudiée (700°C, température préconisée par Hollner et al.), des précipités intragranulaires **M₂X métastables** ont été observés en grande densité et semblent évoluer en fonction de la température de revenu et sous sollicitations mécaniques de fluage à 650°C. Bien que ceux-ci puissent être favorables à la résistance au fluage (durcissement structural), le fait que leur nature cristallographique et chimique évolue à 650°C ne semble pas souhaitable pour les propriétés d'usage à long terme.

L'étape d'**austénitisation** a une forte influence sur l'état de **précipitation** final, ce qui ne semble pas le cas de l'étape de laminage en phase austénitique métastable. Contrairement à nos attentes, cette dernière ne semble pas avoir d'effet significatif sur la précipitation. En revanche, les états laminés revenus comportent une **densité de dislocations résiduelle**, et ainsi, une résistance mécanique supérieure à celle des états non laminés revenus sans que la ductilité en traction soit significativement dégradée. D'autre part, et contrairement à ce qui était espéré, les changements microstructuraux engendrés par l'étape de laminage n'ont pas permis d'atténuer l'**adoucissement cyclique**. Par ailleurs, la température de **transition ductile/fragile** est fortement détériorée par l'application d'une étape de laminage en phase austénitique métastable. Ceci peut être pour partie corrélé à l'augmentation de la limite d'élasticité qui deviendrait supérieure à la contrainte macroscopique induisant une rupture par clivage à plus haute température. Il est également observé un phénomène de **recristallisation** pour certains états métallurgiques laminés lorsque la température de revenu est augmentée, autre marque de l'"héritage" par la martensite de la déformation introduite en phase mère austénitique. *Du fait du faible taux de recristallisation dans ces états, nous n'avons pas vu d'effet direct sur les propriétés mécaniques. Il serait intéressant d'évaluer son impact lorsque la fraction de grains recristallisés devient plus importante.*

Pour capitaliser les effets des différents paramètres microstructuraux sur la résistance mécanique, un **modèle de durcissement structural** a été identifié. D'après cette identification, on peut noter, au passage, que le durcissement dû au contournement des précipités est un facteur du second ordre sur la résistance mécanique de l'acier ici considéré, notamment à l'ambiante.

Au cours de cette thèse, nous avons été confrontée à l'apparition d'**endommagement** et/ou d'un mode de **rupture intergranulaire**, pour les états métallurgiques austénitisés à haute température, laminés et revenus à basse température aussi bien en résilience (à basse température) qu'en fluage et fatigue-fluage (à 550-650°C).

A **basse température** (résilience), nous n'avons pas été en mesure d'identifier de manière définitive l'origine

du problème mais plusieurs hypothèses ont été envisagées. La rupture intergranulaire peut être due à la plus grande quantité **d'impuretés** (soufre et/ou phosphore) ségrégées aux joints des ex-grains d'austénite, lorsque la taille des ex-grains est augmentée. *Pour vérifier cette hypothèse il faudrait par exemple rompre des éprouvettes à basse température sous vide et effectuer de la spectrométrie Auger au niveau des faciès de rupture pour analyser leur composition chimique.* On peut aussi supposer que la rupture intergranulaire serait due à une décohésion préférentielle au niveau des interfaces carbures (grossiers) intergranulaires/matrice/joints de grains. Sous cette hypothèse, l'effet fragilisant lié à l'augmentation de la taille des ex-grains d'austénite serait due, comme pour les impuretés, à une plus grande densité de **carbures intergranulaires** liée à une diminution de la densité en volume des joints d'ex-grains (facteur 6 entre une température d'austénitisation de 1050°C et de 1200°C). Un stage, effectué par B. Michaut (cf. Annexe D) a permis de montrer que l'application d'un traitement thermique consistant à "décorer" les ex-grains d'austénite par un liseré de ferrite et des carbures "interphases", rendant a priori les ex-joints de grains austénitiques plus "sinueux/rugueux" pourrait permettre d'éviter ce problème de rupture intergranulaire en résilience.

A **haute température** (fluage et fatigue-fluage), quelques investigations ont été menées. L'endommagement intergranulaire ne semble pas être lié à la vitesse de déformation, ni à la formation de phases de Laves mais serait dû à la germination et à la croissance de **cavités** au niveau des joints d'ex-grains d'austénite. Nous avons d'ailleurs pu montrer que l'application d'un essai de **traction lente** en température permettait de reproduire l'endommagement intergranulaire observé au cours d'essais de fluage de beaucoup plus longue durée. On montre ainsi que ce moyen simple et rapide permettrait d'évaluer de manière plus systématique la sensibilité du matériau à ce mode d'endommagement pour des études futures.

- [Abe, 2001] Abe, F. (2001). Creep rates and strengthening mechanisms in tungsten-strengthened 9Cr steels. *Materials Science and Engineering : A*, 319-321(0) :770 – 773.
- [Abrassart, 1972] Abrassart, F. (1972). Influences des transformations martensitiques sur les propriétés des alliages du système Fe-Ni-Cr-Cs. *Université de Nancy*.
- [Alamo et al., 1996] Alamo, A., Brachet, J., Castaing, A., and Foucher, C. (1996). Effects of the initial metallurgical condition on the microstructure and mechanical properties of 9Cr-1Mo and 9Cr-1MoVNb thermal aged steels. In *Microstructures and Mechanical Properties of Aging Materials II*, pages 121–134.
- [Aldred et al., 1976] Aldred, A., Dunlap, B., and Lander, G. (1976). Magnetic properties of neptunium laves phases : High-field measurements on NpAl_2 and NpOs_2 . *Physical Review B*, 14.
- [Andrews, 1965] Andrews, K. W. (1965). Constitution diagrams for Cr-Mo-V steels. *Journal of the Iron and Steel Institute*, 203 :721–727.
- [Armstrong, 1964] Armstrong, B. (1964). Effect of ausforming on properties of carbon steel wire. *Journal of the Iron and Steel Institute*, 202(8) :655–659.
- [ASTM, 2013] ASTM (2013). Standard specification for pressure vessel plates, alloy steel, chromium-molybdenum. *ASTM International*.
- [Ault et al., 1967] Ault, R., McDowell, K., Hendricks, P., and Ronald, T. (1967). Increased reliability of a high-strength steel through thermal-mechanical treatments. *Transactions of the ASM*, 60 :79–87.
- [Austénitoformage, 1970] Austénitoformage (1970). Traitements thermomécaniques des aciers : Recueil des conférences. *Centre d'Actualisation Scientifique et Technique*, pages 225–255.
- [Banerjee et al., 1963] Banerjee, B., Westgren, R., Capenos, J., and Dulis, E. (1963). Ausworking type 422 stainless steel. *Transactions of the ASM*, 56 :629–641.
- [Barcelo et al., 2010] Barcelo, F., Bechade, J. L., and Fournier, B. (2010). Orientation relationship in various 9%Cr ferritic/martensitic steels-EBSD comparison between nishiyama-wassermann, kurdjumov-sachs and greninger-troiano. *Phase Transitions*, 83(8) :601–614.
- [Berkowitz and Keneller, 1969] Berkowitz, A. and Keneller, E. (1969). Magnetism and metallurgy. *Academic Press, New York*, 1.
- [Bhadeshia, 1992] Bhadeshia, H. (1992). *Banite in steels*. Inst. of Metals.
- [Bhadeshia, 2001] Bhadeshia, H. (2001). *Bainite in steels : transformations, microstructure and properties*. Book (Institute of Materials (Great Britain)). IOM Communications.
- [Borik et al., 1963] Borik, F., Justusson, W., and Zackay, V. (1963). Fatigue properties of an ausformed steel. *Transactions of the ASM*, 56 :327–338.
- [Borrelly, 1979] Borrelly, R. (1979). Applications des mesures de pouvoir thermoélectrique à l'étude des alliages métalliques. *Mémoires Scientifiques de la Revue de Métallurgie*, 1 :37–49.
- [Brachet, 1995] Brachet, J. (1995). Correlation between thermoelectric power (TEP) and martensite start temperature (M_s) measurements of 9Cr-W-V-(Ta) martensitic steels. *Journal de Physique IV*, 5(C8, Part 1) :339–344. International Conference on Martensitic Transformation (ICOMAT 95), Lausanne, Switzerland, 1995.
- [Brachet, 1991] Brachet, J.-C. (1991). *Alliages martensitiques 9Cr-1Mo : effet de l'addition de l'azote, du niobium, du vanadium sur la microstructure, les transformations de phases et les propriétés mécaniques*. PhD thesis, Université de Paris-Sud, Centre d'Orsay.

- [Brachet et al., 1993] Brachet, J.-C., Castaing, A., and Foucher, C. (1993). Propriétés mécaniques et microstructures d'aciers martensitiques à 9-12Cr/0,5-1Mo avant et après vieillissement à 400°C-500°C, 1ère partie. Cerem note, CEA.
- [Brachet et al., 1995] Brachet, J.-C., Castaing, A., and Foucher, C. (1995). Effet de la composition chimique sur le comportement d'aciers ferritique-martensitiques de base 9-12Cr/0,5-1Mo(W,V,Nb), au cours du vieillissement thermique à 400-550°C. Cerem note, CEA.
- [Brown et al., 1964] Brown, G., Thomas, A., and Hardy, J. (1964). Embrittlement in an ausformed 12% chromium steel. *Journal of the Iron and Steel Institute*, pages 660–665.
- [Buhler and Rittman, 1972] Buhler, H. and Rittman, K. (1972). Investigations into ausforming of steel wire in the stable austenitic state. *The Technical Journal for the wire industry*, 22 :155–159.
- [Bungart and Von, 1958] Bungart and Von (1958). Untersuchungen über den aufbau des systems Fe-Cr-C. *Archiv Für das Eisenhüttenwesen*, 29 :193–203.
- [Bush et al., 1964] Bush, R., Evily, A. M., J.R., and Justusson, W. (1964). An investigation of the mechanical anisotropy of ausformed steels. *Transactions of the ASM*, 57 :991–999.
- [Caballero et al., 2004] Caballero, F., Capdevila, C., Alvarez, L., and de Andrés, C. G. (2004). Thermoelectric power studies on a martensitic stainless steel. *Scripta Materialia*, 50(7) :1061 – 1066.
- [CEA, 2007] CEA (2007). Les systèmes nucléaires du futur. *Revue Clefs CEA*.
- [Cerri et al., 1998] Cerri, E., Evangelista, E., Spigarelli, S., and Bianchi, P. (1998). Evolution of microstructure in a modified 9Cr-1Mo steel during short term creep. *Materials Science and Engineering : A*, 245(2) :285 – 292.
- [Cherepanova and Kal'ner, 1963] Cherepanova, G. and Kal'ner, V. (1963). Thermomechanical treatment of steel. *Metallovedenie i Termicheskaya Obrabotka Metallov*, 4 :58–62.
- [Chilukuru et al., 2009] Chilukuru, H., Durst, K., Wadekar, S., Schvienheer, M., Scholz, A., Berger, C., Mayer, K., and Blum, W. (2009). Coarsening of precipitates and degradation of creep resistance in tempered martensite steels. *Materials Science and Engineering : A*, 510-511(0) :81 – 87.
- [Cho et al., 2010] Cho, K., Choi, J., Kang, H., Kim, S., Lee, K., Yang, H., and Kwon, H. (2010). Influence of rolling temperature on the microstructure and mechanical properties of secondary hardening high co-ni steel bearing 0.28% C. *Materials Science and Engineering : A*, 527(27-28) :7286–7293.
- [Cottrell, 1953] Cottrell, A. (1953). *Dislocations and plastic flow in crystals*.
- [Danon et al., 2003] Danon, A., Servant, C., Alamo, A., and Brachet, J. (2003). Heterogeneous austenite grain growth in 9Cr martensitic steels : influence of the heating rate and the austenitization temperature. *Materials Science and Engineering : A*, 348(1-2) :122 – 132.
- [Dronhofer et al., 2003] Dronhofer, A., Pesicka, J., Dlouhy, A., and Eggeler, G. (2003). On the nature of internal interfaces in tempered martensite ferritic steels. *Z. Metallkd*, 94 :511–520.
- [Dronhofer et al., 2001] Dronhofer, A., Pesicka, J., and Eggeler, G. (2001). On the role of martensite in the formation of microstructures in heat resistant 9 to 12% chromium steels. *Journal de Physique IV*, 11 :235–240.
- [Dryukova, 1965] Dryukova, I. (1965). Anisotropy of the properties of steel after thermomechanical treatment. *Metallovedenie i Termicheskaya Obrabotka Metallov*, 2 :41–43.
- [Duckworth and Taylor, 1965] Duckworth, W. and Taylor, P. (1965). Ausforming of high-alloy steels. *Special Report 86 - ISI*, pages 61–68.
- [Duckworth et al., 1964] Duckworth, W., Taylor, P., and Leak, D. (1964). Ausforming of En24, En30, and experimental 3%Cr-Ni-Si steel. *Journal of the Iron and Steel Institute*, pages 135–142.
- [ECCC, 2005] ECCC (2005). ECCC data sheets.
- [Fleischer and Hibbard, 1963] Fleischer, R. and Hibbard, W. (1963). The relation between the structure and mechanical properties of metals. In *NPL Symposium*, volume 26, pages 15–42.
- [Fournier, 2007] Fournier, B. (2007). *Fatigue-fluage des aciers martensitiques à 9-12%Cr : comportement et endommagement*. PhD thesis, Ecole des Mines de Paris.
- [Fournier et al., 2009a] Fournier, B., Sauzay, M., Barcelo, F., Rauch, E., Renault, A., Cozzika, T., Dupuy, L., and Pineau, A. (2009a). Creep-fatigue interactions in a 9 Pct Cr-1 Pct Mo martensitic steel : Part ii. microstructural evolutions. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 40 :330–341. 10.1007/s11661-008-9687-y.
- [Fournier et al., 2006] Fournier, B., Sauzay, M., Caës, C., Mottot, M., Noblecourt, M., and Pineau, A. (2006). Analysis of the hysteresis loops of a martensitic steel : Part ii : Study of the influence of creep and stress relaxation holding times on cyclic behaviour. *Materials Science and Engineering : A*, 437(2) :197 – 211.

- [Fournier et al., 2009b] Fournier, B., Sauzay, M., Caës, C., Noblecourt, M., Mottot, M., Allais, L., Tournie, I., and Pineau, A. (2009b). Creep-fatigue interactions in a 9Cr-1 Mo martensitic steel : Part i. mechanical test results. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 40 :321–329.
- [Fournier et al., 2009c] Fournier, B., Sauzay, M., Renault, A., Barcelo, F., and Pineau, A. (2009c). Microstructural evolutions and cyclic softening of 9%Cr martensitic steels. *Journal of Nuclear Materials*, 386-388 :71 – 74.
- [Framatome, 2002] Framatome (2002). *Approvisionnement de tôles et fabrication de joints soudés en acier de nuance Z10 CDV Nb 9-1 pour le CEA/Saclay*.
- [François et al., 1995] François, D., Pineau, A., and Zaoui, A. (1995). *Comportement mécanique des matériaux -viscoplasticité, endommagement, mécanique de la rupture, mécanique du contact*. Hermès, Paris.
- [Friedel, 1964] Friedel (1964). *Dislocations*. Pergamon press.
- [Frost and Ashby, 1982] Frost, H. J. and Ashby, M. (1982). *Deformation-Mechanism Maps, The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics*. Dartmouth College, USA and Cambridge University, UK.
- [Gaffard, 2004] Gaffard, V. (2004). *Experimental study and modelling of high temperature creep flow and damage behaviour of 9Cr1Mo-NbV steel weldments*. Ecole des Mines.
- [Gale and Totemeier, 1949] Gale, W. and Totemeier, T., editors (1949). *Smithells Metals Reference Book*.
- [Gerberich et al., 1964] Gerberich, W., Martin, C., and Raymond, L. (1964). Influence of decomposition products in ausformed H-11. *Transactions of the ASM*, 57 :324–336.
- [Grange, 1966] Grange, R. (1966). Strengthening steel by austenite grain refinement. *ASM Transactions Quarterly*, 59(1) :26–48.
- [Gulyaev, 1965] Gulyaev, A. (1965). Structural changes occurring during thermomechanical treatment and their influence on mechanical properties. *Metallovedenie i Termicheskaya Obrabotka Metallov*, 11 :9–17.
- [Gutiérrez et al., 2007] Gutiérrez, N., Danon, C., and Luppó, M. (2007). Evolution of (V,Nb :C,N) complex precipitates during long-term tempering in astm a213 t91 steels. *Acta Microscopia*, 16(1-2) :278–279.
- [Haney et al., 2009] Haney, E. M., Dalle, F., Sauzay, M., Vincent, L., Tournié, I., Allais, L., and Fournier, B. (2009). Macroscopic results of long-term creep on a modified 9Cr-1Mo steel (T91). *Materials Science and Engineering : A*, 510-511 :99 – 103.
- [Hollner et al., 2010] Hollner, S., Fournier, B., Pendu, J. L., Cozzika, T., Tournié, I., Brachet, J.-C., and Pineau, A. (2010). High-temperature mechanical properties improvement on modified 9Cr-1Mo martensitic steel through thermomechanical treatments. *Journal of Nuclear Materials*, 405(2) :101 – 108.
- [Honeycombe, 1976] Honeycombe, R. (1976). Isothermal transformation in iron-chromium-carbon alloys. *Metallurgical transactions A*, 9 :1207–1221.
- [Houze, 2002] Houze, M. (2002). *Influence des traitements thermiques sur le Pouvoir Thermoélectrique des aciers de cuve : effet des évolutions microstructurales des zones fortement segregées*. PhD thesis, INSA de Lyon.
- [Hyspecka and Mazanec, 1968] Hyspecka, L. and Mazanec, K. (1968). Propriétés mécaniques des aciers après traitement thermo-mécanique. *Mémoires Scientifiques Revues Metallurgiques*, LXV :17–25.
- [Irani, 1969] Irani, J. (1969). The application of the thermomechanical treatments to steels. *BISRA Open Report MG/A/60/67*.
- [Jakobova et al., 1999] Jakobova, A., Filip, M., Foldyna, V., Vodarek, V., and Korcak, A. (1999). The effect of heat treatment on the properties of forgings from modified chromium steels. In *Advanced Heat Resistant Steels for Power Generation*, pages 322–331.
- [Johari and Thomas, 1965] Johari, O. and Thomas, G. (1965). Structures and strength of ausformed steels. *Transactions of the ASM*, 58 :563–578.
- [Justusson and Schmatz, 1962] Justusson, W. M. and Schmatz, D. (1962). Some observations on the strength of martensite formed from cold-worked austenite. *Transactions of the ASM*, 55 :640–653.
- [Kabadwal et al., 2010] Kabadwal, A., Tamura, M., Shinozuka, K., and Esaka, H. (2010). Recovery and precipitate analysis of 9Cr-1MoVNb steel during creep. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 41 :364–379. 10.1007/s11661-009-0094-9.
- [Kaneko et al., 2004] Kaneko, K., Matsumura, S., Sadakata, A., Fujita, K., Moon, W.-J., Ozaki, S., Nishimura, N., and Tomokiyo, Y. (2004). Characterization of carbides at different boundaries of 9Cr-steel. *Materials Science and Engineering : A*, 374(1-2) :82–89.
- [Kimura et al., 2009] Kimura, K., Kushima, H., and Sawada, K. (2009). Long-term creep deformation property of modified 9Cr-1Mo steel. *Materials Science and Engineering : A*, 510-511(0) :58 – 63.

- [Kleber et al., 2005] Kleber, X., Merlin, J., and Massardier, V. (2005). La mesure du pouvoir thermoélectrique : une technique originale de contrôle des alliages métalliques. *Techniques de l'ingénieur*, Re39.
- [Klueh and Harries, 2001] Klueh, R. and Harries, D. (2001). *High-chromium ferritic and martensitic steels for nuclear applications*.
- [Koppenaar, 1969] Koppenaar, T. (1969). The current status of thermomechanical treatment of steel in the soviet union. *Transactions of the ASM*, 62 :24–37.
- [Kula and Lopata, 1959] Kula, E. and Lopata, S. (1959). Preferred orientation in warm-worked and heat-treated 4340 steel. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, 215 :980–985.
- [Lai et al., 1974] Lai, G., Wood, W., Clark, R., Zackay, V., and Parker, E. (1974). The effect of austenitizing temperature on the microstructure and mechanical properties of as-quenched 4340 steel. *Metallurgical Transactions*, 5 :1663–1670.
- [Lambard, 1998] Lambard, V. (1998). *Développement d'une nouvelle nuance martensitique ODS pour utilisation sous rayonnement à haute température*. PhD thesis, Université de Paris-Sud UFR scientifique d'Orsay.
- [Langford and Cohen, 1975] Langford, G. and Cohen, M. (1975). Microstructural analysis by high-voltage electron diffraction of severely drawn iron wires. *Metallurgical Transactions A*, 6(4) :901–910.
- [Larn and Yang, 2000] Larn, R. and Yang, J. (2000). The effect of compressive deformation of austenite on the bainitic ferrite transformation in Fe-Mn-Si-C steels. *Materials Science and Engineering A*, 278(1-2) :278 – 291.
- [Latham, 1970] Latham, D. (1970). The current position of thermomechanical treatments applied to engineering and tool steels. *Journal of the Iron and Steel Institute*, pages 50–57.
- [Laurencin, 2000] Laurencin, J. (2000). Microstructure et dureté de la martensite dans les aciers. *Rapport CEA/DEN/N°2000/71*.
- [Lee and Lee, 2005] Lee, S. and Lee, Y. (2005). Effect of austenite grain size on martensitic transformation of a low alloy steel. *Materials Science Forum*, 475-479 :3169–3172.
- [Li et al., 2013] Li, S., Eliniyaz, Z., Sun, F., Shen, Y., Zhang, L., and Shan, A. (2013). Effect of thermo-mechanical treatment on microstructure and mechanical properties of P92 heat resistant steel. *Materials Science and Engineering A*, 559 :882–888.
- [Lindgren et al., 2008] Lindgren, L.-E., Domkin, K., and Hansson, S. (2008). Dislocations, vacancies and solute diffusion in physical based plasticity model for AISI 316L. *Mechanics of Materials*, 40(11) :907 – 919.
- [Lips and Zuilen, 1954] Lips, E. and Zuilen, H. V. (1954). Improved hardening technique. *Metal Progress*, pages 103–105.
- [Liu et al., 2011] Liu, C., Liu, Y., Zhang, D., Dong, Z., and Ning, B. Y. Z. (2011). Effect of minor compressive deformation in austenite on martensitic transformation in modified 9-12%cr ferritic steel. *Advanced Materials Research*, 299-300 :61–64.
- [LLB,] LLB. [http : //www - llb.cea.fr/fr - en/spectrosp.php](http://www-llb.cea.fr/fr-en/spectrosp.php).
- [Loupas, 2013] Loupas, G. (2013). Détermination du coefficient de poisson et du module d'young d'aciers 9Cr et d'un acier ODS14Cr à différentes températures. Note CEA/DEN/DANS/DMN/SRMA/LTMEx/-NE/2013/24.
- [Maalekian and Kozeschnik, 2011] Maalekian, M. and Kozeschnik, E. (2011). Modeling mechanical effects on promotion and retardation of martensitic transformation. *Materials Science and Engineering : A*, 528(3) :1318 – 1325.
- [Maki and Wayman, 1976] Maki, T. and Wayman, C. (1976). Substructure of ausformed martensite in Fe-Ni and Fe-Ni-C alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 7 :1511–1518. 10.1007/BF02656393.
- [Mannan et al., 2003] Mannan, S., Chetal, S., Raj, B., and Bhoje, S. (2003). Selection of materials for prototype fast breeder reactor. *Transactions-Indian Institute Of Metals*, 56(2) :155–178.
- [Maruyama et al., 2001] Maruyama, K., Sawada, K., and Koike, J. (2001). Strengthening mechanisms of creep resistant tempered martensitic steel. *ISIJ International*, 41(6) :641–653.
- [Mathon et al., 245] Mathon, M., Barbu, A., Dunstetter, F., Maury, F., Lorenzelli, N., and de Novion, C. (245). Experimental study and modelling of copper precipitation under electron irradiation in dilute FeCu binary alloys. *Journal of Nuclear Materials*, 1997 :224–237.
- [Mathon et al., 2000] Mathon, M., Geoffroy, G., de Carlan, Y., Alamo, A., and de Novion, C. (2000). SANS study of the microstructural evolution of martensitic steels under thermal ageing and neutron irradiation. *Physica B : Condensed Matter*, 276-278 :939 – 940.
- [Mauriès, 2008] Mauriès, S. (2008). *Caractérisation et modélisation de la séquence de précipitation de carbures au cours du traitement thermique d'aciers martensitiques alliés*. PhD thesis, Université de Toulouse.

- [McEvily and Bush, 1962] McEvily, J. and Bush, R. (1962). An investigation of the notch-impact strength of an ausformed steel. *Transactions of the ASM*, 55 :654–666.
- [McEvily et al., 1963] McEvily, J., Bush, R., Schaller, F., and Schmatz, D. (1963). On the formation of alloy carbides during ausforming. *Transactions of the ASM*, 56 :753–767.
- [Mecking and Estrin, 1980] Mecking, H. and Estrin, Y. (1980). The effect of vacancy generation on plastic deformation. *Scripta Metallurgica*, 14(7) :815 – 819.
- [Meunier,] Meunier, Y. Traitements thermo-mécaniques Austénitoformage. *Techniques de l'ingénieur*, 1-130.
- [Michaut, 2013] Michaut, B. (2013). *Influence de la décomposition isotherme partielle de l'austénite en ferrite sur la microstructure et sur les propriétés mécaniques d'un acier à 9%Cr (Grade 91)*. Rapport CEA/DEN/-DANS/DMN/SRMA/LA2M/NT/2013/3398/A.
- [Miyamoto et al., 2010] Miyamoto, G., Iwata, N., Takayama, N., and Furuhashi, T. (2010). Mapping the parent austenite orientation reconstructed from the orientation of martensite by EBSD and its application to ausformed martensite. *Acta Materialia*, 58(19) :6393 – 6403.
- [Miyamoto et al., 2012] Miyamoto, G., Iwata, N., Takayama, N., and Furuhashi, T. (2012). Quantitative analysis of variant selection in ausformed lath martensite. *Acta Materialia*, 60(3) :1139 – 1148.
- [Monkman and Grant, 1956] Monkman, F. and Grant, N. (1956). An empirical relationship between rupture life and minimum creep rate in creep-rupture tests. *Proceedings of the ASTM*, pages 593–620.
- [Montheillet, 2009] Montheillet, F. (2009). Métallurgie en mise en forme. *Techniques de l'ingénieur*, M600.
- [Moorjani and Coey, 1984] Moorjani, K. and Coey, J. (1984). Magnetic glasses (methods and phenomena their applications in science and technology. *Elsevier*, 6.
- [Moorthy et al., 1999] Moorthy, V., Choudhary, B., Vaidyanathan, S., Jayakumar, T., Rao, K. S., and Raj, B. (1999). An assessment of low cycle fatigue damage using magnetic barkhausen emission in 9Cr-1Mo ferritic steel. *International Journal of Fatigue*, 21(3) :263 – 269.
- [Morito et al., 2006] Morito, S., Yoshida, H., Maki, T., and Huang, X. (2006). Effect of block size on the strength of lath martensite in low carbon steels. *Materials Science and Engineering : A*, 438-440(0) :237 – 240.
- [Mukherjee et al., 1969] Mukherjee, A., Bird, J., and Dorn, J. (1969). *Transactions of the ASM*, 62.
- [Murry, 2014] Murry, G. (2014). Aciers. généralités. *Techniques de l'ingénieur Propriétés et usages des aciers et des fontes*, base documentaire : TIB349DUO.(ref. article : m300). fre.
- [Nagesha et al., 2002] Nagesha, A., Valsan, M., Kannan, R., Rao, K. B. S., and Mannan, S. (2002). Influence of temperature on the low cycle fatigue behaviour of a modified 9Cr-1Mo ferritic steel. *International Journal of Fatigue*, 24(12) :1285 – 1293.
- [Nakagawa and Miyazaki, 1999] Nakagawa, H. and Miyazaki, T. (1999). Effect of retained austenite on the microstructure and mechanical properties of martensitic precipitation hardening stainless steel. *Journal of Materials Science*, 34(16) :3901–3908.
- [Ning et al., 2009] Ning, B., Shi, Q., Yan, Z., Fu, J., Liu, Y., and Bie, L. (2009). Variation of martensite phase transformation mechanism in minor-stressed T91 ferritic steel. *Journal of Nuclear Materials*, 393(1) :54 – 60.
- [Nishiyama et al., 1978] Nishiyama, Z., Fine, M., and Wayman, C. (1978). *Martensitic transformation*. Materials science and technology. Academic Press.
- [Olson and Cohen, 1975] Olson, G. and Cohen, M. (1975). Kinetics of strain-induced martensitic nucleation. *Metallurgical Transactions*, A 6(4) :791–795.
- [Orlovà et al., 1998] Orlovà, A., Bursík, J., Kucharovà, K., and Sklenicka, V. (1998). Microstructural development during high temperature creep of 9% Cr steel. *Materials Science and Engineering : A*, 245(1) :39–48.
- [Orowan, 1948] Orowan, E. (1948). Fracture and strength of solids. *Reports in Progress of Physics*.
- [Palaparti et al., 2013] Palaparti, D. R., Samuel, E. I., Choudhary, B., and Mathew, M. (2013). Creep properties of Grade 91 steel steam generator tube at 923K. *Procedia Engineering*, 55 :70 – 77. 6th International Conference on Creep, Fatigue and Creep-Fatigue Interaction.
- [Panait et al., 2010] Panait, C. G., Zielńska-Lipiec, A., Koziel, T., Czyrska-Filemonowicz, A., Gourgues-Lorenzon, A.-F., and Bendick, W. (2010). Evolution of dislocation density, size of subgrains and MX-type precipitates in a P91 steel during creep and during thermal ageing at 600°C for more than 100,000hs. *Materials Science and Engineering : A*, 527(16-17) :4062 – 4069.
- [Pesicka et al., 2003] Pesicka, J., Kuzel, R., Dronhofer, A., and Eggeler, G. (2003). The evolution of dislocation density during heat treatment and creep of tempered martensite ferritic steels. *Acta Materialia*, 51(16) :4847–4862.

- [Pineau, 1969] Pineau, A. (1969). *Etude du durcissement des aciers par un traitement thermomécanique (austénitiformage) et d'un alliage par précipitation cohérente et ordonnée*. PhD thesis, Université de Nancy.
- [Piozin, 2013] Piozin, E. (2013). *Rapport bibliographique de première année : Influence des traitements thermomécaniques sur la microstructure et les propriétés mécaniques à haute température d'aciers martensitiques à 9%Cr*. Rapport CEA/DEN/DANS/DMN/SRMA/LA2M/NT/2013/3343/A.
- [Polcik et al., 1999] Polcik, P., Sailer, T., Blum, W., Straub, S., Bursik, J., and Orlova, A. (1999). On the microstructural development of the tempered martensitic Cr-steel P 91 during long-term creep - a comparison of data. *Materials Science and Engineering A - Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 260(1-2) :252–259.
- [Rajasekhar et al., 2009] Rajasekhar, A., Reddy, G. M., Mohandas, T., and Murti, V. (2009). Influence of austenitizing temperature on microstructure and mechanical properties of AISI 431 martensitic stainless steel electron beam welds. *Materials & Design*, 30(5) :1612 – 1624.
- [Ratti, 2009] Ratti, M. (2009). *Développement de nouvelles nuances d'aciers ferritiques / martensitiques pour le gainage d'éléments combustibles des Réacteurs à Neutrons Rapides au sodium*. PhD thesis, Institut Polytechnique de Grenoble.
- [Ravizza, 1964] Ravizza, P. (1964). Quelques essais de déformation de l'austénite métastable effectués sur un acier à outils. *Revue de Métallurgie*, pages 577–585.
- [Raymond et al., 1965] Raymond, L., Gerberic, W. W., and Martin, C. (1965). Strain hardening of austenite and its effect on subsequently transformed martensite. *Journal of the Iron and Steel Institute*, 203(Part 9) :933–937.
- [RCC-MRx, 2012] RCC-MRx (2012). Règles de conception et de construction des matériels mécaniques des installations nucléaires.
- [Remillieux and Cizeron, 1972] Remillieux, Y. and Cizeron, G. (1972). Influence d'un traitement thermomécanique en phase austénitique métastable sur les caractéristiques mécaniques d'un acier du type 35 NCD 16. *Mémoires Scientifiques Revues Métallurgistes*, L. XIX :p. 1–10.
- [Ribarik,] Ribarik, G. *cmwp*. <http://csendes.elte.hu/cmwp>.
- [Roberts, 1970] Roberts, M. (1970). Effect of transformation substructure on the strength and toughness of Fe-Mn alloys. *Metallurgical Transactions*, 1 :3287–3294.
- [Rodriguez-Carvajal,] Rodriguez-Carvajal, J. Study of micro-structural effects by powder diffraction using the program fullprof. *LLB, CEA Saclay*.
- [Rodriguez-Carvajal, 2001] Rodriguez-Carvajal, J. (2001). Recent developments of the program fullprof. *Commission on Power Diffraction, IUCr, Newsletter*, 26.
- [Rosenberg and Piehler, 1971] Rosenberg, J. and Piehler, H. (1971). Calculation of the Taylor factor and lattice rotations for bcc metals deforming by pencil glide. *Metallurgical Transactions*, 2 :257–259.
- [Sandström and Lagneborg, 1975] Sandström, R. and Lagneborg, R. (1975). A model for static recrystallization after hot deformation. *Acta Metallurgica*, 23(4) :481 – 488.
- [Sarıkaya et al., 1983] Sarıkaya, M., Jhingan, A., and Thomas, G. (1983). Retained austenite and tempered martensite embrittlement in medium carbon steels. *Metallurgical Transactions A*, 14(6) :1121–1133.
- [Sauzay et al., 2005] Sauzay, M., Brillet, H., Monnet, I., Mottot, M., Barcelo, F., Fournier, B., and Pineau, A. (2005). Cyclically induced softening due to low-angle boundary annihilation in a martensitic steel. *Materials Science and Engineering : A*, 400-401(0) :241–244.
- [Sawada et al., 2011] Sawada, K., Kushima, H., Tabuchi, M., and Kimura, K. (2011). Microstructural degradation of Gr.91 steel during creep under low stress. *Materials Science and Engineering : A*, 528(16-17) :5511–5518.
- [Sears, 1992] Sears, V. (1992). Neutron scattering lengths and cross section. *Neutron news*, 3(3) :26–36.
- [Shen et al., 2008] Shen, Y., Kim, S., Cho, H., Han, C., Ryu, W., and Lee, C. (2008). M₂N nitride phases of 9% chromium steels for nuclear applications. *Journal of Nuclear Materials*, 378(2) :153 – 158.
- [Shrestha et al., 2012] Shrestha, T., Basirat, M., Charit, I., Potirniche, G. P., Rink, K. K., and Sahaym, U. (2012). Creep deformation mechanisms in modified 9Cr-1Mo steel. *Journal of Nuclear Materials*, 423(1-3) :110–119.
- [Shyne et al., 1960] Shyne, J., Zackay, V., and Schmatz, D. (1960). The strength of martensite formed from cold-worked austenite. *Transactions of the ASM*, 52 :346–361.
- [Skarek et al., 1967] Skarek, J., Habrovec, F., Kounicky, J., and Rys, P. (1967). Inheritance of defects by martensite in process of ausforming. *Journal of the Iron and Steel Institute*, 205(Part 3) :330–331.

- [Soussan, 2000] Soussan, P. (2000). Etude du fluage des aciers 9Cr1Mo-NbV. *Rapport de stage de DEA. Centre des Matériaux - Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris*.
- [Strife et al., 1977] Strife, J., Carr, M., and Ansell, G. (1977). Effect of austenite pre-strain above Md temperature on martensitic-transformation in Fe-Ni-Cr-C alloys. *Metallurgical Transactions A - Physical Metallurgy and Materials Science*, 8(9) :1471–1484.
- [Tanaka and Mura, 1981] Tanaka, K. and Mura, T. (1981). A dislocation model for fatigue crack initiation. *Journal of Applied Mechanics*, 48((1)) :97–103.
- [Taylor, 1934] Taylor, G. (1934). The mechanism of plastic deformation of crystals. part i : Theoretical. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A*, 145(855) :362–387.
- [Tetelman and McEvily, 1967] Tetelman, A. and McEvily, A. (1967). Fracture of structural materials.
- [Thomas and Schmitt, 2002] Thomas, B. and Schmitt, J.-H. (2002). Durcissement des aciers - mécanismes. *Techniques de l'ingénieur*, M4340.
- [Thomas, 1978] Thomas, G. (1978). Retained austenite and tempered martensite embrittlement. *Metallurgical Transactions A*, 9(3) :439–450.
- [Totemeier et al., 2006] Totemeier, T., Tian, H., and Simpson, J. (2006). Effect of normalization temperature on the creep strength of modified 9Cr-1Mo steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 37(5) :1519–1525.
- [Tsuchida et al., 1995] Tsuchida, Y., Okamoto, K., and Tokunaga, Y. (1995). Improvement of creep-rupture strength of 9Cr-1Mo-V-Nb-N steel by thermomechanical control process. *ISIJ International*, 35(3) :309–316.
- [Vitek and Klueh, 1983] Vitek, J. and Klueh, R. (1983). Precipitation reactions during the heat treatment of ferritic steels. *Metallurgical Transactions A*, 14(5) :1047–1055.
- [Wident, 2004] Wident, P. (2004). Matériaux de coeur et chaudière RCG-R - Thématique "Fabricabilité forte épaisseur" - Caractérisations mécaniques d'un acier type 9Cr. *Rapport CEA DEN/DANS/DMN/SRMA/LC2M/NT/2004-2627/A*.
- [Williamson and Smallman, 1956] Williamson, G. and Smallman, R. (1956). Dislocation densities in some annealed and cold-worked metals from measurements on the X-ray debye-scherrer spectrum. *Philosophical Magazine*, 1 :34–46.
- [Yang and Bhadeshia, 2009] Yang, H.-S. and Bhadeshia, H. (2009). Austenite grain size and the martensite-start temperature. *Scripta Materialia*, 60(7) :493 – 495.
- [Yoshino et al., 2008] Yoshino, M., Mishima, Y., Toda, Y., Kushima, H., Sawada, K., and Kimura, K. (2008). Influence of normalizing heat treatment on precipitation behaviour in modified 9Cr-1Mo steel. *Materials at High Temperatures*, 25(3) :149–158.
- [Yusa et al., 1999] Yusa, S., Hara, T., Tsuzaki, K., and Takahashi, T. (1999). Refinement of grain boundary cementite in medium-carbon tempered martensite by thermomechanical processing. *Materials Science and Engineering : A*, 273-275(0) :462 – 465.
- [Yvon and Carré, 2009] Yvon, P. and Carré, F. (2009). Structural materials challenges for advanced reactor systems. *Journal of Nuclear Materials*, 385(2) :217 – 222. Proceedings of the E-MRS 2008 Spring Meeting : Third Symposium on Nuclear Materials.
- [Zackay and Justusson, 1962] Zackay, V. and Justusson, W. (1962). The properties of martensitic steels formed from strain-hardened austenite. In *Conference Harrogate*.
- [Zhang et al., 2000] Zhang, W., Senior, B., and Noble, F. (2000). Comparison of effects of aging on fracture of 9Cr1Mo and 2.25Cr1Mo steel. *Materials Science Technology*, 7.
- [Zhang et al., 2010] Zhang, Z., Zhu, F., and Li, Y. (2010). Effect of thermomechanical control processing on microstructure and mechanical properties of Fe-0.2C-1.44Si-1.32Mn Hot Rolled TRIP Steel. *Journal of the Iron and Steel Institute Research International*, 17(7) :44–50.
- [Zhong, 2012] Zhong, S.-Y. (2012). *Etude des évolutions microstructurales à haute température en fonction des teneurs initiales en Y, Ti et O et, de leur incidence sur les hétérogénéités des déformations dans les aciers ODS Fe-14Cr1W*. PhD thesis, Université Paris Sud-11.
- [Zinkle, 2009] Zinkle, S. e. B. J. (2009). Structural materials for fission & fusion energy. *Materials Today*, 12(11) :12 – 19.

ANNEXE A

Annexe A : Tableaux récapitulatifs des données expérimentales

Les différentes données microstructurales et mécaniques, obtenues au cours de cette thèse, sont résumées dans les divers tableaux que constituent cette annexe. Les incertitudes proviennent des écart-types de mesures.

CONFIDENTIEL

Sommaire

A.1 Données microstructurales	220
A.1.1 Les ex-grains d'austénite	220
A.1.2 La matrice martensitique	220
A.1.3 L'austénite résiduelle	220
A.1.4 La densité de dislocations	220
A.1.5 Les précipités	220
A.2 Données mécaniques	220
A.2.1 La dureté	220
A.2.2 La traction	220
A.2.3 Le fluage	220
A.2.4 La fatigue	220
A.2.5 La fatigue-fluage	220
A.2.6 La résilience	220

A.1 Données microstructurales

A.1.1 Les ex-grains d'austénite

A.1.2 La matrice martensitique

A.1.3 L'austénite résiduelle

A.1.4 La densité de dislocations

Essais à la température ambiante

Essais en température

A.1.5 Les précipités

Au MET

Par Diffusion des Neutrons aux Petits Angles (DNPA)

Par diffraction des neutrons

Par analyse du résidu de dissolution sélective par diffraction des rayons X

A.2 Données mécaniques

A.2.1 La dureté

A.2.2 La traction

A.2.3 Le fluage

A.2.4 La fatigue

A.2.5 La fatigue-fluage

A.2.6 La résilience

ANNEXE B

Annexe B : Méthodes expérimentales de caractérisation de la microstructure

Les différentes méthodes expérimentales de caractérisation de la microstructure, employées au cours de cette thèse, sont présentées dans cette annexe.

Sommaire

B.1	Microscope Optique	222
B.1.1	Préparation des échantillons	222
B.1.2	Mesure des ex-grains d'austénite	222
B.2	Microscope Électronique à Balayage (MEB)	223
B.2.1	Préparation des échantillons	223
B.2.2	Mesure des blocs de martensite	224
B.3	Microscope Électronique en Transmission (MET)	227
B.3.1	Préparation des échantillons	227
B.3.2	Mesure des largeurs de lattes et des précipités	228
B.4	Dissolution sélective	230
B.5	La mesure du pouvoir ThermoÉlectrique (PTE)	232
B.6	La Diffusion des Neutrons aux Petits Angles (DNPA)	236
B.6.1	Principe de la mesure	236
B.6.2	Protocole expérimental	236
B.6.3	Traitement des données	236
B.6.4	Détermination des échantillons présentant des nano-objets et calcul du bruit de fond	237
B.6.5	Détermination de la taille, de la fraction volumique des nano-objets diffusants	237
B.6.6	Nature chimique des précipités	237
B.7	La diffraction des neutrons	241
B.7.1	Spectromètre G4.1	241
B.7.2	Spectromètre 3T2	243

B.1 Microscope Optique

B.1.1 Préparation des échantillons

Pour observer la microstructure au microscope optique, plusieurs attaques chimiques ont été utilisées.

Pour révéler les joints des ex-grains d'austénite, deux attaques peuvent être faites indépendamment l'une de l'autre :

- **une attaque Villela.** Elle contient :
 - 1 g d'acide picrique,
 - 5 mL d'acide chlorhydrique,
 - 100 mL d'éthanol.
- **une électro-attaque.** Elle contient :
 - 100 mL d'acide phosphorique,
 - 20 mL d'alcool éthylique,
 - 20 mL de butyl (éther monobutylique de l'éthylène glycol).

L'intensité doit être d'environ 20 A et la tension est d'environ 10 mV. Il faut réaliser l'attaque de 8 minutes en plusieurs fois, puisqu'il y a un risque de surchauffe de l'échantillon.

Pour révéler la veine de ferrite, **une attaque Nital** a été réalisée. Elle contient :

- 2% d'acide nitrique,
- 98% d'éthanol.

Pour révéler la fissuration intergranulaire de certains échantillons, un polissage OPS (silice colloïdale) de deux heures sur plateau vibrant est appliqué. La solution utilisée est Struers OP-S Suspension.

Pour révéler les zones recristallisées l'attaque Villela et le polissage OPS ont été utilisés.

Le microscope optique utilisé est un Olympus IX/70 et le logiciel d'acquisition d'images et de traitement des données est analySIS docu.

B.1.2 Mesure des ex-grains d'austénite

Pour observer les ex-grains d'austénite dont la température d'austénitisation est :

- de 1050 ou 1150°C, le grossissement du microscope optique est de 20,
- de 1200°C, le grossissement du microscope optique est de 10 ou de 20.

En général, les mesures sont effectuées sur :

- 5 photos pour une austénitisation à 1050 ou 1150°C
- 5 à 8 photos pour une austénitisation à 1200°C selon le grossissement.

Avec le logiciel Analysis, il est possible de tracer des segments et de connaître la valeur exacte de leur longueur. Ainsi, pour chaque grain d'austénite, la longueur du grain, puis perpendiculairement à cette première droite, la largeur sont tracées. Un exemple est donné sur la figure [B.1](#).

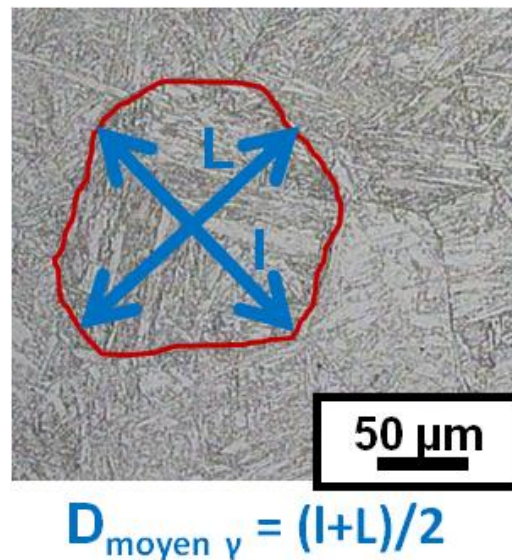


Figure B.1 – Mesure du diamètre moyen d'un ex-grain d'austénite.

Le diamètre des ex-grains d'austénite est déduit en calculant la moyenne de la longueur et de la largeur. Le facteur de forme est le rapport de la longueur sur la largeur.

B.2 Microscope Électronique à Balayage (MEB)

B.2.1 Préparation des échantillons

Observation "classique" des échantillons

La préparation des échantillons est identique à la préparation pour le microscope optique.

Plusieurs MEB sont utilisés.

- Au Centre des Matériaux : il s'agit du MEB LEO 1450VP et du
- Au CEA, il s'agit des MEB LEO S260 et d'un MEB-FEG Karl ZEISS Gemini 1525.

MEB-EBSD

Un polissage mécanique doit être effectué jusqu'à $1 \mu\text{m}$. Puis, pour enlever l'écrouissage de surface induit par le polissage mécanique, un polissage OPS est réalisé manuellement. Suivant les échantillons, le temps de polissage n'est pas le même. Mais il dure, en général, entre 2 à 5 minutes. Les ex-grains d'austénite doivent être à peine visibles.

Afin d'obtenir un meilleur polissage, il est nécessaire d'effectuer plusieurs "allers-retours" entre le drap diamantés de $1 \mu\text{m}$ et le polissage OPS. D'autre part, le dernier polissage OPS doit être effectué juste avant d'être mis dans le MEB pour les observations.

Les MEB utilisés sont le MEB LEO 1450VP et le MEB FEI Nova NanoSEM 450.

Le logiciel d'acquisition des cartographies EBSD se nomme OIM Data Collection 6.

Le pas d'analyse est de $0,5 \mu\text{m}$ pour les états non-laminés ou laminés de 25% de réduction en épaisseur et de $0,25 \mu\text{m}$ pour les états laminés de 50% de réduction en épaisseur. L'angle d'inclinaison de l'échantillon est de 70° . La caméra utilisée est la caméra Hikari.

Le courant du filament du MEB est de 2 nA et la tension de 20 kV.

Observation des faciès de rupture

Si les éprouvettes ayant rompu, ont été sollicitées en température, elles doivent être désoxydées. Les éprouvettes sont plongées dans un bœcher de solution désoxydante, qui lui-même est dans un bac d'ultrasons. La solution utilisée contient :

- 0,2 g d'héxaméthylène tétramyle,
- 80 mL d'eau distillée,
- 20 mL d'acide chlorhydrique.

Il faut attendre entre 10 et 15 minutes. Puis rincer les éprouvettes à l'éthanol et les sécher. Si la couche d'oxyde est faible et que l'éprouvette est plongée est trop longtemps dans la solution, des piqures de corrosion peuvent apparaître sur l'éprouvette.

Avant de les introduire dans le MEB, les éprouvettes doivent être dépoussiérées. Si les éprouvettes ont été sollicitées à la température ambiante, il faut seulement les nettoyer à l'éthanol, les sécher et les dépoussiérer.

Les MEB utilisés sont :

- Au Centre des Matériaux : il s'agit du MEB LEO 1450VP et du MEB ZEISS DSM982.
- Au CEA, il s'agit des MEB LEO S260 (CEA/SRMA) et d'un MEB-FEG Karl ZEISS Gemini 1525 (CEA/SRMP).

B.2.2 Mesure des blocs de martensite

Les cartographies EBSD acquissent à l'aide du logiciel OIM Data Collection 6 sont traitées dans le logiciel OIM Data Analysis 6.

Tout d'abord, les points non ou mal indexés sur les cartographies EBSD sont regardés.

Selon les cas, les zones présentant un nombre élevé de points non ou mal indexés, sont ôtées.

Ensuite, les cartographies EBSD sont nettoyées.

Les conditions de nettoyage sont les suivantes, tableau [B.1](#) et figure [B.2](#).

Conditions de nettoyage	Valeurs données au logiciel
Grain Dilation	C'est la seule case cochée dans l'onglet "Cleanup Type".
Grain Tolerance Angle	4
Minimum Grain Size	9
Single Iteration	Cette case est décochée afin que les cartographies soient totalement nettoyées.

Tableau B.1 – Conditions de nettoyage des cartographies EBSD.

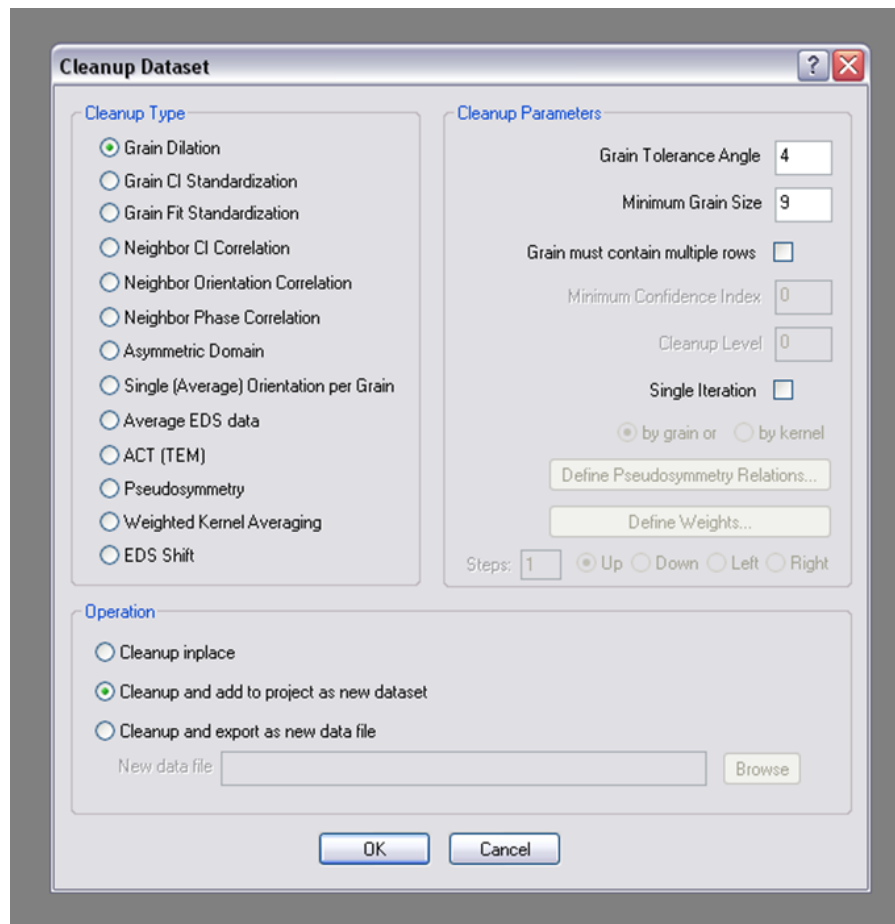


Figure B.2 – Impression écran de la fenêtre de nettoyage des cartographies EBSD dans le logiciel OIM Data Analysis 6.

Puis, le profil de désorientation est tracé. Il permet de choisir un critère de désorientation entre les blocs de lattes.

L'étape suivante consiste à demander au logiciel de détecter les blocs de lattes. Les conditions fournies au logiciel sont les suivantes, tableau B.2 et figure B.3.

Conditions de détection des blocs de lattes	Valeurs données au logiciel
Grain Tolerance Angle	10
Minimum Grain Size	5
Apply partition before calculation	La case est sélectionnée. L'algorithme qui définit les limites entre les blocs de lattes peut être exécuté avant ou après la cartographie de détection des grains. Si cette case n'est pas cochée, l'algorithme est exécuté après la cartographie et des points isolés d'un même bloc de lattes sont considérés comme un autre blocs de lattes.

Tableau B.2 – Conditions de détection des blocs de lattes.

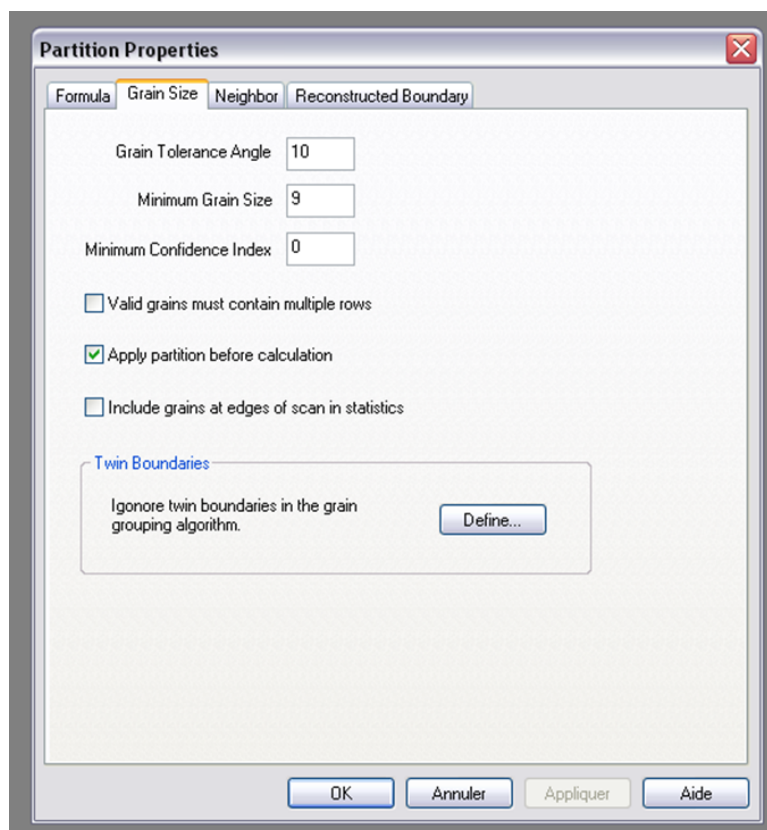


Figure B.3 – Impression écran de la fenêtre de détection des blocs de lattes dans le logiciel OIM Data Analysis 6.

Il est demandé au logiciel de détecter les blocs de lattes qu'il voit sur la cartographie d'après les conditions énumérées précédemment. Un contrôle visuel est effectué afin de voir si ce que le logiciel détecte est en adéquation avec ce que nous pensons être des blocs de lattes.

Puis, nous ordonnons au logiciel de nous exporter les données. Et, comme nous souhaitons connaître la largeur des blocs de lattes, nous demandons au logiciel de détecter "les grains" comme des ellipses. Nous cochons donc les paramètres suivants, figure B.4.

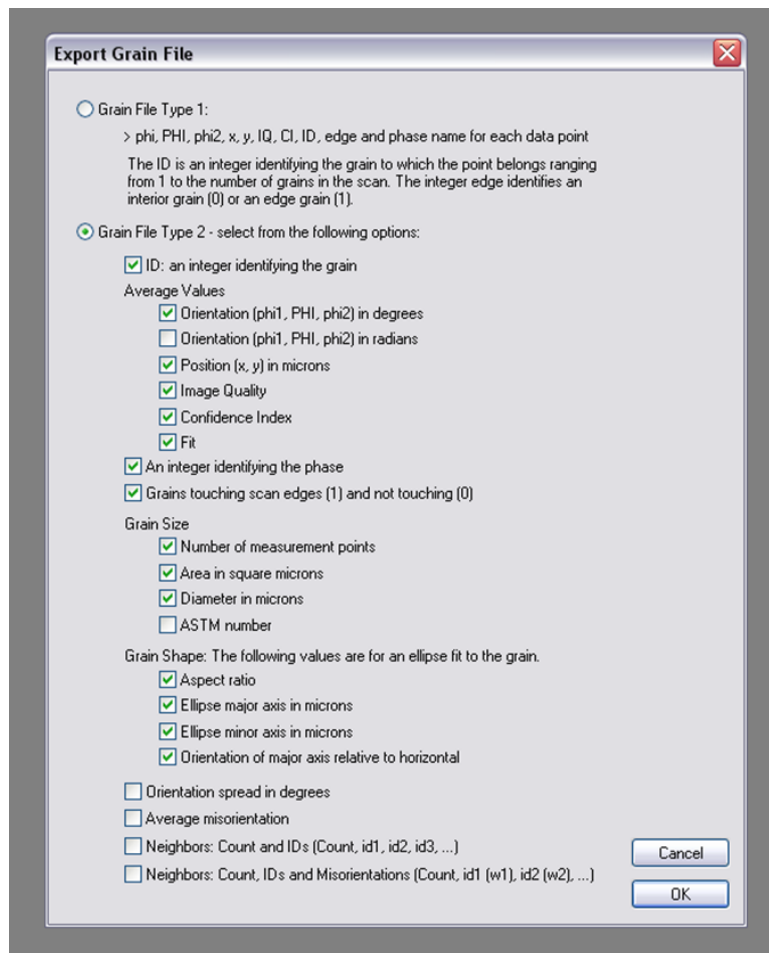


Figure B.4 – Impression écran de la fenêtre d’analyse des blocs de lattes dans le logiciel OIM Data Analysis 6.

B.3 Microscope Électronique en Transmission (MET)

B.3.1 Préparation des échantillons

Lames minces

Chaque face de l’échantillon est polie mécaniquement avec du papier SiC de grade 320, 600, 1200 jusqu’à obtenir une épaisseur finale de 70 μm . Puis, l’échantillon est découpé en pièces rondes de 3 mm de diamètre et électropoli avec un TENUPO. Les solutions chimiques utilisées sont :

- **Solution 90/10 :**
 - 90% de méthanol
 - 10% d’acide perchlorique à 70%
- **Solution 721 :**
 - 70% d’éthanol absolu,
 - 20% d’éther monobutylique d’éthylène glycol (butoxyéthanol),
 - 10% d’acide perchlorique à 70%.

Les deux solutions conduisent à une qualité d’observation plus que convenable.

Pour les deux solutions, l’intensité doit être comprise entre 0 et 200 mA, la tension est de 30 V.

La température de perçage des lames doit être comprise entre -10°C et -7°C pour la solution 90/10 tandis qu’elle doit être supérieure à 0°C pour la solution 721.

Toutes les lames minces sont observées sur un MET JEOL 2010 à 200 kV. Les images sont acquises à l’aide d’une caméra Orius et le logiciel d’acquisition est DigitalMicrograph.

Répliques extractives au carbone

Pour déterminer la taille des précipités $M_{23}C_6$ et intragranulaires des répliques extractives au carbone ont été réalisées. Cette technique est constituée de quatre étapes :

1. un polissage mécanique identique à celui pratiqué pour observer les échantillons au microscope optique ou MEB.
2. une attaque électrochimique de la matrice. La solution employée est constituée de :
 - 100 mL d'acétylacétone,
 - 10 g de chlorure de tétraméthylammonium,
 - méthanol pour 1 L de solution. Le potentiel de travail est de 1,3 V et la température d'électro-attaque est la température ambiante.
3. un dépôt de carbone effectué avec l'évaporateur EDWARDS AUTO 306.
4. une dissolution anodique de la matrice. Les conditions sont les mêmes que pour l'attaque électrochimique de la matrice.
5. Chaque réplique est ensuite piégée dans une grille en cuivre de 3 mm de diamètre et observée au MET.

Toutes les répliques sont observées sur MET FEI Tecna F20 à 200 kV. Les images sont acquises à l'aide d'une caméra Orius et le logiciel d'acquisition est DigitalMicrograph.

B.3.2 Mesure des largeurs de lattes et des précipités

Les images prises au MET, à l'aide du logiciel DigitalMicrograph, sous format .dm3 sont converties en images .tif. Elles sont ensuite traitées sur une tablette graphique à l'aide du logiciel Visilog. La calibration : taille du pixel en nm, est faite en premier.

Mesure des lattes

Il est possible sous Visilog de tracer des segments et de connaître leur longueur.

Un stylet graphique nous aide à placer le segment et à ajuster sa taille. Nous positionnons le segment perpendiculairement à la latte et la longueur de ce dernier correspond à la largeur de cette latte.

S'il existe plusieurs lattes, parallèles les unes aux autres, nous traçons un segment par latte mais de façon à ce qu'ils soient les uns à la suite des autres, comme le montre la figure B.5.

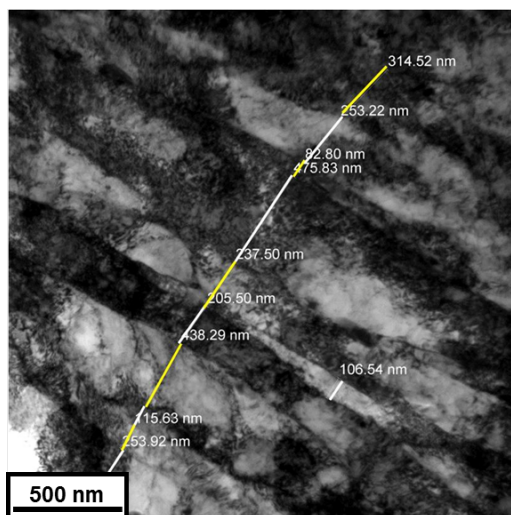


Figure B.5 – Détermination de la largeur des lattes de martensite dans l'état A1200-L500,25%(LT)-R700 ST

Mesure des précipités

Il est possible sous Visilog de tracer des contours fermés et de connaître la surface de ces derniers. Un stylet graphique nous aide à dessiner le contour des précipités.

A partir de la surface, nous en déduisons le diamètre équivalent. Sur des images à faibles grossissements (de 26 000 à 86 000), seulement les gros précipités sont mesurés.

Sur les images à forts grossissements (de 125 000 à 350 000), seulement les petits précipités sont mesurés.

La méthode de mesure est illustrée sur la figure B.6.

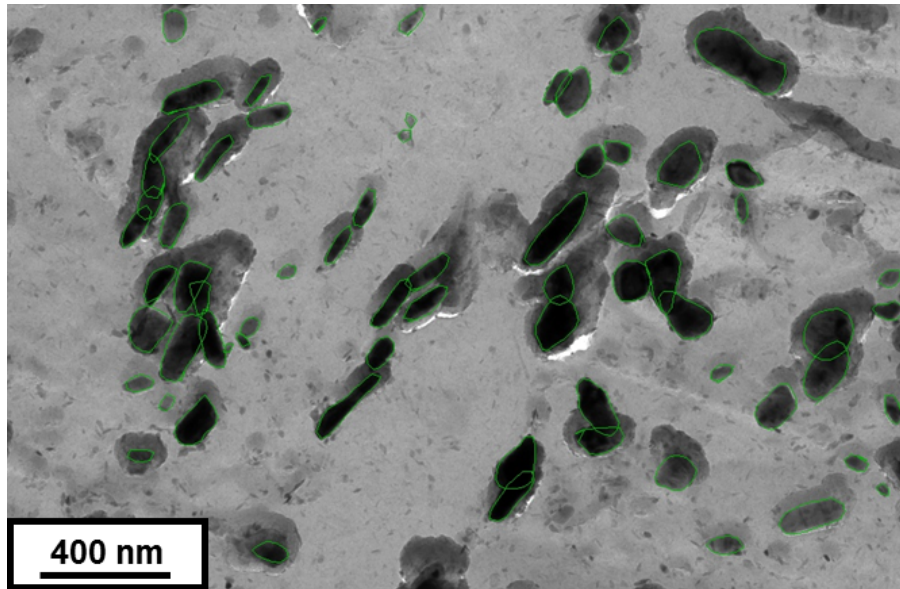


Figure B.6 – Détermination de la surface des précipités (en l'occurrence des $M_{23}C_6$) dans l'état A1200-L500,25%-R700.

La fraction volumique des précipités intragranulaires est déterminée à partir de l'équation :

$$f_{volumique \ intragranulaire} = \sum_{i=1}^n \frac{\pi \cdot R_i^2}{D_i \cdot S_{analysée}} \quad (B.3.1)$$

avec :

- n, le nombre de précipités,
- R, le rayon d'un précipité,
- D, le diamètre d'un précipité,
- $S_{analysée}$, la surface analysée au MET.

Seulement la partie la plus sombre des précipités est prise en compte pour la mesure du diamètre équivalent. Autour des précipités, il est observé une zone plus sombre que la réplique et moins sombre que les précipités. Il semblerait que ce soit de la matrice non dissoute lors de la deuxième et dernière électroattaque.

B.4 Dissolution sélective

La dissolution sélective a été faite dans le but de déterminer les fractions volumiques des précipités. L'échantillon de Grade 91 est plongé au milieu d'une grille en platine (la contre-électrode) dans une solution de 90% de méthanol et 10% de HCl. Un barbotage d'Argon est effectué et la température de la solution est suivie toutes les heures : $20 \pm 1^\circ\text{C}$.

Une réaction d'oxydo-réduction est réalisée. Le courant anodique imposé est de $1 \pm 0,005$ A. Le potentiel varie en fonction du temps de dissolution. En effet, plus la surface de l'échantillon diminue (est attaquée), plus le potentiel augmente.

Après 20 heures de dissolution anodique, la solution contenant les précipités est filtrée par un dispositif de type Büchner. Le papier filtre utilisé a un diamètre de pores minimal de 200 nm. La solution est passée deux fois à travers le filtre. Puis ce dernier est nettoyé avec de l'éthanol jusqu'à ce que la solution en sortie de filtre atteigne un pH neutre.

Le filtre est alors mis sous étuve à 50°C pendant 72 heures.

Le filtre contenant les précipités est ensuite étudié par diffraction des rayons X. Le diffractomètre utilisé est le Brüker D8 Advance sous une tension de 40V et une intensité de 40 mA, avec le détecteur LynxEye.

Le schéma du dispositif de dissolution sélective est donné à la figure B.7.

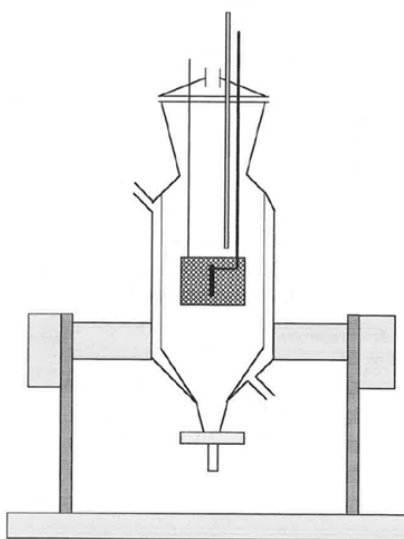
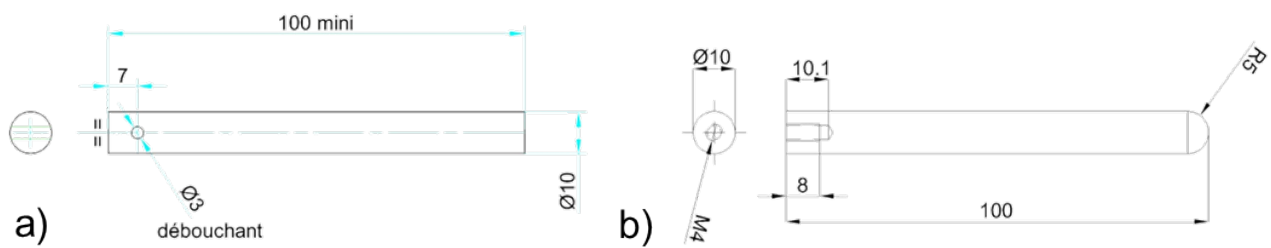


Figure B.7 – Schéma du dispositif de dissolution sélective.

Différentes géométries ont été utilisées pour la dissolution sélective (cf. tableau B.3). La géométrie 2 est une optimisation de la géométrie 1. Les schémas des deux types d'éprouvettes sont donnés sur la figure B.8.

États métallurgiques	Géométries utilisées
A1050-BT	Géométrie 2
A1150-BT	
A1200-BT	
A1200-L600,50%-BT	
A1050-R780	Géométrie 1
A1150-R700	
A1200-R700	
A1200-R750	
A1200-L500,25%-R700	Géométrie 2

Tableau B.3 – Conditions de détection des blocs de lattes.**Figure B.8** – Les deux types de géométries des éprouvettes de dissolution sélective : a) Géométrie 1 et b) Géométrie 2 (côtes en mm).

B.5 La mesure du pouvoir ThermoÉlectrique (PTE)

La mesure du Pouvoir ThermoÉlectrique (PTE) consiste à mesurer une différence de potentiel électrique due à la présence d'un gradient thermique imposé aux jonctions de deux métaux A et B [Kleber et al., 2005]. C'est l'effet Seebeck qui est la résultante de deux effets : l'effet Peltier et l'effet Thomson.

– **L'effet Peltier**

Lorsque deux métaux conducteurs A et B, de natures chimiques différentes, mais de même température sont joints, une différence de potentiel électrique apparaît aux extrémités des deux conducteurs, qui résulte de leur tendance à égaliser leurs potentiels électrochimiques.

– **L'effet Thomson**

Lorsqu'un métal conducteur est soumis à un gradient thermique, une différence de potentiel électrique (flux de chaleur) apparaît dans le conducteur.

$$PTE_{mesuré} = PTE_A - PTE_B = \frac{dV}{dT} \quad (B.5.1)$$

Comme schématisé sur la figure B.9, le métal analysé, noté A, est mis en pression contre deux blocs d'un autre métal, noté B. L'un des deux blocs du métal B est maintenu à 15°C et le deuxième bloc est maintenu à 25°C pour obtenir une différence de température ΔT . Une différence de potentiel ΔV est générée au contact des deux métaux. Ainsi, le PTE mesuré est un PTE relatif à un métal pur :

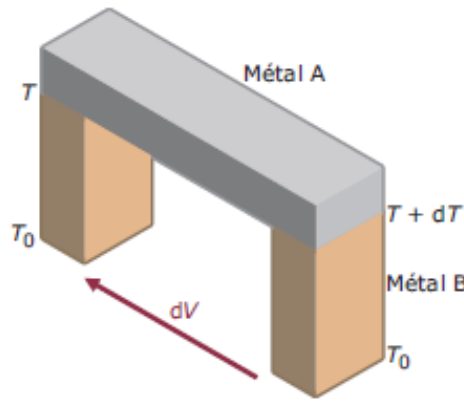


Figure B.9 – Schéma du dispositif de mesure du pouvoir ThermoÉlectrique (PTE) [Kleber et al., 2005].

Le PTE varie en fonction des différents défauts du réseau cristallin :

- les atomes en solution solide,
- les précipités,
- les dislocations,
- la texture morphologique.

Il est supposé que le PTE peut s'écrire sous la forme :

$$PTE_{matériau} = PTE_0 + PTE_{solution\ solide} + PTE_{précipités} + PTE_{dislocations} \quad (B.5.2)$$

avec PTE_0 : le PTE d'un matériau pur.

1. L'influence des divers éléments en solution solide sur le PTE

La variation de PTE due aux éléments en solution solide est majeure et est donnée par la loi de Gorter-Nordheim :

$$\rho.PTE_{solution\ solide} = \sum_i \rho_i.PTE_i \quad (B.5.3)$$

avec :

- ρ , la résistivité du matériau étudié, égale à (règle de Mathiessen) :,

$$\rho = \rho_0 + \sum_i \rho_i \quad (B.5.4)$$

- ρ_0 , la résistivité de la matrice libre de tout élément en solution solide,
- ρ_i , l'augmentation de résistivité spécifique des atomes en solution solide.
- $PTE_{solution\ solide}$, le PTE du matériau dû aux éléments en solution solide i ,
- PTE_i , le PTE spécifique des atomes en solution solide i . avec :

$$\rho_i = \alpha_i.C_i \quad (B.5.5)$$

- α_i , la résistivité spécifique des atomes en solution solide i ,
- C_i , la concentration des atomes en solution solide i .

En conséquence,

$$PTE_{solution\ solide} = \frac{\sum_i \alpha_i.C_i.PTE_i}{\rho_0 + \sum_i \alpha_i.C_i} \quad (B.5.6)$$

Pour de faibles concentrations en soluté, le PTE est proportionnelle au coefficient d'influence ainsi qu'à la concentration respective des éléments en solution solide, ainsi :

$$PTE_{solution\ solide} = \sum_i k_i.C_i \quad (B.5.7)$$

avec :

$$k_i = \frac{\alpha_i.PTE_i}{\rho} \quad (B.5.8)$$

Dans sa thèse, Houze [Houze, 2002] a résumé les coefficients d'influence de plusieurs éléments en solution solide ici de matrice différente (cf. tableau B.4).

Eléments chimiques	Coefficient d'influence k_i ($\mu V/(K\%)$)	Domaine de validité	Alliage	Références
C	-45	< 500 ppm	Fe-C	Benkirat, 1987
	-40		Acier extra-doux Fe-C-Mn	Brahmi, 1993
	-20	0-0,4%	Acier Fe-13%Cr-0,45%C-0,44%Mn-0,38%Ni	Caballero, 2004
N	-25	< 500 ppm	Fe-N	Borelly, 1985
	-20		Aciers extra-doux	Brahmi, 1993
Al	-28			
Mn	$\frac{1}{\frac{\Delta PTE_{Mn}}{-0,24} - 0,66} = \frac{1}{C_{Mn}}$	≤ 500 ppm	Acier extra-doux Fe-C-Mn	
Cu	-7	0,1 - 0,6%	Binaire Fe-Cu	Houze, 2002
Cr	+2,9	1	Binaire Fe-Cr	Houze, 2002
	42,6 $\mu\Omega.cm.\mu V/(K\%)$	1 - 3%		
	-0,30	0 - 30%	Acier Fe-13%Cr-0,45%C-0,44%Mn-0,38%Ni	Caballero, 2004
Mo	+0,9	0,1 - 2%	Binaire Fe-Mo	Houze, 2002

Tableau B.4 – Coefficients d'influence des éléments en solution solide sur le PTE [Houze, 2002].

2. L'influence des précipités

Dans le cas des précipités incohérents avec la matrice et si leur fraction volumique est inférieure à 10%, la variation du PTE est considérée comme négligeable [Kleber et al., 2005].

En revanche, les précipités cohérents ont une influence sur le PTE. Celle-ci varie en fonction de la nature, de la taille, de la morphologie et de la fraction volumique de ces précipités. Cependant, il n'existe pas de relation bien établie permettant d'évaluer cet effet.

3. L'influence des dislocations

A température ambiante, l'introduction de dislocations dans des alliages métalliques diminue le PTE et ceci, proportionnellement à la quantité introduite.

Caballero a également trouvé que le PTE est dépendant du diamètre des ex-grains d'austénite et du pourcentage d'austénite résiduelle pour un acier austénitique : Fe-13%Cr-0,45%C-0,38%Ni-0,32%Si-0,44%Mn. Elle a défini deux relations [Caballero et al., 2004].

4. L'influence des ex-grains d'austénite

Il existe une relation entre la différence de PTE et la différence de diamètre des ex-grains d'austénite, D.

$$\Delta PTE_{grains \ \gamma} = 1,6. \left[1 - \exp\left(-\frac{\Delta D}{20}\right) \right] \quad (B.5.9)$$

Avec D, le diamètre des ex-grains d'austénite compris entre 20 et 160 μm .

5. L'influence de l'austénite résiduelle

Il existe une relation linéaire entre la différence de PTE et la différence de fraction d'austénite résiduelle.

$$\Delta PTE_{\gamma \text{ résiduelle}} = 0,087. \Delta \% \gamma \text{résiduelle} \quad (B.5.10)$$

Avec des pourcentages d'austénite résiduelle compris entre 2 et 30%.

B.6 La Diffusion des Neutrons aux Petits Angles (DNPA)

La technique de Diffusion des Neutrons aux Petits Angles (DNPA) permet de caractériser la taille, la forme, la fraction volumique et parfois la composition chimique d'objets nanométriques (particules, porosité, hétérogénéités de 0,5 nm à 20 nm) dans une matrice,

B.6.1 Principe de la mesure

La diffusion des neutrons aux petits angles consiste à envoyer un faisceau monochromatique, collimaté, de neutrons sur un échantillon et à mesurer la distribution d'intensité du faisceau diffusé dans un faible domaine angulaire (environ 5°). La direction de diffusion est caractérisée par le vecteur de diffusion dont la norme q est liée à la longueur d'onde λ et à l'angle de diffusion 2θ , equation B.6.1.

$$q = \frac{4\pi \cdot \sin\theta}{\lambda} \quad (\text{B.6.1})$$

La diffusion des neutrons par la matière provient de deux contributions distinctes [Mathon et al., 245] :

- l'interaction nucléaire entre les neutrons et les noyaux des atomes,
- l'interaction magnétique entre le spin des neutrons des couches non remplies et le moment magnétique des atomes.

L'acier de Grade 91 étant constitué d'une matrice ferromagnétique, on observe les deux contributions (nucléaire et magnétique) pour la matrice. Hormis pour les carbures de fer (Fe_3C) qui sont magnétiques, la majorité des précipités ne contribuent qu'à l'interaction nucléaire.

B.6.2 Protocole expérimental

Les mesures par DNPA ont été effectuées au Laboratoire Léon Brillouin au CEA Saclay sur l'instrument PAXE.

L'échantillon, de 10 mm×10mm×1mm, est placé sur le trajet d'un faisceau de neutrons collimaté, au sein d'un champ magnétique (appliqué perpendiculairement au faisceau), figure B.10, et le signal est récupéré sur un multi-détecteur. Celui-ci est composé de 64×64 cellules de 1 cm². Il peut se déplacer dans une enceinte sous vide pour être positionné à une distance comprise entre 1 m et 7 m par rapport à l'échantillon analysé et ainsi couvrir une large gammes de longueurs d'onde (4 à 20 Å).

Pour cette campagne de DNPA, le détecteur a été placé à 2 m et à 5m de l'échantillon qui correspondent respectivement à des longueurs d'onde de 6Å (vecteur de diffusion de 1,6 nm⁻¹) et 9 Å (vecteur de diffusion de 0,1 nm⁻¹).

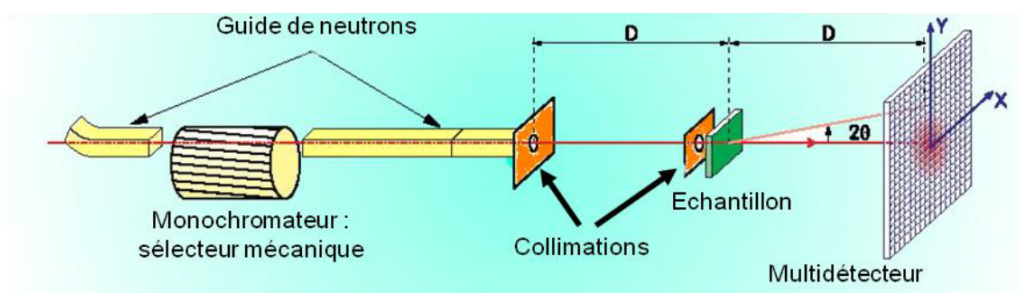


Figure B.10 – Schéma d'un spectromètre de diffusion des neutrons aux petits angles [Ratti, 2009].

B.6.3 Traitement des données

Traitement du signal

En premier lieu, un traitement du signal mesuré est effectué afin de s'affranchir des artéfacts liés aux des conditions expérimentales (contribution du porte-objet, contribution du vide, facteur de transmission, correction d'efficacité des cellules du détecteur,...) [Zhong, 2012].

Chaque cellule du multi-détecteur, repérée par un couple (x,y), auquel correspond un vecteur de diffusion q , a reçu un nombre d'impulsions correspondant à un nombre de neutrons diffusés. Dans un second temps, il faut donc regrouper les cellules en fonction de l'angle de diffusion et donc de q . Dans le cas de spectres anisotropes (cas de notre étude), le regroupement s'effectue seulement sur une partie des cellules appartenant à deux secteurs angulaires, afin de séparer la contribution magnétique et la contribution nucléaire :

- un premier suivant la direction parallèle au champ magnétique (l'intensité diffusée correspond à une contribution magnétique maximale) : $I_{\text{corrigé para}}$,
- un second suivant la direction perpendiculaire (l'intensité diffusée correspond à une contribution magnétique nulle) : $I_{\text{corrigé perp}}$,

sur des secteurs angulaires d'environ 20°.

Puis, les données des deux configurations (2 m et 5 m) sont regroupées. Et pour tous les états métallurgiques, on trace la courbe $I_{\text{corrigé perp}}$ et $I_{\text{corrigé para}} = f(q)$. Il faut vérifier que $I_{\text{corrigé perp}}$ soit supérieure à $I_{\text{corrigé para}}$ pour le domaine de q étudié. C'est bien le cas pour l'ensemble de nos données.

B.6.4 Détermination des échantillons présentant des nano-objets et calcul du bruit de fond

Pour savoir si les états métallurgiques présentent des nano-objets diffusants, il faut savoir s'ils suivent une loi de Porod ou non, c'est à dire que l'intensité diffusée présente un comportement asymptotique en q^{-4} , équation B.6.2 :

$$I_{\text{corrigé perp ou para}} \propto q^{-4} + \text{bruit de fond} \quad (\text{B.6.2})$$

Pour cela, $\ln(I_{\text{corrigé perp ou para}})$ est tracé en fonction de $\ln(q)$ et on ajoute une droite avec un pente de -4 sur les données.

Si la droite se confond avec les données, cela signifie que l'échantillon suit la loi de Porod et ne comporte pas de nano-objets diffusants. On pourra seulement déterminer un bruit de fond.

Si la droite ne se confond pas avec les données, l'échantillon comporte des nano-objets diffusants.

Pour déterminer le bruit de fond, $I_{\text{corrigé perp ou para}} \cdot q^4$ est tracé en fonction de q^4 . Le coefficient directeur de la droite ajustée sur la courbe correspond au bruit de fond.

B.6.5 Détermination de la taille, de la fraction volumique des nano-objets diffusants

Pour les états métallurgiques ne suivant pas la loi de Porod, donc a priori contenant des nano-objets diffusants, la courbe représentant le logarithme de l'intensité diffusée ($I_{\text{corrigé perp}} - I_{\text{corrigé para}}$ nommé I_{mag}) en fonction du vecteur de diffusion q est reproduite en testant différents modèles. L'ajustement est réalisé par minimisation de type Levenberg-Marquardt.

Pour les états bruts de trempe, le modèle choisi est une gaussienne d'ellipses (les précipités analysés sont les M_3C qui ont la forme d'une ellipse) et pour les états revenus, le modèle choisi est une combinaison de deux gaussiennes de sphères (les précipités analysés sont les précipités intragranulaires, d'après les observations MET, ils ressemblent à des sphères).

Pour deux distributions de tailles de particules identiques, l'intensité diffusée s'écrit :

$$I = (\Delta\rho_{\text{nucl}}^2 + \Delta\rho_{\text{mag}}^2 \cdot \sin^2 \alpha) \cdot S(\vec{q}, R) \cdot \left[f_{p1} \cdot \frac{\int_0^\infty h_1(R) \cdot V_1^2(R) \cdot F^2(q, R) \cdot dR}{\int_0^\infty h_1(R) \cdot V_1(R) \cdot dR} + f_{p2} \cdot \frac{\int_0^\infty h_2(R) \cdot V_2^2(R) \cdot F^2(q, R) \cdot dR}{\int_0^\infty h_2(R) \cdot V_2(R) \cdot dR} \right] \quad (\text{B.6.3})$$

Avec :

$$h_i(R) = \frac{1}{\sqrt{2 \cdot \pi} \cdot \sigma_i} \cdot \exp\left[-\frac{(R - R_{m,i})^2}{2 \cdot \sigma_i^2}\right] \quad (\text{B.6.4})$$

Les paramètres ajustables sont :

- C , le terme indépendant de la taille des particules,
- $R_{m,i}$, le rayon moyen des nano-objets diffusants de nature i ,
- σ_i , l'écart-type sur le rayon moyen des nano-objets diffusants de nature i ,
- $f_{p,i}$, la demi-largeur à mi-hauteur de la distribution gaussienne des nano-objets de nature i .

B.6.6 Nature chimique des précipités

Expérimentalement, la nature chimique des précipités peut être déterminée par le rapport des intensités diffusées suivant la direction parallèle au champ magnétique et suivant la direction perpendiculaire au champ magnétique (noté A, équation B.6.5).

Ce rapport A peut également être estimé par le calcul puisque les intensités diffusées sont reliées aux rapports des contrastes magnétiques et nucléaires selon l'équation B.6.5 :

$$A = \frac{I_{\text{corrigé } perp}}{I_{\text{corrigé } para}} = 1 + \frac{\Delta\rho_{mag}^2}{\Delta\rho_{nucl}^2} \quad (\text{B.6.5})$$

avec $\Delta\rho_{mag}$, le contraste d'origine magnétique et $\Delta\rho_{nucl}$, le contraste d'origine nucléaire définis par les équations B.6.6 et B.6.7.

$$\Delta\rho_{mag} = \frac{b_{mag}^p}{V_{at}^p} - \frac{b_{mag}^m}{V_{at}^m} \quad (\text{B.6.6})$$

$$\Delta\rho_{nucl} = \frac{b_{nucl}^p}{V_{at}^p} - \frac{b_{nucl}^m}{V_{at}^m} \quad (\text{B.6.7})$$

avec :

- b^p , la longueur de diffusion du précipité,
- b^m , la longueur de diffusion de la matrice,
- V_{at}^p , le volume atomique du précipité,
- V_{at}^m , le volume atomique de la matrice.

La longueur de diffusion magnétique est donnée par l'équation B.6.8 :

$$b_{mag}^{m \text{ ou } p} = -\frac{\gamma \cdot r_0}{2} \cdot \mu \quad (\text{B.6.8})$$

avec :

- γ , le facteur gyromagnétique du neutron égal à -1,913 (magnéton de Bohr⁻¹),
- r_0 , le rayon de l'électron égal à $0,2818 \cdot 10^{-4}$ Å,
- μ le moment magnétique moyen des atomes (magnéton de Bohr).
- *Dans le cas de notre matrice :*
Seuls les atomes de fer présentent un moment magnétique, légèrement influencé par les éléments d'alliage.
En supposant uniquement un système Fe-Cr de concentration atomique en Cr (C_{Cr}), le moment magnétique moyen des atomes est égal à [Aldred et al., 1976] :

$$\mu(\text{magnéton de Bohr}) = \mu_{Fe} - 2,39 \cdot C_{Cr} \quad (\text{B.6.9})$$

avec : $\mu_{Fe} = 2,217$ magnéton de Bohr.

- *Dans le cas des précipités :*
En dessous de 40% de fer, le moment magnétique moyen des atomes est égal à 0 et il en est de même avec b_{mag}^m [Moorjani and Coey, 1984]. Dans le cas de la cémentite M_3C , le moment magnétique moyen des carbures de fer est considéré comme étant égal à celui de la matrice [Berkowitz and Keneller, 1969], [Mauriès, 2008].

La longueur de diffusion nucléaire ($b_{nucl}^{m \text{ ou } p}$) est calculée à partir de la composition chimique atomique des précipités (C_i) ou de la matrice et des longueurs de diffusion des éléments chimiques ($b_{nucl,i}$, cf. tableau B.5) selon l'équation B.6.10.

$$b_{nucl}^{m \text{ ou } p} = C_i \cdot b_{nucl,i} \quad (\text{B.6.10})$$

Éléments	Fe	Cr	Mo	Nb	V	C	N
b (10 ⁻¹² cm)	0,945	0,3635	0,6715	0,7054	-0,03824	0,6646	0,936
Éléments	Ni	Mn	Al	Si	P	S	
b (10 ⁻¹² cm)	1,03	0,5375	0,3449	0,41491	0,513	0,2847	

Tableau B.5 – Longueur de diffusion des éléments chimiques présents dans la nuance de Grade 91 étudiée [Sears, 1992].

Ainsi, pour la matrice de la nuance de Grade 91 étudiée :

- $b_{mag}^m = 5,37.10^{-13}$ cm,
 - $b_{nucl}^m = 8,79.10^{-13}$ cm,
 - $V_{at}^m = 1,18.10^{-23}$ cm³ avec un paramètre de maille de $2,86.10^{-10}$ cm et une multiplicité de maille de 2.
- Et pour les précipités, les données sont reportées dans le tableau [B.6](#).

Précipités	N(*)	a (Å)	c (Å)	V_{at}^p (Å ³)	$\Delta^2\rho_{nucl}$ (10 ²¹ cm ⁻⁴)	$\Delta\rho_{mag}^2$ (10 ²¹ cm ⁻⁴)	A
$(Cr_{60\%}Fe_{30\%}Mo_{10\%})_{23}C_6$	116	10,7		10,4	1,09	2,07	2,9
		10,84		11,0	1,23		2,7
		10,63		10,4	1,07		2,9
VC	8	4,16		9,00	1,58		2,3
VN		4,14		8,84	0,57		4,7
$V(C_{0,5\%}N_{0,5\%})$		4,13		8,82	0,98		3,1
$(V_{0,8\%}Nb_{0,2\%})N$		4,13		8,82	0,98		3,1
NbC		4,47		11,2	17,5		12,8
$(Nb_{0,5\%}V_{0,5\%})C$		4,42		10,8	0,79		3,6
$(Cr_{80\%}Fe_{20\%})_2C$	3	2,79	4,68	10,5	0,53		4,9
		2,55	4,31	8,12	0,42		5,9
		2,75	4,45	9,72	0,35		6,8
$(Cr_{80\%}Fe_{20\%})_2N$	9	2,79	4,68	3,51	11,1		1,2
		2,55	4,31	2,71	25,2		1,1
		2,75	4,45	3,24	14,5		1,1
$(Cr_{80\%}Fe_{20\%})_2(C_{0,5}N_{0,5})$	3	2,79	4,68	10,5	0,34		7,2
		2,55	4,31	8,12	0,24		9,7
		2,75	4,45	9,72	0,19		12,1

Tableau B.6 – Valeurs des paramètres de maille, multiplicité de la maille, valeurs de contrastes nucléaires et magnétiques et du rapport A pour les différents précipités observés dans la nuance de Grade 91 étudiée. (*) N étant la multiplicité de la maille.

B.7 La diffraction des neutrons

La diffraction des neutrons a été entreprise dans le but de déterminer :

- l'évolution de l'élargissement relatif des pics de martensite en fonction de la température de revenu afin de remonter à la densité de dislocations, aux tailles des domaines non désordonnés (sans défauts), aux défauts d'empilement, aux micro-déformations,
- les pourcentages volumiques des phases minoritaires tels que les précipités $M_{23}C_6$, MX et M_2X .

Les éprouvettes de diffraction des neutrons ont été prélevées dans le sens de laminage L. Elles ont les dimensions suivantes, figure B.11.

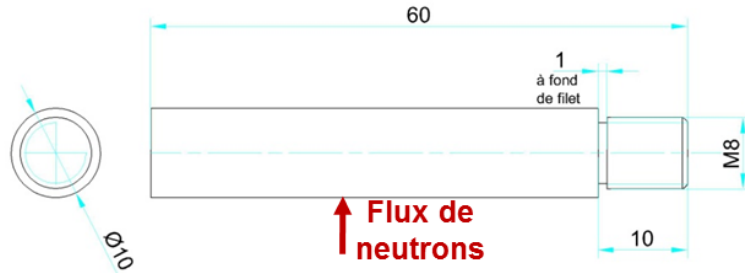


Figure B.11 – Schéma du type d'éprouvette utilisée pour la diffraction des neutrons (côtes en mm).

B.7.1 Spectromètre G4.1

Dans un premier temps, la diffraction des neutrons a été mise en oeuvre sur le spectromètre G4.1 au Laboratoire Léon Brillouin (CEA/LLB) avec G. André, figure B.12 [LLB,].

Un faisceau de neutrons est envoyé sur l'échantillon que l'on souhaite analyser. Les neutrons du faisceau diffracté sont récupérés sur un multi-détecteur, composé de 800 cellules, en aval de l'échantillon. La longueur d'onde du faisceau incident est de 2,4 Å.

Du fait du flux important de neutrons qu'il reçoit, ce spectromètre est adapté pour détecter et quantifier des phases minoritaires. Pour tous les états métallurgiques bruts de trempe, étudiés à la température ambiante, il a pu mettre en évidence la présence d'austénite résiduelle et la quantifier. Pour les états revenus, les fractions volumiques des précipités $M_{23}C_6$ ont été mesurées.

Les diffractogrammes ont été analysés à l'aide de FullProf [Rodriguez-Carvajal, 2001]. Les paramètres ajustables sont les paramètres de maille, l'élargissement du pic (ou la part de fonction Lorentzienne Y) ainsi que l'intensité (proportions relatives) du pic des phases présentes.

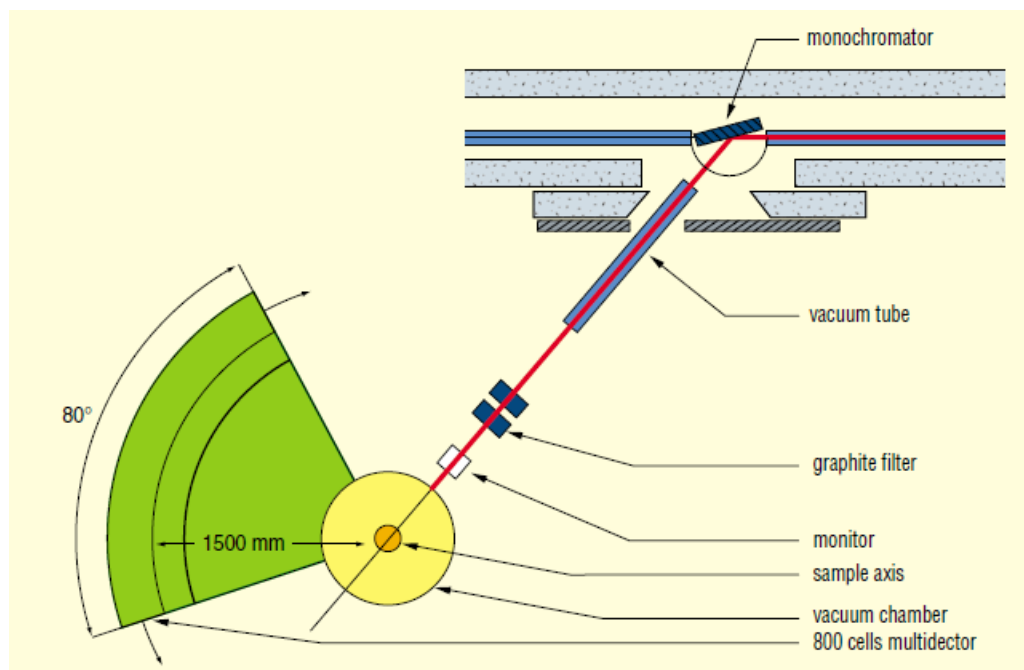


Figure B.12 – Schéma du spectromètre G4.1 au LLB [LLB,].

Sur le spectromètre G4.1, deux types d'expériences "in-situ" en température ont également été faites, figure B.13 :

1. une acquisition toutes les 5 minutes d'un diffractogramme sur des échantillons subissant un revenu de 120 min à 700°C ou 750°C (vitesse de chauffage de 15°C.min⁻¹),
2. une acquisition toutes les 5 minutes d'un diffractogramme sur des échantillons subissant des revenus par paliers à différentes températures et à différents temps de revenus.

Alors que pour les températures de 400°C à 700°C, les échantillons ont été revenus pendant 60 minutes par palier, ils ont été revenu uniquement pendant 40 minutes à 750°C et uniquement 5 minutes à 800°C. Ces valeurs ont été déterminées à partir d'une équivalence temps-température. Le palier de 40 minutes à 750°C après revenus successifs entre 400°C et 700°C correspond à un palier de 60 minutes sans revenu préalable et le palier de 5 minutes à 800°C, après revenus successifs entre 400°C et 700°C de 60 minutes, correspond à un palier de 60 minutes à 800°C sans revenu préalable.

L'acquisition d'un diffractogramme de neutrons ne peut être faite pendant les phases de chauffage. La vitesse de chauffage maximale du four, pour laquelle la température de consigne reste égale à la température de l'échantillon, sur la ligne G4.1 est de 15°C.min⁻¹. Par conséquent, c'est cette vitesse de chauffage que nous avons utilisée pour se rapprocher le plus possible de la vitesse de chauffage (100°C.s⁻¹) que nous appliquons pour faire revenir nos états métallurgiques.

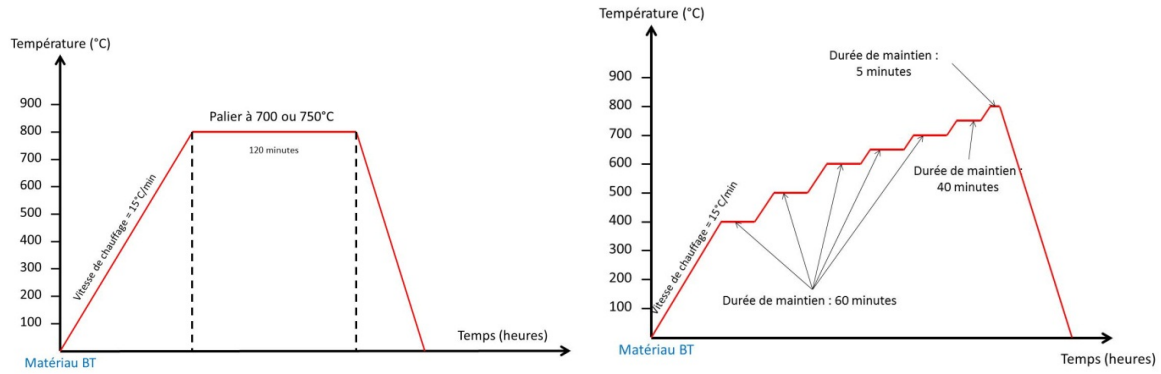


Figure B.13 – Schéma des deux types d'expériences "in-situ" de diffraction des neutrons sur G4.1 au LLB.

Grâce à la méthode décrite par Rodriguez-Carvajal et à l'aide du logiciel Fullprof, il a également été possible de déterminer les micro-contraintes (ϵ) dans chaque pic (110) de la martensite des états étudiés à température ambiante et "in-situ" [Rodriguez-Carvajal,].

D'après Williamson et Smallman, il est possible de remonter à la densité de dislocations à partir des micro-contraintes, selon l'équation B.7.1, [Williamson and Smallman, 1956].

$$\rho = \frac{k}{b^2} \cdot \epsilon^2 \quad (\text{B.7.1})$$

avec :

- ρ , la densité de dislocations,
- k , une constante, dont la valeur est correcte uniquement pour l'acier de Grade 91,
- b , le vecteur de Burgers égal à $2,54 \cdot 10^{-10}$ m,
- ϵ , les micro-contraintes.

Les diffractogrammes obtenus avec le spectromètre G4.1 comportent uniquement un pic (110) de martensite. Si les états métallurgiques sont texturés (notamment par le laminage), les micro-contraintes obtenues sont erronées.

Afin d'obtenir une plus grande certitude sur les valeurs de micro-contraintes, quelques états métallurgiques étudiés sur G4.1 l'ont également été sur le spectromètre 3T2 afin d'utiliser plus d'un pic de diffraction pour la martensite.

B.7.2 Spectromètre 3T2

Dans un second temps, quelques états métallurgiques ont été étudiés sur 3T2 au Laboratoire Léon Brillouin du CEA Saclay, figure B.14 [LLB,].

Les neutrons du faisceau diffracté sont récupérés sur un multi-détecteur, composé de 50 collimateurs, en aval de l'échantillon. La longueur d'onde du faisceau incident est de $1,2 \text{ \AA}$, permettant ainsi d'obtenir plus de pics de martensite sur le diffractogramme. Cependant, ce spectromètre présente l'inconvénient d'avoir un flux neutronique plus faible, entraînant un temps de comptage fortement plus important par rapport au spectromètre G4.1.

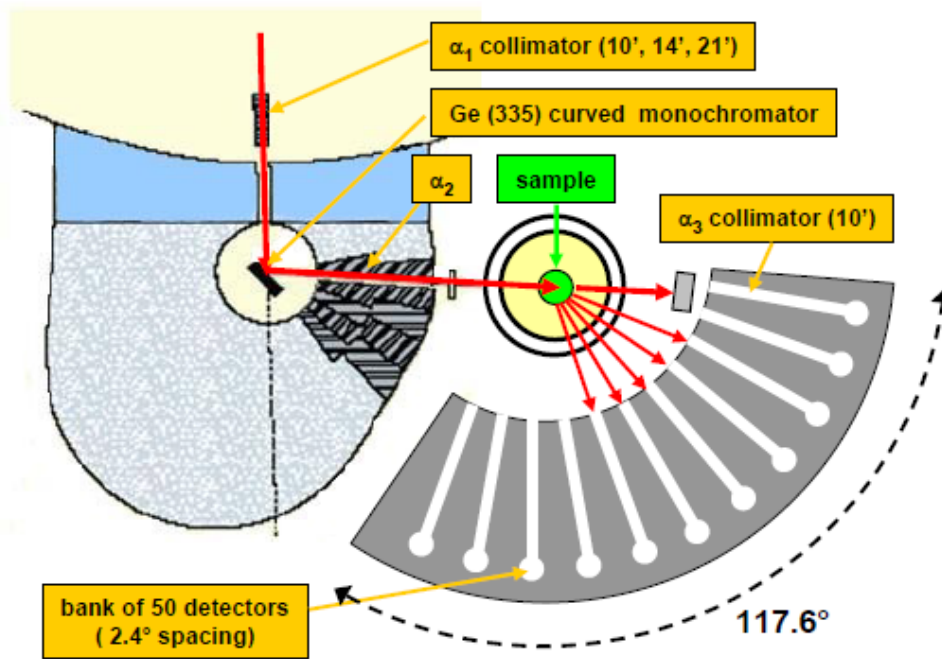


Figure B.14 – Schéma du spectromètre 3T2 au LLB [LLB,].

De la même façon qu'à partir des diffractogrammes de G4.1., pour chaque état métallurgique étudié sur 3T2, les micro-contraintes ont été mesurées avec l'ensemble des pics de martensite.

On a observé que la différence de micro-contraintes mesurée à partir de plusieurs pics de martensite sur 3T2 et d'un seul pic (110) de martensite de G4.1 est inférieure à 5%. Par conséquent, toutes les micro-contraintes déterminées à partir des diffractogrammes de G4.1 peuvent être utilisées pour remonter à la densité de dislocations.

Enfin, la densité de dislocations des états métallurgiques étudiés sur le spectromètre 3T2, ont été déterminées à partir du logiciel CMWP [Ribarik,].

Ainsi la constante k de l'équation B.7.1 a pu être déduite. Elle est égale à $7,7 \pm 0,8$.

Cette constante a été appliquée pour calculer les densités de dislocations pour tous les autres états à partir des diffractogrammes obtenus sur le spectromètre G4.1.

ANNEXE C

Annexe C : Méthodes expérimentales de caractérisation des propriétés mécaniques

Les différentes méthodes expérimentales de caractérisation des propriétés mécaniques, employées au cours de cette thèse, sont présentées dans cette annexe.

Sommaire

C.1 Dureté	246
C.2 Traction	246
C.2.1 Géométries des éprouvettes	246
C.2.2 Définitions	247
C.2.3 Courbes de traction	248
C.3 Fluage	254
C.4 Fatigue et fatigue-fluage	254
C.5 Résilience	255

C.1 Dureté

L'échantillon est préparé de la même façon que pour des observations en microscopie optique ou MEB (poli miroir et attaqué au réactif de Villela).

La dureté Vickers est mesurée en appliquant une charge de 500 grammes pendant 30 secondes à la température ambiante pour chaque indentation.

Le microdureté utilisé est LECO M-400-H2.

C.2 Traction

C.2.1 Géométries des éprouvettes

Pour l'état de référence, les éprouvettes de traction sont des éprouvettes cylindriques dont :

- la longueur utile est de 30 mm,
- le diamètre utile est de 4 mm,
- la longueur totale est de 48 mm,
- la tête d'amarrage est de type M7X100.

La figure C.1 est un schéma de ce type d'éprouvette.

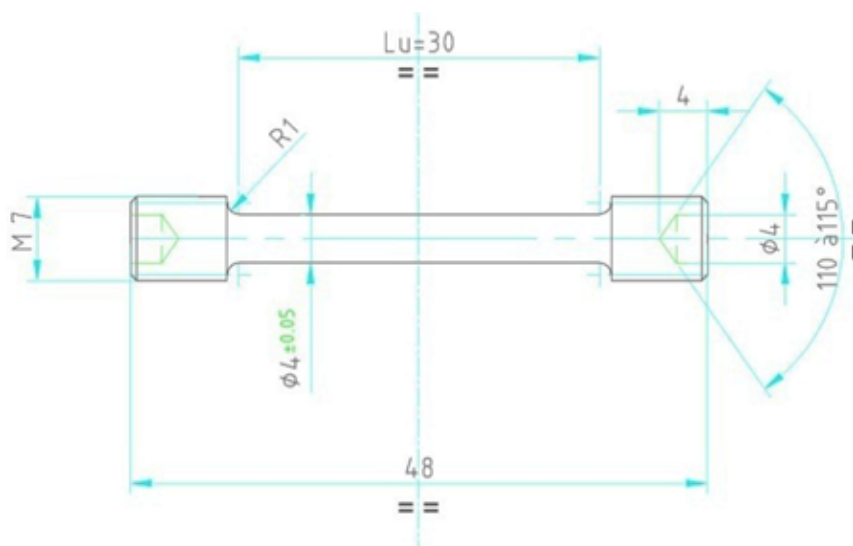


Figure C.1 – Schéma du type d'éprouvette utilisée pour les essais de traction de l'état de référence.

Pour tous les autres états métallurgiques, les éprouvettes de traction sont des éprouvettes cylindriques dont :

- la longueur utile est de 15 mm,
- le diamètre utile est de 3 mm,
- la longueur totale est de 29 mm,
- la tête d'amarrage est de type M5X0,8.

La figure C.2 est un schéma de ce type d'éprouvette.

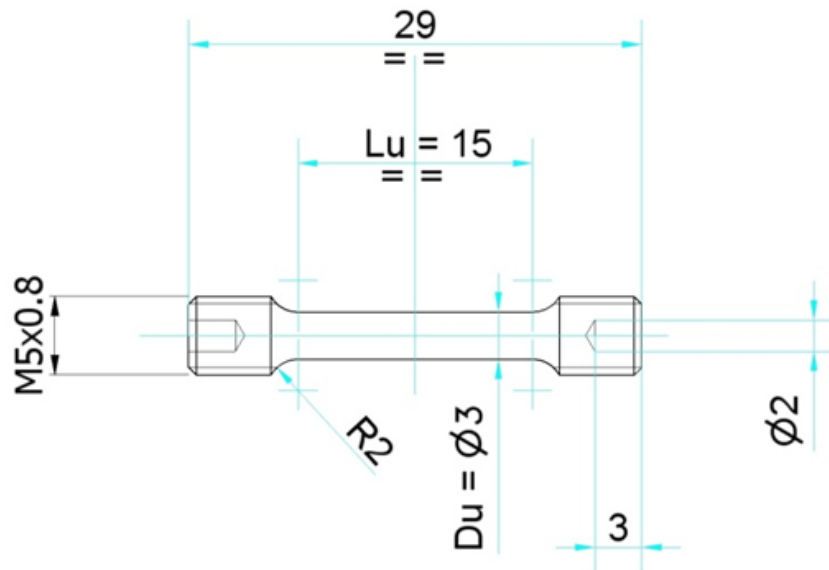


Figure C.2 – Schéma du type d'éprouvette utilisée pour les essais de traction de tous les états métallurgiques sauf pour l'état de référence.

Les éprouvettes de traction sont prélevées dans le sens de laminage L. Cela signifie que l'axe de la longueur utile est parallèle au sens de laminage L.

Les éprouvettes sont prélevées soit à mi-épaisseur, soit à quart d'épaisseur.

C.2.2 Définitions

Plusieurs grandeurs sont identifiées dans chaque courbe de traction, figure C.3. Il s'agit de :

- la limite d'élasticité $R_{p0,2\%}$ est la contrainte à partir de laquelle l'état métallurgique se déforme plastiquement de 0,2%,
- la résistance mécanique R_m est la contrainte maximale atteinte par l'état métallurgique,
- l'allongement sous charge maximale A_g est l'allongement plastique correspondant à la résistance mécanique,
- l'allongement sous charge maximale total A_{gt} est l'allongement sous charge maximale avec en plus la déformation élastique.
- l'allongement à rupture A_t est l'allongement plastique correspondant à la rupture de l'éprouvette,
- l'allongement à rupture total A est l'allongement à rupture avec en plus la déformation élastique.

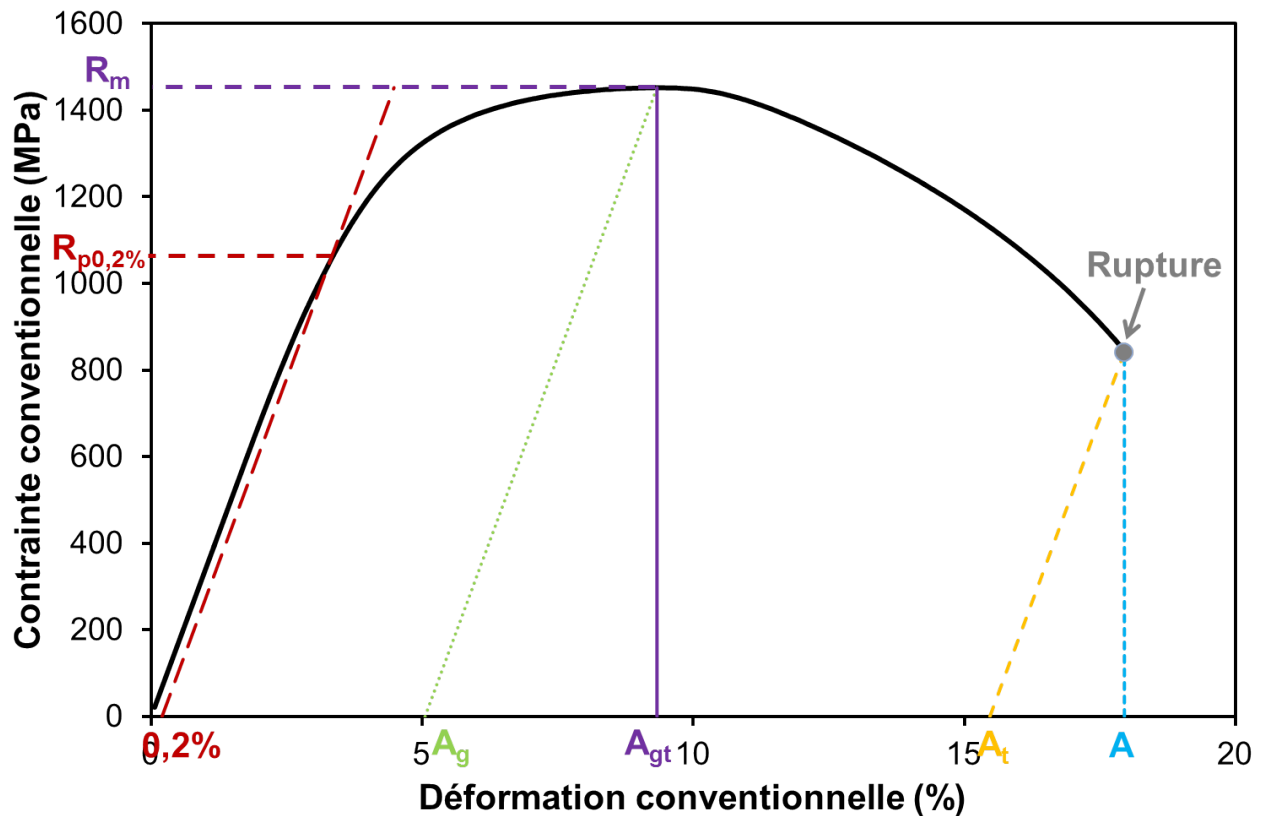


Figure C.3 – Courbe de traction de l'état A1050-L600,25%-BT à 20°C avec les grandeurs identifiées.

A partir du faciès de rupture des éprouvettes (observés en microscopie optique), il est possible de déterminer la striction des éprouvettes (Z), définie par la relation C.2.1

$$Z(\%) = 100 \cdot \frac{S_{\text{mesurée}} - S_{\text{initiale}}}{S_{\text{initiale}}} \quad (\text{C.2.1})$$

avec :

- $S_{\text{mesurée}}$, la section mesurée après la rupture de l'éprouvette,
- S_{initiale} , la section initiale de l'éprouvette.

C.2.3 Courbes de traction

Les courbes de traction à 20°C, 550°C et 650°C des différents états métallurgiques sont représentées par la suite, figure C.4 à C.13. Pour chaque figure, les courbes de traction des états métallurgiques ayant la même température d'austénitisation et la même température d'essai sont tracées. Tous les états revenus à 700°C sont en bleu, les états revenus à 750°C sont en vert et tous les états revenus à 780°C sont en rouge. Tous les états non laminés sont en traits plein, les états laminés de 25% de réduction en épaisseur sont en tirets et les états laminés de 50% de réduction en épaisseur sont en pointillés.

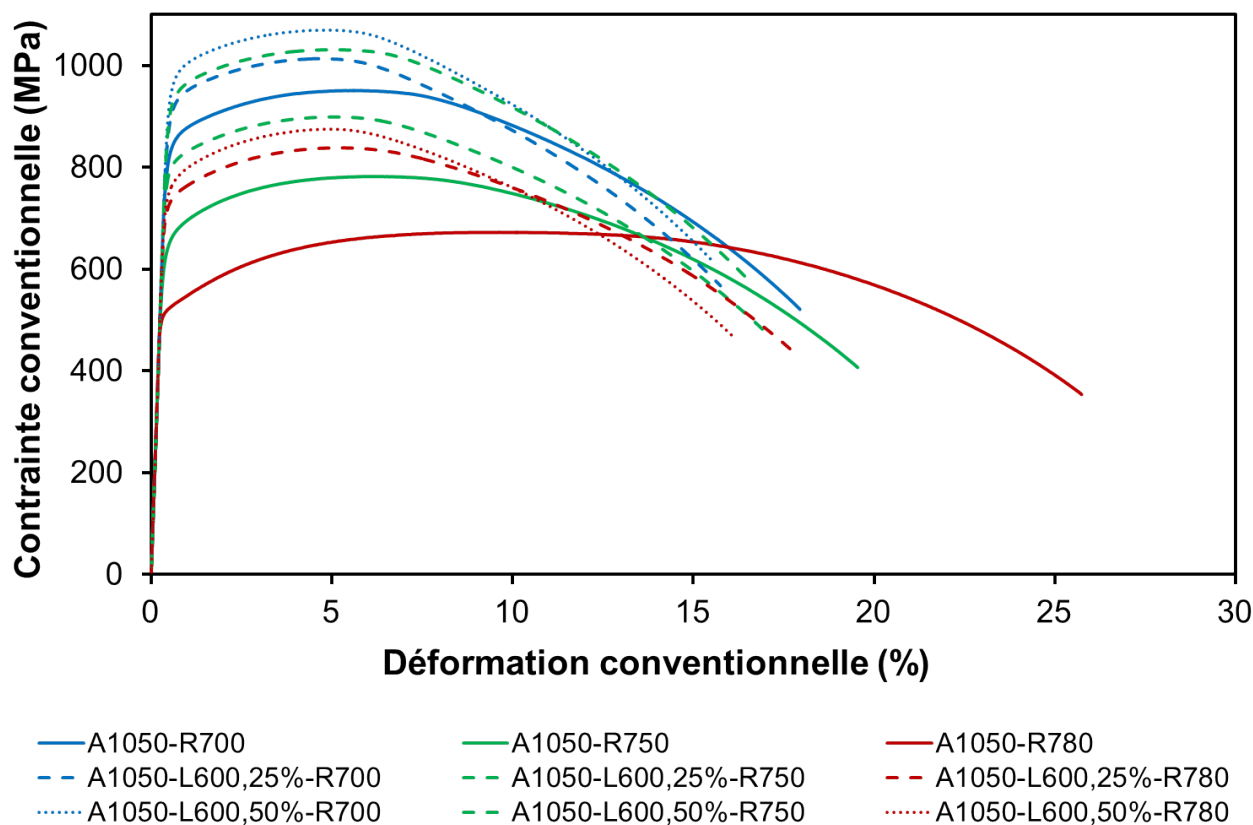


Figure C.4 – Courbe de traction à 20°C, des états austénitisés à 1050°C.

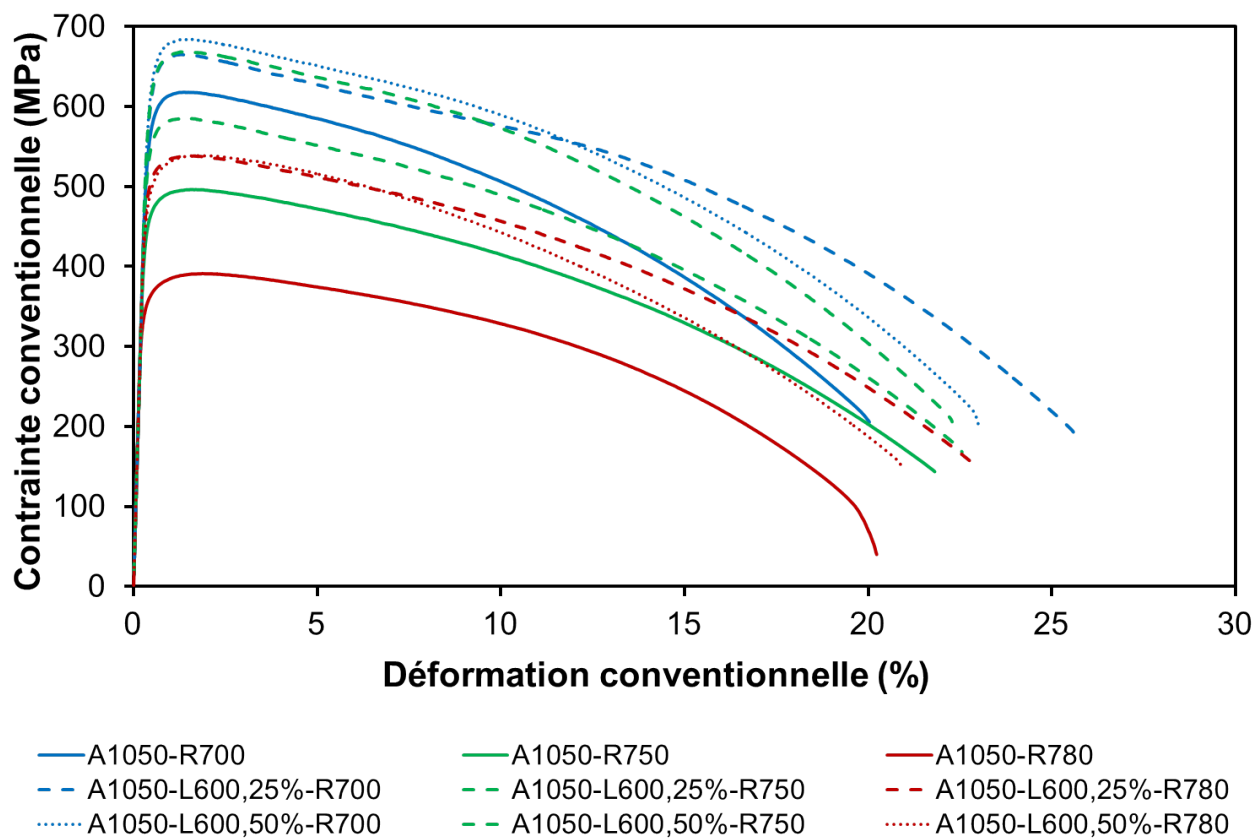


Figure C.5 – Courbe de traction à 550°C, des états austénitisés à 1050°C.

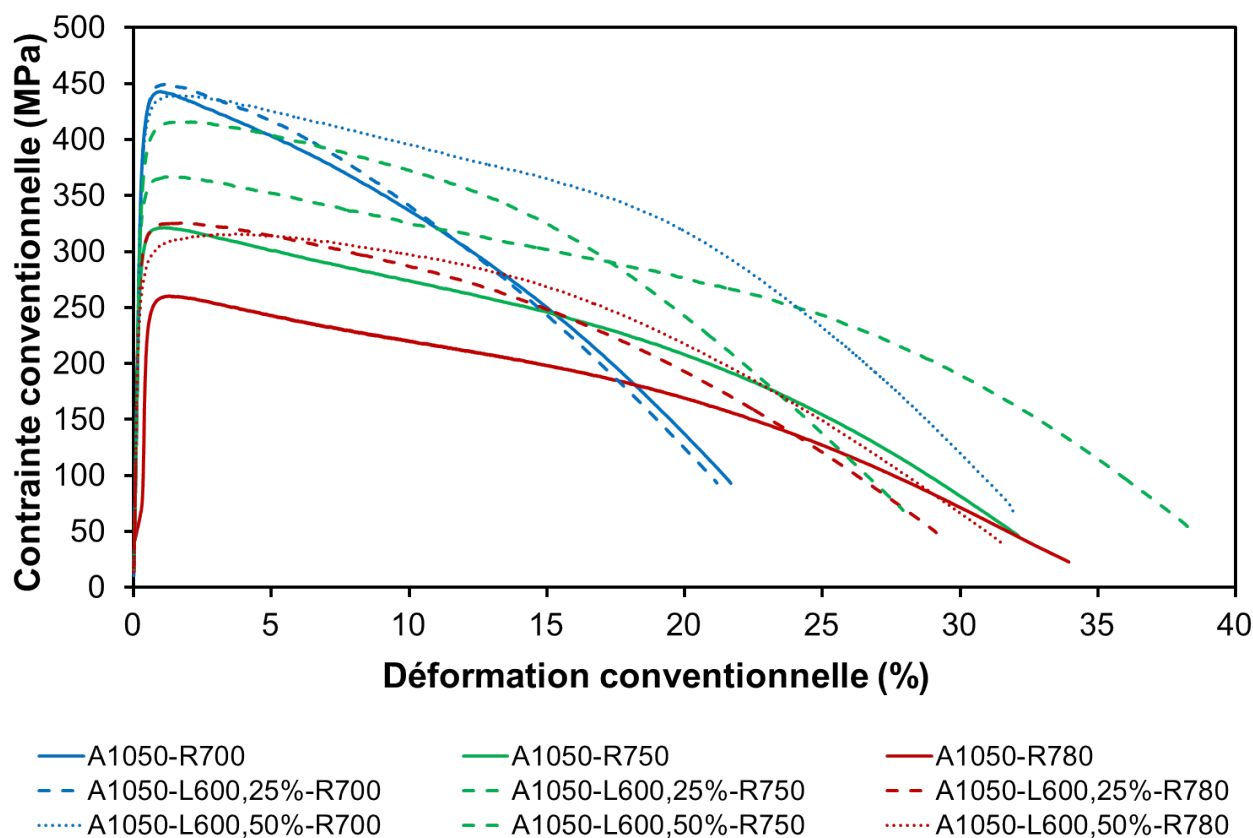


Figure C.6 – Courbe de traction à 650°C, des états austénitisés à 1050°C.

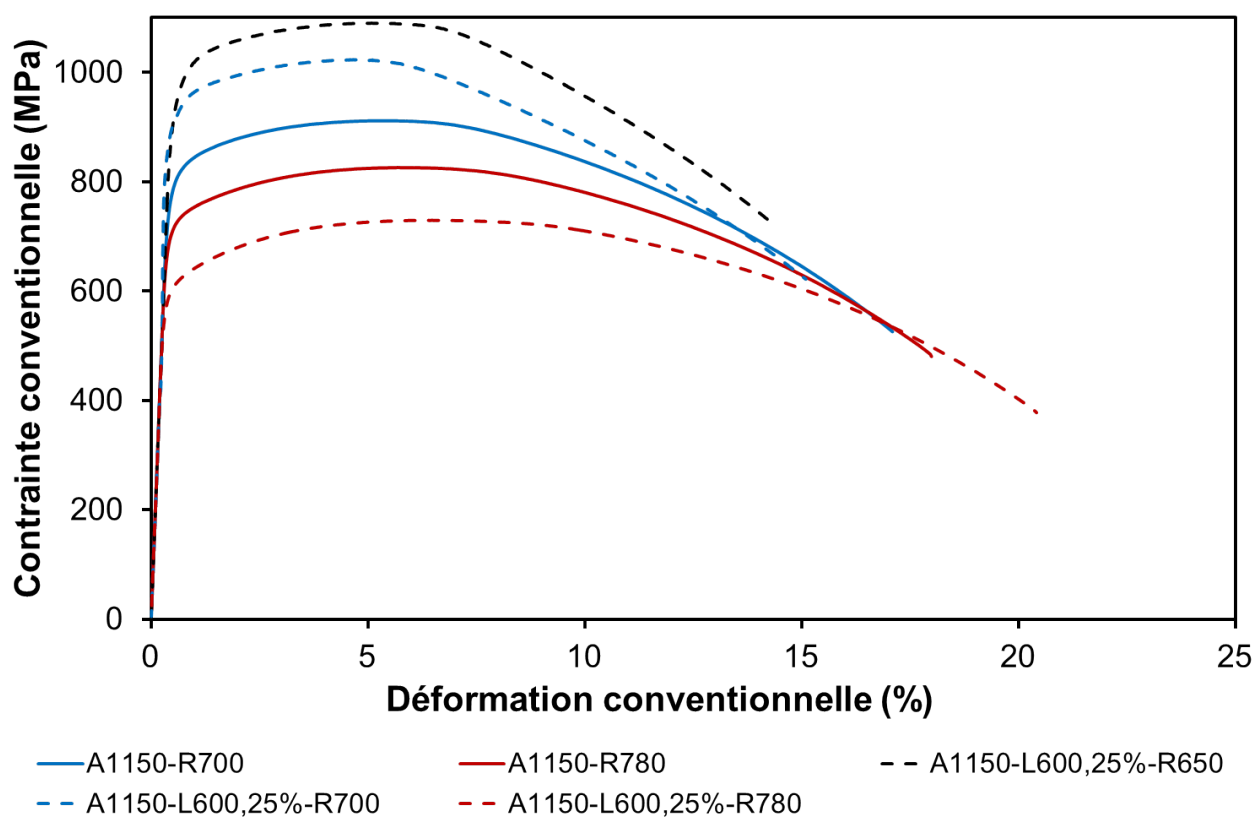


Figure C.7 – Courbe de traction à 20°C, des états austénitisés à 1150°C.

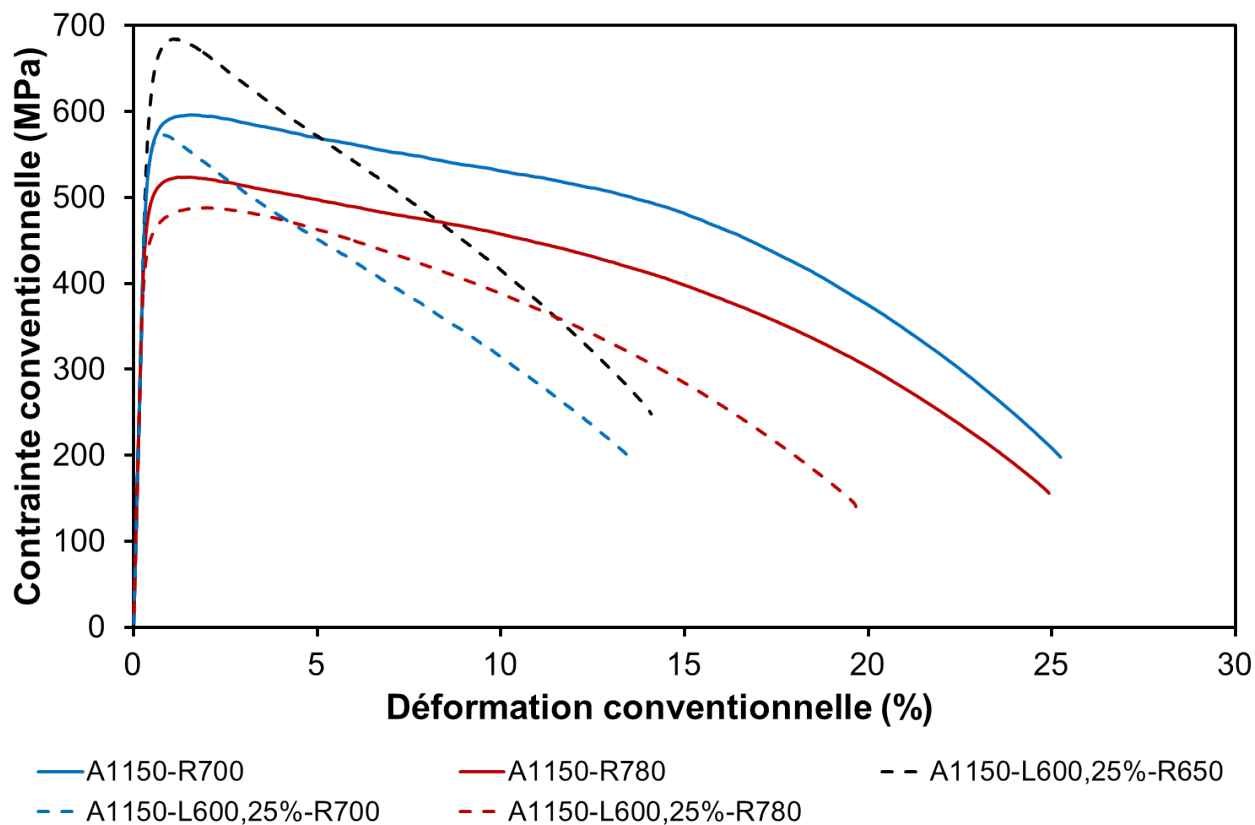


Figure C.8 – Courbe de traction à 550°C, des états austénitisés à 1150°C.

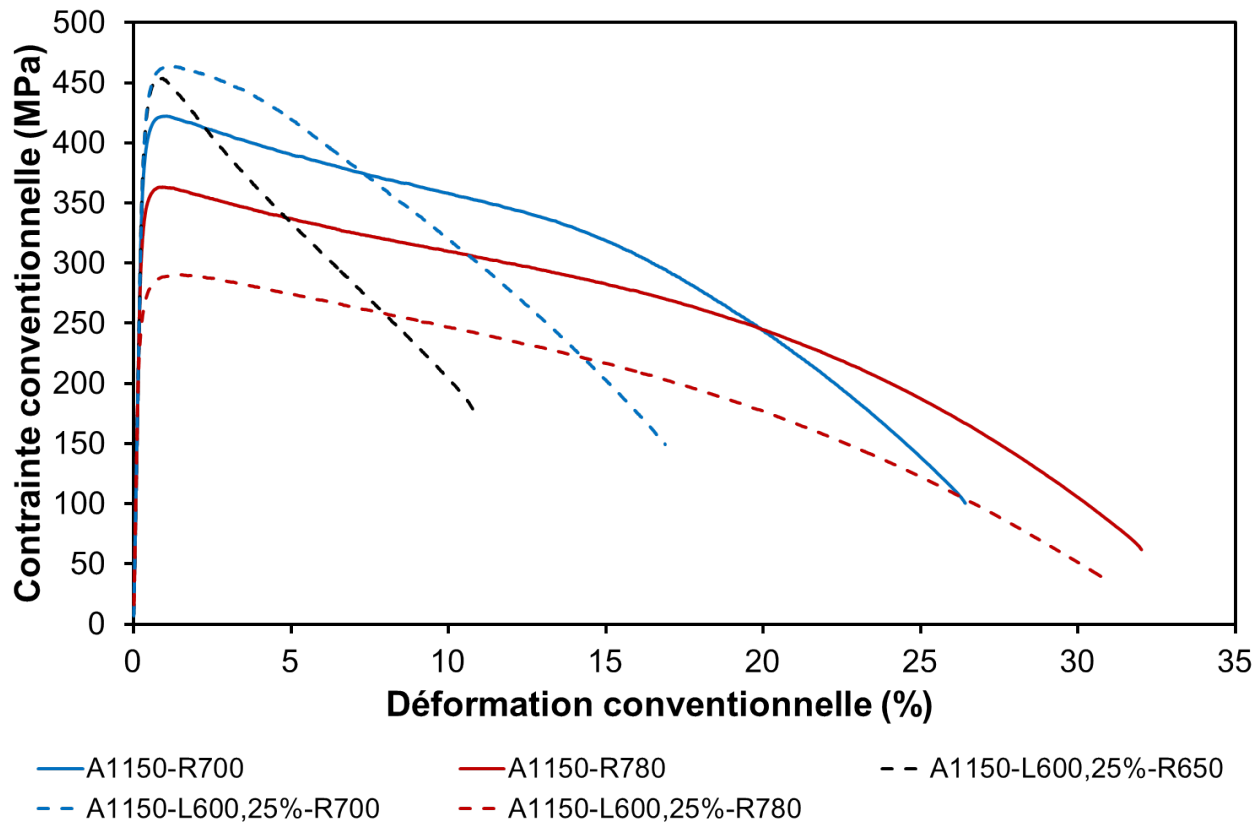


Figure C.9 – Courbe de traction à 650°C, des états austénitisés à 1150°C.

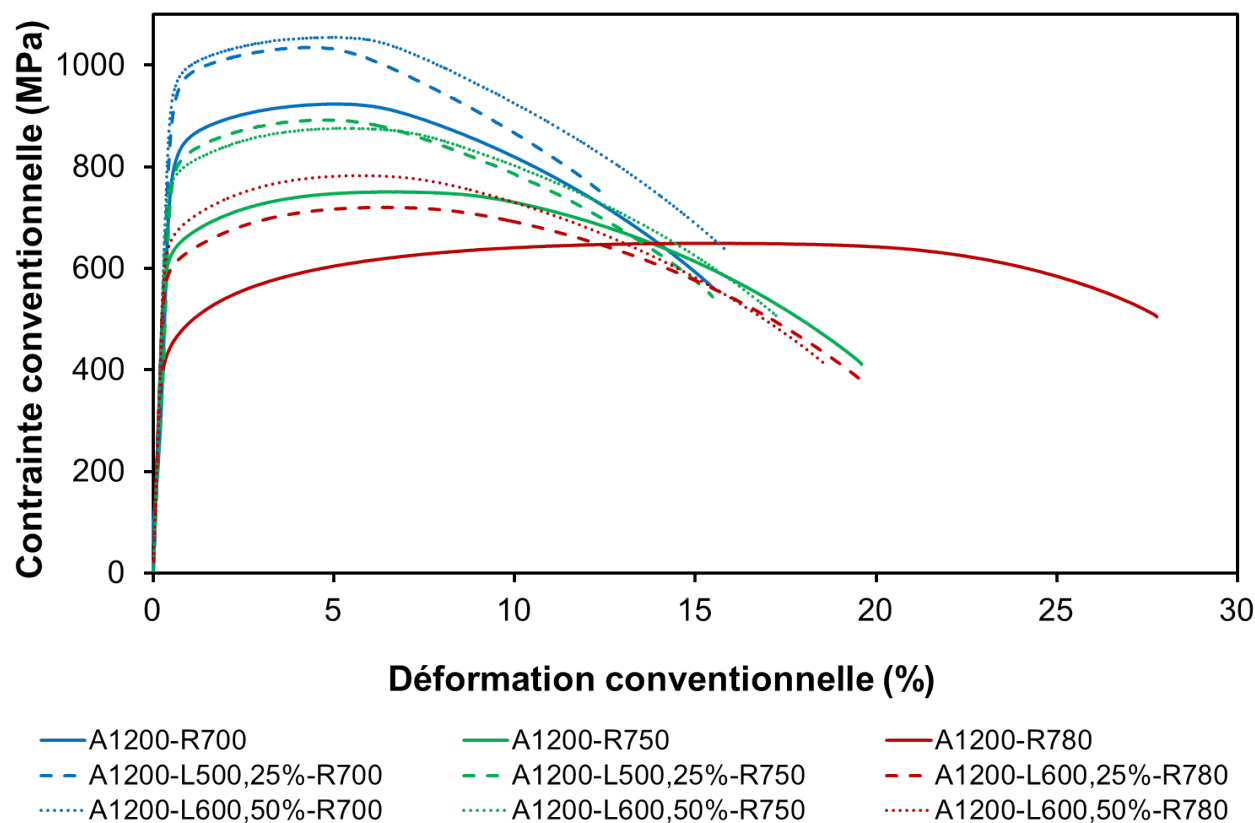


Figure C.10 – Courbe de traction à 20°C, des états austénitisés à 1200°C.

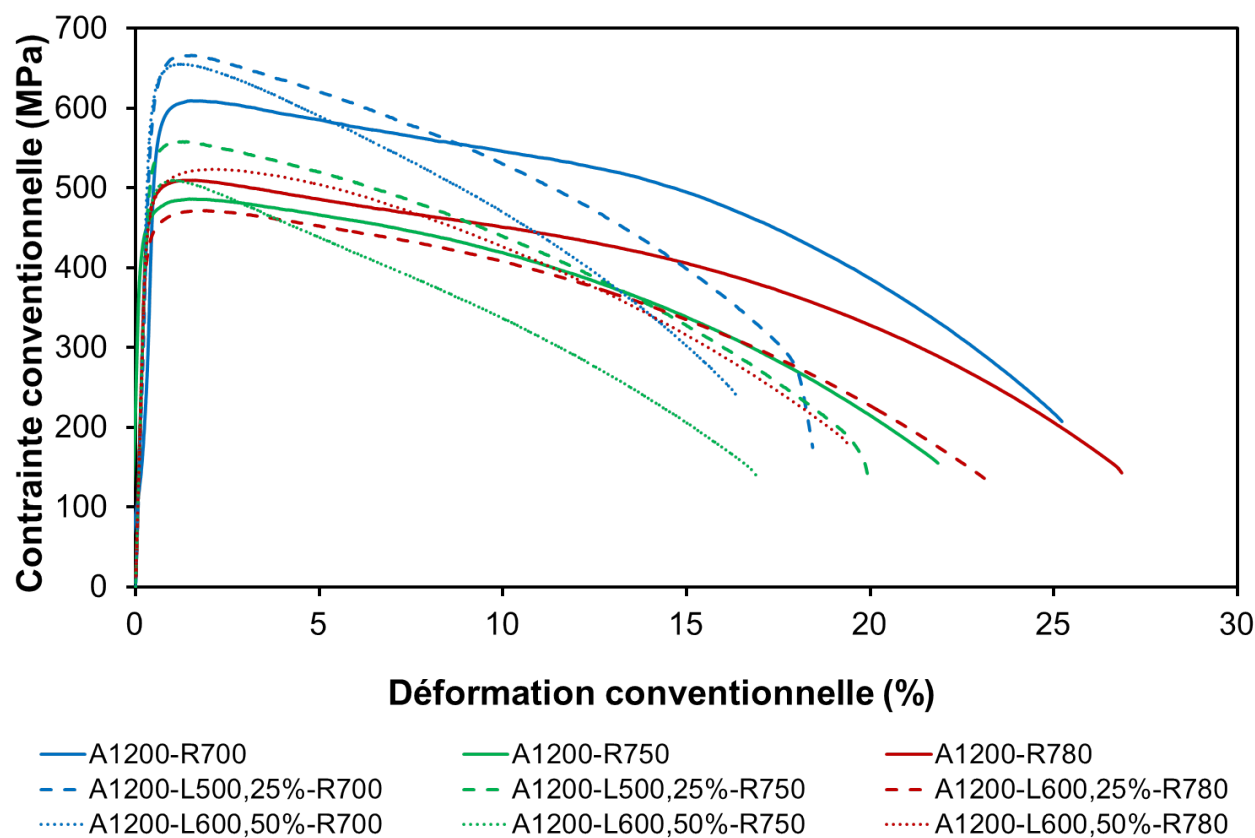


Figure C.11 – Courbe de traction à 550°C, des états austénitisés à 1200°C.

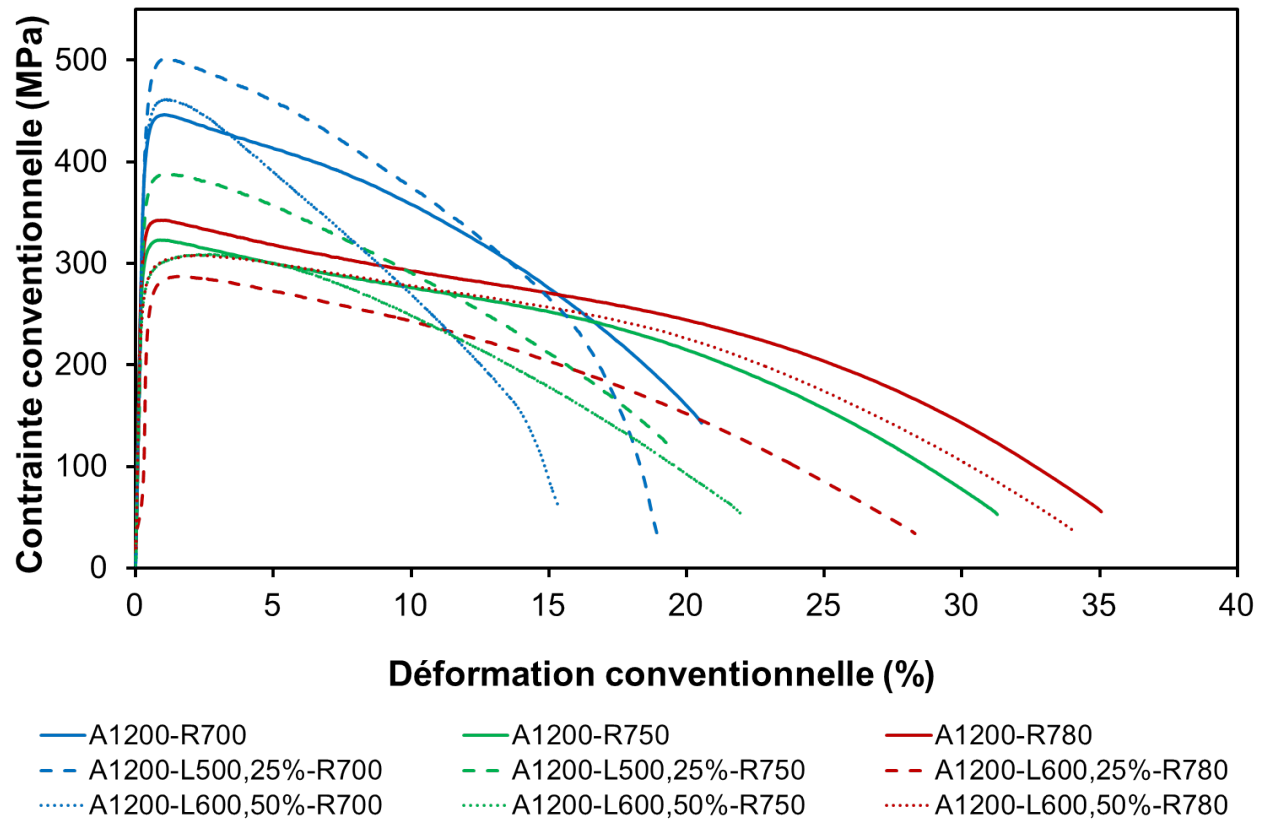


Figure C.12 – Courbe de traction à 650°C, des états austénitisés à 1200°C.

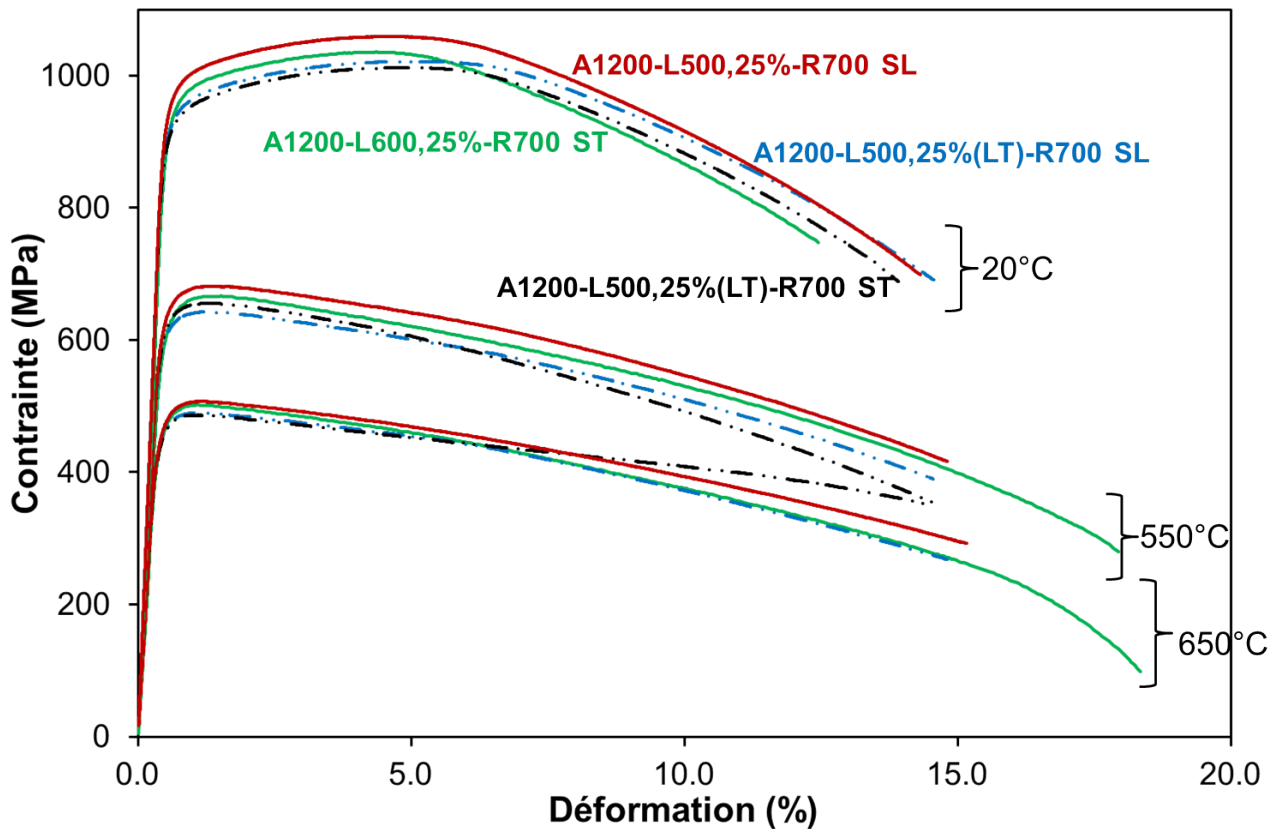


Figure C.13 – Courbe de traction à 20, 550 et 650°C, des états austénitisés à 1200°C, laminés de 25% et revenus à 700°C.

C.3 Fluage

Pour tous les états métallurgiques, le fluage a été réalisé sur les éprouvettes cylindriques M5X0,8 qui ont été également utilisées en traction.

Les éprouvettes de fluage sont également prélevées dans le sens de laminage L, soit à mi-épaisseur ou soit à quart d'épaisseur.

Les principales caractéristiques des dispositifs expérimentaux sont [Fournier, 2007] :

- Machines TAC et TACS produites par Adamel.
- Amplification du bras de levier : 13.
- Charge maximale 120kg.
- Extensomètres MF11 (Adamel) munis de capteurs optiques à contact (HEIDENHAIN) type 375-134-05, déplacement 30mm.
- Four résistif tubulaire Adamel (Tmax : 950°C).
- Thermocouple S pour la régulation.
- Thermocouples K pour le contrôle.
- Contrôle de mise en charge par capteurs de charge SEDEME (50daN).

La striction des éprouvettes de fluage est mesurée de la même manière que celle des éprouvettes de traction (cf. voir paragraphe C.2.2).

C.4 Fatigue et fatigue-fluage

Les éprouvettes de fatigue et de fatigue-fluage sont cylindriques dont :

- la longueur utile est de 14 mm,
- le diamètre utile est de 6 mm,
- la longueur totale est de 86 mm.

La figure C.14 est un schéma de ce type d'éprouvette. Les éprouvettes de fatigue-fluage sont prélevées dans le sens de laminage L, soit à mi-épaisseur ou soit à quart d'épaisseur.

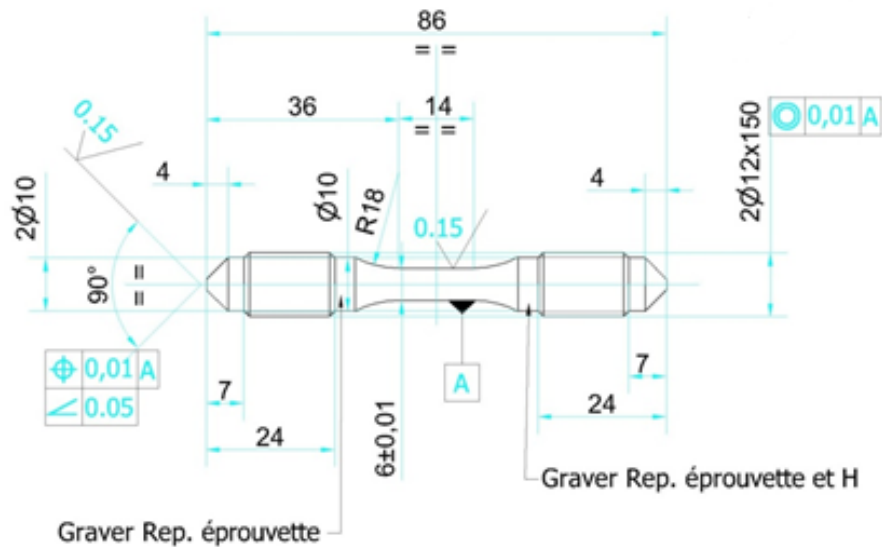


Figure C.14 – Schéma du type d'éprouvette utilisée pour les essais de fatigue et de fatigue-fluage.

Les essais ont été effectués sur une machine servo-mécaniques de type MAYES ESM100, équipée d'un four à résistance.

La température est contrôlée à l'aide de trois thermocouples dont le gradient de température maximal admis sur la partie utile de l'éprouvette est inférieur à 2°C.

La déformation axiale est mesurée par un extensomètre directement posé sur la partie utile. Les deux bras de l'extensomètre sont distants de 10 mm. L'allongement mesuré est précis à 0,5 μm .

C.5 Résilience

Les essais de résilience ont été faits à partir de mini-éprouvette Charpy. Les dimensions sont données dans le croquis (cf. figure C.15)

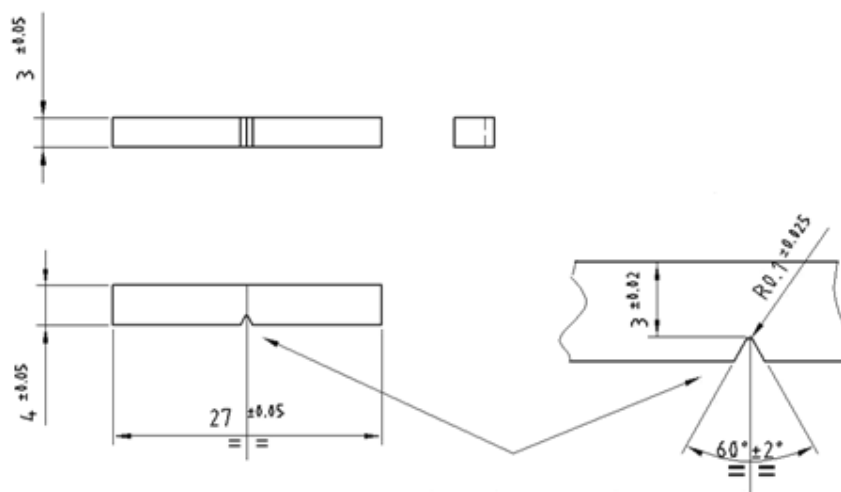


Figure C.15 – Schéma du type d'éprouvette utilisée pour les essais de résilience.

Un autre type d'éprouvette est évoqué dans ce manuscrit. Il s'agit des éprouvettes de résilience de type "KV". La figure C.16 illustre la géométrie de ce type d'éprouvette.

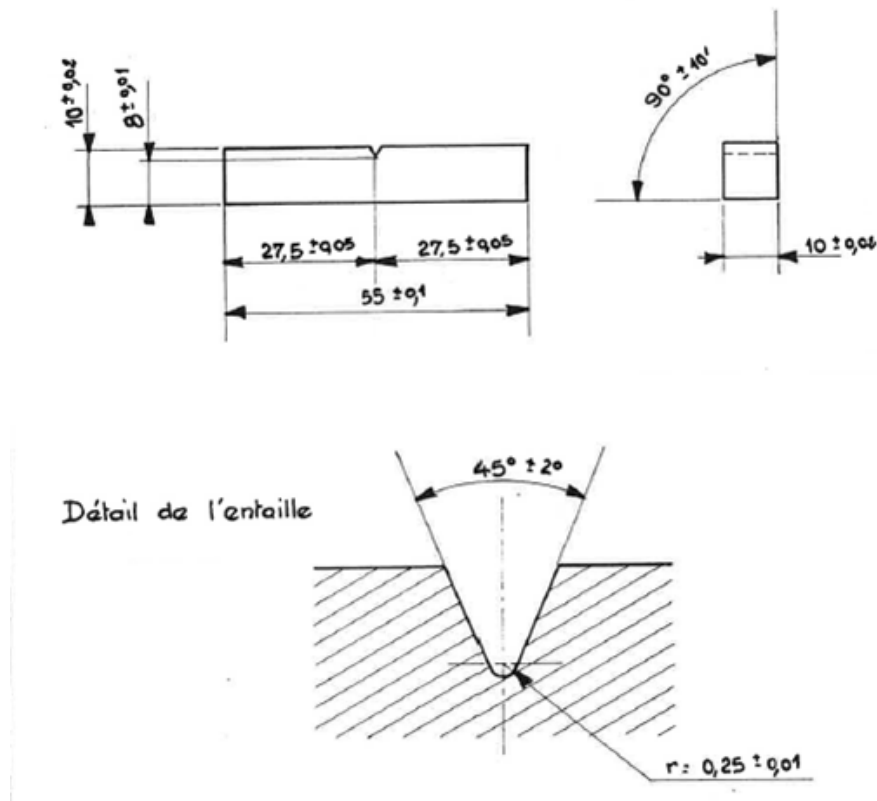


Figure C.16 – Schéma du type d'éprouvette de résilience de type "KV".

Lorsque l'éprouvette est prélevée dans le sens LT, cela signifie que :

- la plus grande dimension (dans le cas de nos géométries d'éprouvettes : 27 mm ou 55 mm) a été prélevée dans la direction de laminage (L),
- l'entaille est faite perpendiculairement à la direction transverse de laminage (T) (dans le cas de nos géométries d'éprouvettes, les dimensions 4 mm ou 10 mm sont parallèles à la direction T).

L'éprouvette est tout d'abord placée dans une chambre climatique et un thermocouple est posé sur l'éprouvette. À partir d'abaques, il est facile de savoir à quelle température l'éprouvette doit être dans la chambre climatique pour être rompue à la température envisagée.

La gamme de température où il est possible de rompre les éprouvettes est de - 160°C à 600°C. Ce dispositif est vérifié tous les deux ans.

ANNEXE D

Annexe D : Résumé de stage de B. Michaut

Cette annexe est un résumé du stage de B. Michaut (lié à cette thèse), que nous avons eu l'honneur d'encadrer d'avril à septembre 2013. Elle est rédigée par ses soins.

Sommaire

D.1	Contexte	258
D.2	Objectifs	258
D.3	Présentation du matériau dans les conditions d'austénitisation et de re- venu "standard"	258
D.4	Décomposition partielle de l'austénite en ferrite	258
D.5	Résultats et analyses	260
D.5.1	Taille des ex-grains d'austénite et taux de transformation	260
D.5.2	Etude microstructurale de la décomposition partielle de l'austénite en ferrite	260
D.5.3	Essais mécaniques	262
D.6	Conclusion	262
D.7	Perspectives	263

D.1 Contexte

En dehors des applications dans le domaine des centrales thermiques conventionnelles, l'acier martensitique à 9%Cr-1%Mo de Grade 91 est envisagé comme matériau de structure des Réacteurs à Neutrons Rapides au Sodium (RNR-Na). Il constitue par exemple la référence pour les tubes hexagonaux de l'assemblage combustible et constitue la matrice de certains aciers renforcés par dispersion d'oxyde "ODS", envisagés pour le gainage du combustible. Pour de telles applications, on cherche, entre autres, à améliorer ses propriétés de fluage et fatigue-fluage au voisinage de 550-600°C. Une augmentation de la température d'austénitisation de 1050°C (traitement thermique de normalisation industriel) à 1150-1200°C permet un gain significatif en fluage [Tsuchida et al., 1995]; cependant, des études précédentes ont mis en évidence qu'un tel traitement pouvait conduire, après revenu, à une fragilisation intergranulaire aussi bien en fluage (associée dans ce cas à un fluage tertiaire très court et à une faible striction à rupture) qu'en résilience (à basse température), au niveau des joints des "anciens" grains austénitiques [Cette thèse].

D.2 Objectifs

L'objectif de ce stage est de tester l'application d'un traitement thermique "original" sur l'acier de Grade 91 qui permettrait d'augmenter la résistance au fluage sans conduire à un endommagement intergranulaire et/ou à des décohésions intergranulaires en résilience. Pour augmenter la résistance en fluage de l'acier, une température d'austénitisation de 1200°C sera appliquée. Par ailleurs, pour éviter l'endommagement de type intergranulaire, les joints des ex-grains d'austénite seront renforcés par une précipitation "interphase" ferrite/carbures, obtenue grâce à une décomposition isotherme partielle de l'austénite en ferrite, avant la transformation martensitique proprement dite.

D.3 Présentation du matériau dans les conditions d'austénitisation et de revenu "standard"

L'acier de grade 91 étudié (X10CrMoVNb9-1) est un acier martensitique (revenu) contenant environ 9% de chrome, 1% de molybdène, 0,1% de carbone, quelques centaines de ppm d'azote, du vanadium et du niobium. Cet acier est "autotrempant" [Brachet, 1991] c'est-à-dire que l'austénite se transforme en martensite même pour de faibles vitesses de refroidissement. La martensite présente une microstructure dite "imbriquée".

D.4 Décomposition partielle de l'austénite en ferrite

Les diagrammes TTT (figure D.2) permettent de représenter graphiquement l'état de l'avancement de la décomposition de l'austénite en conditions isothermes (i.e., après "trempe interrompue" depuis le domaine austénitique puis maintien isotherme à une température intermédiaire). A noter dans cette classe d'acier l'absence de décomposition de type bainitique entre le domaine de la transformation martensitique ($M_s \sim 400^\circ\text{C}$) et le domaine de décomposition isotherme de l'austénite en ferrite.

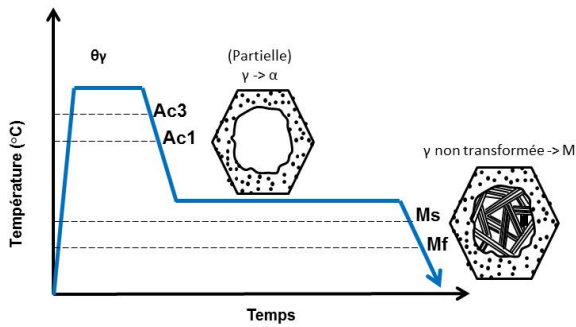


Figure D.1 – Traitement thermique réalisé.

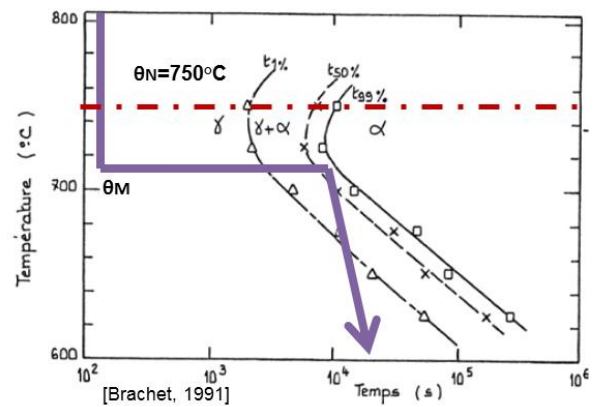


Figure D.2 – Diagramme TTT du nuance d'acier de Grade 91 [Brachet, 1991].

En se basant sur la connaissance des microstructures obtenues par décomposition isotherme de l'austénite en ferrite dans cette classe d'aciers, le traitement thermique ici mis en oeuvre correspond à une austénitisation à haute température suivie d'une trempe interrompue à 620°C-650°C (figure D.1). L'interruption de la trempe à une température de palier intermédiaire va permettre la transformation partielle de l'austénite en ferrite. Lorsque la température de palier est significativement inférieure à celle du nez de transformation du diagramme TTT, la précipitation qui accompagne la formation de ferrite est alors de type "interphase". Dans de telles conditions, la ferrite va germer sur l'ensemble des joints des grains d'austénite puis va croître vers le centre du grain. Honeycombe décrit le mouvement de l'interface austénite/ferrite comme un déplacement successif de marches parallèlement au joint de grain d'austénite (figure D.3) [Honeycombe, 1976]. Les carbures ($M_{23}C_6$) précipitent sur l'interphase austénite/ferrite en mouvement. Avec l'avancée de la ferrite, les précipités se retrouvent alignés en position intragranulaire dans la ferrite et sont donc potentiellement durcissants [Brachet, 1991].

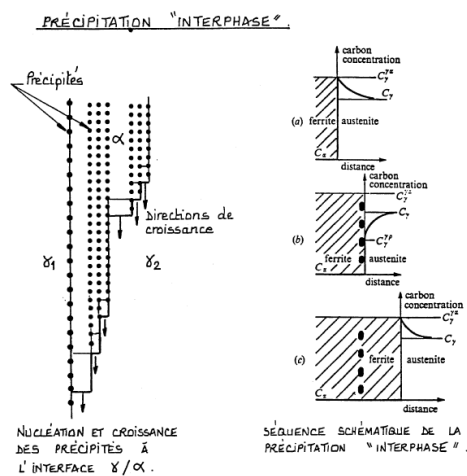


Figure D.3 – Précipitation interphase [Honeycombe, 1976], [Brachet, 1991].

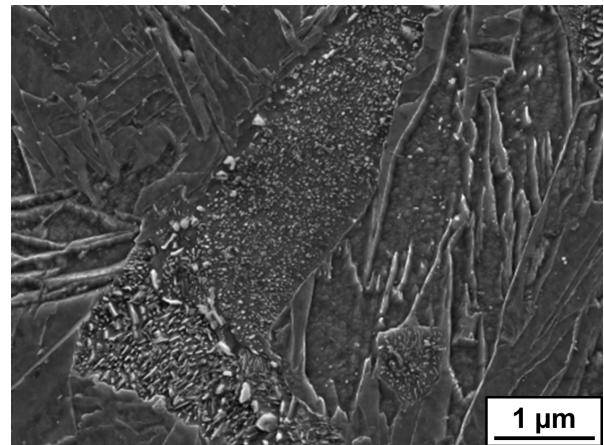


Figure D.4 – Précipitation interphase observée sur notre matériau au MEB-FEG après austénitisation à 1050°C puis maintien de 28h à 620°C (transformation partielle austénite → ferrite) puis trempe finale à 20°C.

Ce type de traitement a pour objectif de "mouiller" l'ensemble des anciens joints de grains austénitiques avec de la ferrite "renforcée", tout en gardant au centre de l'ex-grain austénitique une structure martensitique (revenue), gage de propriétés mécaniques adéquates. La formation de ferrite et de fins carbures "interphases" devrait alors permettre de consolider le joint de grain et de redistribuer les éventuelles impuretés ségréguées au niveau du joint vers le centre de l'ancien grain austénitique. La martensite revenue fournirait la ténacité nécessaire au matériau.

Lors de la formation de ferrite et de carbures, une quantité plus ou moins importante de carbone et d'azote va être consommée, l'austénite résiduelle va alors s'appauvrir en carbone¹, ce qui aura pour conséquence de réduire la dureté de la martensite résultante. Il est donc nécessaire de trouver un compromis entre la formation

1. Ce mécanisme est inverse à celui généralement observé dans les aciers à bas carbone plus faiblement alliés (aciers pro-eutectoïdes), pour lesquels l'austénite va au contraire avoir tendance à s'enrichir en carbone (et en azote) jusqu'à

de ferrite au voisinage du joint de l'ancien grain austénitique et l'adoucissement de la martensite (au centre de l'ancien grain austénitique).

	0h	16h	20h	28h	35h	48h	96h	Diamètre moyen en surface des grains (μm)
A1050-M620	BT	/	/	9%	24%	54%	100%	20 - 25
A1150-M635	BT	8%	/	/	/	13%	/	100
A1200-M650	BT	/	9%	/	/	30%	/	130

Tableau D.1 – Taux de transformation austénite $\rightarrow$ ferrite et tailles des ex-grains d'austénite.

D.5 Résultats et analyses

D.5.1 Taille des ex-grains d'austénite et taux de transformation

La température d'austénitisation modifie la taille des grains d'austénite. Son augmentation va permettre une dissolution des fins carbonitrures qui épinglent les joints des anciens grains d'austénite et conduire à une croissance importante de ces derniers.

On va alors pouvoir jouer sur les températures du palier après trempe interrompue et les temps de maintien pour contrôler le taux de décomposition partielle de l'austénite en ferrite (Tableau D.1).

D.5.2 Etude microstructurale de la décomposition partielle de l'austénite en ferrite

Afin de suivre l'évolution de la microstructure (formation des précipités et de ferrite), des observations aux microscopes électroniques à balayage et en transmission ont été conduites ainsi que des mesures de pouvoir thermoélectrique (PTE), de micro-dureté Vickers (HV) et de température de début de transformation martensitique (M_s), ces trois derniers paramètres étant sensibles à la concentration résiduelle en interstitiels (C et N) dans l'austénite non transformée.

Observations microstructurales

Les observations présentées sont caractéristiques de deux états austénitisés à 1200°C avec une trempe étagée à 650°C pendant 20h ($\sim 10\%$ de ferrite + carbures formés) et 48h ($\sim 30\%$ de ferrite + carbures formés), respectivement brut de trempe et revenu.

atteindre sa limite de solubilité à la température considérée, puis conduire à une précipitation de carbures au-delà d'une certaine fraction de ferrite (pro-eutectoïde) formée.

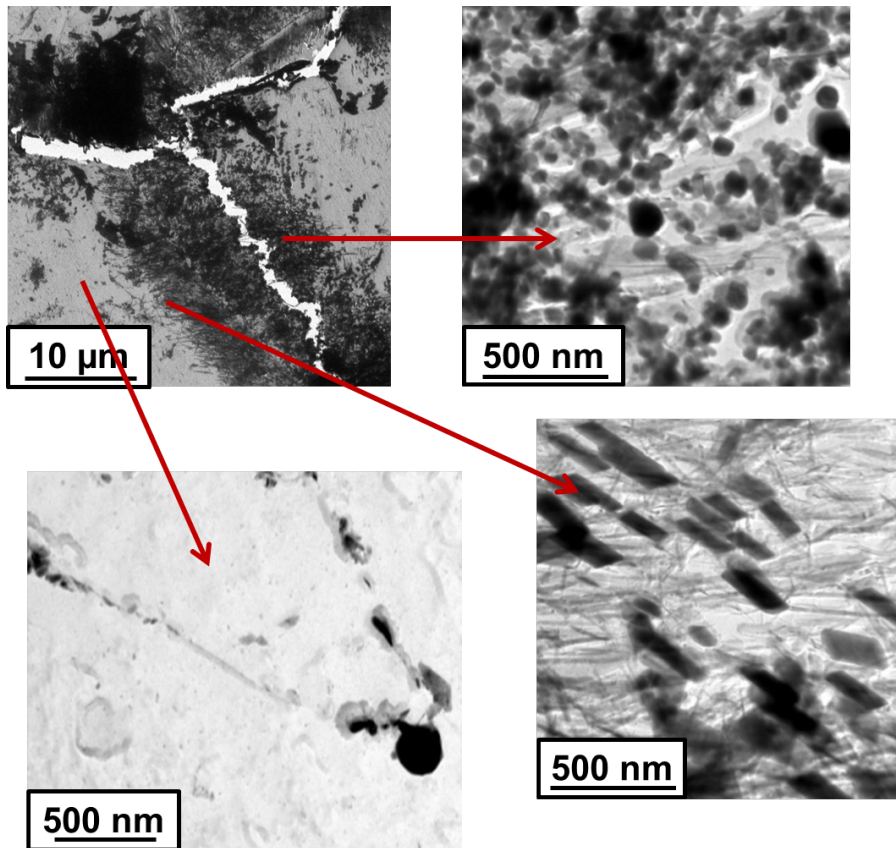


Figure D.5 – Observations sur répliques extractives au carbone, au MET de l'état de précipitation de l'état A1200-M650,48h-R700.

Les micrographies (figure D.5) montrent que les ex-grains d'austénite ont été "mouillés" par de la ferrite et de fins carbures interphases. Les précipités proches des anciens joints d'austénite sont un peu plus grossiers. On observe une modification des précipités au cours de la transformation. Les $M_{23}C_6$ laissent progressivement la place à de fins précipités "filiformes" (M_2X). De telles évolutions peuvent être expliquées par des considérations thermodynamiques et cinétiques, i.e. l'austénite s'appauvrissant plus rapidement en carbone qu'en azote, du fait des différences de coefficients de diffusion, l'équilibre local thermochimique à l'interface interphase en mouvement évolue au cours de la décomposition isotherme de l'austénite, induisant une modification de la précipitation. Après une décomposition isotherme de l'austénite en ferrite avancée, il ne reste plus beaucoup de carbone et d'azote disponibles dans la martensite trempée (issue de l'austénite non décomposée en ferrite). Par suite, le revenu subséquent de la martensite conduira à une précipitation beaucoup plus faible que celle induite par un revenu "conventionnel". Or, un abaissement trop important de la quantité de carbone résiduel dans la martensite pourrait entraîner une chute trop importante de sa résistance mécanique après revenu. Il est donc nécessaire de trouver un bon compromis entre précipitation interphase au voisinage des joints d'anciens grains austénitiques et les propriétés de la martensite issue de l'austénite non décomposée à l'issue du maintien. Quoi qu'il en soit, ces observations ont confirmé qu'il était possible de réorganiser la microstructure et les précipités aux abords des joints des anciens grains austénitiques dans des proportions "ajustables".

Mesures

Les mesures précédemment évoquées du PTE, de M_s et de micro-dureté ont permis d'estimer la quantité de carbone et d'azote en solution solide, en fonction du taux d'avancement de la décomposition isotherme austénite → ferrite. Les trois grandeurs mesurées varient linéairement avec la quantité de carbone et d'azote en solution solide dans la martensite trempée issue de l'austénite non décomposée en ferrite. Ces mesures confirment que plus la transformation isotherme de l'austénite en ferrite est avancée, moins la martensite (issue de l'austénite résiduelle non transformée) contient de carbone et d'azote. Cet effet pourrait être positif afin d'obtenir une meilleure ductilité mais réduit, a priori, la limite élastique et la résistance maximale à rupture de la martensite résiduelle. L'évolution du PTE et des valeurs de M_s montrent deux régimes. La diminution de la quantité de carbone et d'azote est tout d'abord rapide puis, au-delà d'un taux de ferrite d'environ 20%, relativement lente. Ce changement de vitesse de précipitation semble correspondre à l'apparition sur les micrographies des précipités M_2X et la disparition des $M_{23}C_6$. Des calculs de diffusion du carbone et de l'azote nous ont alors

permis de conforter ces tendances.

D.5.3 Essais mécaniques

Traction

Les mesures de dureté de la martensite laissent envisager une diminution de la limite d'élasticité du matériau du fait de l'appauvrissement en carbone de la martensite résiduelle. Or, les essais de traction que nous avons pu effectuer montrent des contraintes maximales, des limites élastiques et des ductilités peu affectées par le taux d'austénite décomposée en ferrite. On peut alors faire l'hypothèse que cette tendance provient de la consolidation espérée aux joints des anciens grains d'austénite par la ferrite renforcée par précipitation "interphase". Il semble donc que la ferrite "renforcée" et la martensite appauvrie en carbone et azote forment globalement une sorte de matériau "micro-composite" où la ferrite formerait une structure "en nid d'abeille" connexe renforcée qui compenserait l'adoucissement du centre des ex-grains d'austénite, constitué de martensite adoucie. On peut alors espérer que la sous-structure martensitique (localisée au centre des ex-grains austénitiques) - à priori plus "molle" - présente un meilleur comportement en résilience. Cependant les essais de traction montrent que l'appauvrissement en carbone de la martensite n'a pas permis un gain significatif sur la ductilité globale.

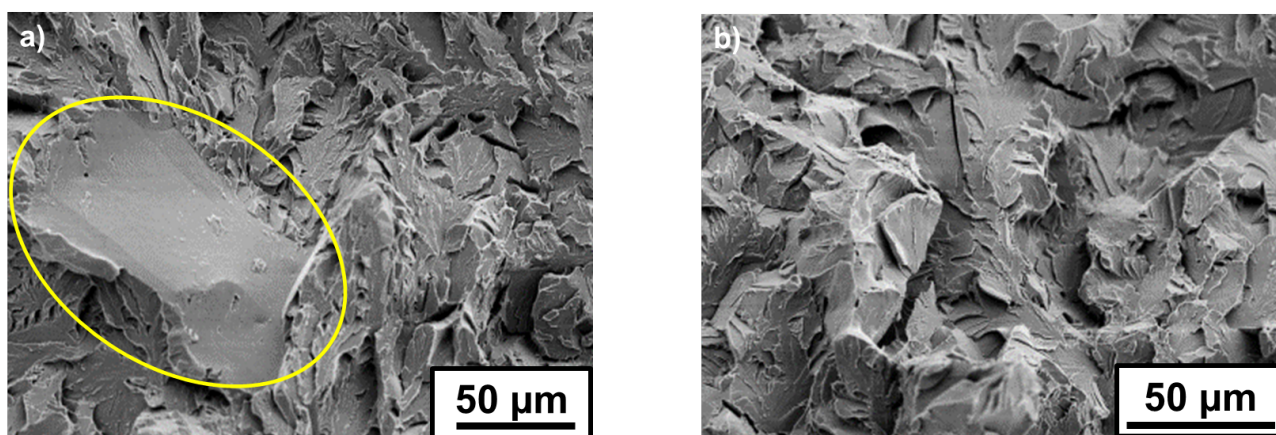


Figure D.6 – Faciès de rupture des éprouvettes de résilience à - 20°C de l'état a) A1200-R700 et b) A1200-M650,48h-R700.

Résilience

En comparant les essais de résilience réalisés au cours de cette étude avec les données de Piozin [Cette thèse] obtenues sur structure martensitique revenue "conventionnelle", la température de transition ductile/fragile ne s'avère pas fondamentalement modifiée par l'application d'une décomposition partielle isotherme de l'austénite en ferrite. Toutefois, E. Piozin a observé sur les faciès de rupture issus d'essais de résilience effectués à basses températures la présence de nombreuses zones de décohésion intergranulaire (entourées en rouge sur la figure D.6). Un état partiellement transformé en ferrite (micrographie de droite) ne présente plus ce mode de rupture. Ceci montre que la "restructuration" du matériau, issue du traitement thermique original testé au cours de ce travail, pourrait être une voie à approfondir si l'on veut minimiser le risque de fragilisation intergranulaire qui peut apparaître dans cette classe d'aciers, en particulier après une austénitisation à haute température et/ou un revenu à basse température.

D.6 Conclusion

Cette étude a permis de tester l'application d'un traitement thermique "original" sur l'acier martensitique à 9%Cr de grade 91 en vue d'améliorer certaines de ses propriétés mécaniques. Ce traitement consistait en une décomposition partielle isotherme de l'austénite en ferrite après "trempe interrompue" depuis le domaine austénitique de haute température, puis trempe jusqu'à l'ambiante et enfin revenu. Ce traitement conduit alors à une structure ferrito-martensitique "originale" que nous avons caractérisée. Il a été notamment possible de confirmer une corrélation entre les fractions de carbone et d'azote en solution solide dans la martensite issue de l'austénite non transformée en ferrite, avec les mesures de dureté, du PTE et de M_s . Ces évolutions ont pu être interprétées et confrontées à des simulations thermodynamiques et à des calculs de diffusion. Les essais mécaniques réalisés (traction et résilience) ont mis en évidence un faible adoucissement malgré une

diminution significative du carbone et de l'azote dans la martensite issue de l'austénite non décomposée en ferrite. En effet, il a été constaté que la limite élastique et la contrainte maximale en traction sont peu affectées par la fraction en volume de ferrite "renforcée" formée. Les essais préliminaires de résilience n'ont pas montré de diminution de la température de transition ductile/fragile (TTDF) comme cela était espéré mais une disparition du mode de rupture fragile intergranulaire, qui constituait l'un des objectifs recherchés.

D.7 Perspectives

La possibilité offerte de modifier et de redistribuer les précipités en jouant sur la composition de la martensite résiduelle en azote et carbone sont des voies de recherche intéressantes. Seulement quelques tests mécaniques préliminaires ont été réalisés et des campagnes de tests de résilience ainsi que de fluage plus conséquents seraient à envisager pour confirmer ou infirmer les gains escomptés. Il reste toutefois à mieux comprendre pourquoi l'adoucissement de la martensite transformée à partir de l'austénite résiduelle, plus ou moins adoucie par appauvrissement en carbone et azote, ne permet pas les gains escomptés sur la ductilité et la ténacité finale du matériau.

Influence des traitements thermomécaniques sur la microstructure et sur les propriétés mécaniques d'un acier à 9%Cr (Grade 91)

Résumé : Les aciers martensitiques revenus à 9%Cr sont actuellement employés dans les centrales thermiques conventionnelles et en pétrochimie. En raison d'une combinaison de propriétés et d'un coût de fabrication attractifs, ils sont également envisagés comme matériaux constitutifs de différents composants des réacteurs nucléaires du futur. Pour optimiser leurs propriétés mécaniques à haute température (~500-650°C), on envisage notamment d'appliquer un traitement thermomécanique de type "austéniformage" constitué d'une austénitisation, d'un laminage en phase austénitique métastable à 500-600°C, d'une trempe et d'un revenu. Ce travail de thèse vise à comprendre les influences respectives de chaque étape du traitement thermomécanique, notamment celle du laminage à tiède, sur la microstructure et les propriétés mécaniques résultantes.

Pour différentes conditions de traitement, avec et sans laminage à tiède, les microstructures ont été systématiquement caractérisées à différentes échelles (MEB, MET, diffraction et diffusion centrale des neutrons). La martensite des états laminés à tiède présente des lattes plus fines et une densité de dislocations plus élevée par rapport aux états non laminés. Elle peut, dans certains cas, être partiellement recristallisée après revenu, signe d'un certain "héritage" de la déformation appliquée en phase austénitique métastable. Contrairement à ce qui pouvait être attendu, le laminage à tiède n'affecte pas significativement la précipitation, qui s'avère être gouvernée au premier ordre par les températures d'austénitisation et de revenu.

Le laminage à tiède augmente significativement la résistance en traction et en fluage mais dégrade la ductilité. La température de transition ductile/fragile est fortement augmentée. Certains états laminés à tiède présentent une sensibilité à l'endommagement intergranulaire aussi bien à basse température (en résilience) qu'à haute température (en fluage). D'autre part, le laminage à tiède n'améliore pas, voire accentue l'adoucissement cyclique en fatigue-fluage. L'ensemble des caractéristiques microstructurales ont été quantitativement reliées aux propriétés mécaniques à 20°C par l'application d'un modèle de durcissement structural. La transposition de ce modèle permet également de prédire raisonnablement la limite d'élasticité et la résistance mécanique à 550°C et à 650°C.

Mots clés : Acier à 9%Cr, austéniformage, "héritage" de la déformation, microstructure, propriétés mécaniques.

Effect of thermomechanical treatments on the microstructure and mechanical properties of 9%Cr martensitic steel (Grade 91)

Abstract : 9%Cr tempered martensitic steels are currently used in fossil power and in petrochemical plants. Due to attractive properties and manufacturing costs, there are also potential candidates for structural components of new generation nuclear reactors. To optimize their high temperatures mechanical properties (~500-650°C), a thermal-mechanical treatment based on "ausforming" is being considered. It is composed of an austenitization step, followed by warm-rolling of metastable austenite at intermediate temperatures (500-600°C), then quenching and tempering. This study aims at understanding the effects of each of these steps, and particularly the warm-rolling of the metastable austenite, on the resulting microstructure and mechanical properties.

After applying a variety of thermal-mechanical treatment conditions, with or without warm rolling, the microstructures were systematically characterized at various scales by SEM, TEM, SANS, and neutron diffraction. Martensite laths are finer and dislocations density is higher in warm-rolled samples compared to thermally treated samples. In some cases, warm-rolled + tempered microstructures were partially recrystallized, showing that tempered martensite keeps a "memory" of previous rolling of metastable austenite. Contrary to what was expected, warm-rolling did not affect precipitation, which is principally governed by austenitizing and tempering temperatures.

Warm-rolling lead to a remarkable increase in tensile and creep strength but strongly impairs ductility and significantly increases the ductile-to-brittle transition temperature. Some of the warm-rolled materials are sensitive to intergranular failure at both low (Charpy impact tests) and high temperature (creep tests). Moreover, warm-rolling of metastable austenite does not improve, and even increases cyclic softening. All microstructural features have been quantitatively linked to mechanical properties at 20°C, by applying a structural hardening model that could be reasonably transposed to predict yield and tensile strength at higher temperatures (i.e., 550°C and 650°C).

Keywords : 9%Cr steel, ausforming, "heritage" of deformation, microstructure, mechanical properties.

