



Titre: Influence de la température de revenu sur la résistance du CA6NM à
Title: la propagation des fissures de fatigue

Auteur: Jocelin Chaix
Author:

Date: 2014

Type: Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

Référence: Chaix, J. (2014). Influence de la température de revenu sur la résistance du
Citation: CA6NM à la propagation des fissures de fatigue [Mémoire de maîtrise, École
Polytechnique de Montréal]. PolyPublie. <https://publications.polymtl.ca/1663/>

 Document en libre accès dans PolyPublie
Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: <https://publications.polymtl.ca/1663/>
PolyPublie URL:

**Directeurs de
recherche:** Myriam Brochu, & Denis Thibault
Advisors:

Programme: Génie mécanique
Program:

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE DE REVENU SUR LA RÉSISTANCE
DU CA6NM À LA PROPAGATION DES FISSURES DE FATIGUE

JOCELIN CHAIX

DÉPARTEMENT DE GÉNIE MÉCANIQUE
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES
(GÉNIE MÉCANIQUE)

DÉCEMBRE 2014

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé:

INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE DE REVENU SUR LA RÉSISTANCE DU CA6NM À
LA PROPAGATION DES FISSURES DE FATIGUE

présenté par : CHAIX Jocelin

en vue de l'obtention du diplôme de : Maîtrise ès sciences appliquées

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

M. RUIZ Eduardo Antonio Julian, Ph. D., président

Mme BROCHU Myriam, Ph. D., membre et directrice de recherche

M. THIBAUT Denis, Ph. D., membre et codirecteur de recherche

M. TRUDEL Alexandre, M. Sc. A., membre

DÉDICACE

« Moi, j'essaye de transmettre la liberté de penser, et de ne pas penser d'une seule façon, y compris la liberté de ne pas penser comme moi. »

Alexandre Astier

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier ma directrice de recherche, Myriam Brochu, pour la confiance et l'autonomie qu'elle m'a accordées tout au long de ce projet. Ses conseils et le partage de ses connaissances en métallurgie m'ont fortement aidé dans la réalisation de cette maîtrise. Je remercie également Denis Thibault pour son aide et sa sympathie. Leur apport commun dans des domaines aussi bien théoriques, que techniques et financiers m'ont permis de venir à bout de cette étude.

De l'École Polytechnique, je remercie Josée Laviolette, Isabelle Nowlan et Bénédict Besner pour leur disponibilité, leur aide et leur bonne humeur dans l'aspect expérimental de ce projet. Je remercie également Nihad Ben Salah pour ses précieux conseils.

De l'institut de recherche d'Hydro-Québec, je remercie Stéphane Godin, Étienne Dallaire, Alexandre Lapointe et Marie-Andrée Ayotte qui ont contribué à mettre en pratique mes travaux.

D'Alstom, je remercie Michel Sabourin pour avoir contribué à la mise en place de ce projet et Alexandre Trudel pour ses conseils avisés.

Un grand merci également à mes parents Pascale et Daniel, ainsi qu'à ma sœur Manon dont les encouragements pendant ces deux années ont été d'une grande aide et sans qui tout ce travail n'aurait pu être accompli. Je remercie également Élise pour son soutien constant.

Enfin, merci à toutes les personnes avec lesquelles j'ai partagé des moments pendant ces deux années à Montréal.

RÉSUMÉ

Ce mémoire présente une étude de l'influence de la température de revenu sur la propagation des fissures de fatigue dans le CA6NM. Ce matériau étant largement utilisé pour la fabrication des turbines hydrauliques, les retombées de cette recherche pourraient permettre d'aboutir à une amélioration de la durée de vie de ces pièces. Le but principal de ce projet consiste à déterminer les paramètres influencés par la température de revenu et de mettre en évidence l'effet de chacun de ces paramètres sur les propriétés en fatigue du CA6NM. Pour cela, un certain nombre d'essais mécaniques et notamment de fatigue-propagation, ont été réalisés de manière à observer l'influence de la température de revenu. Ces essais ont permis, entre autres, de déterminer les seuils de propagation et les paramètres de la loi de Paris C et m pour les différentes conditions de traitement thermique. Ainsi, il a été possible de comparer les résistances à la propagation de fissure apportées par les différentes conditions de revenu.

Dans un premier temps, une étude préliminaire a été menée afin d'instaurer un plan expérimental. Une caractérisation microstructurale a d'abord été réalisée. Il a ensuite été nécessaire d'établir les différentes températures à étudier afin d'isoler l'effet d'un maximum de mécanismes qui peuvent survenir lors du revenu du CA6NM. Les températures ont été choisies en fonction des tolérances imposées par la norme ASTM A743 et de leur effet sur les mécanismes en question, notamment sur l'austénite reformée. Un certain nombre de mesures ont été effectuées afin de choisir ces températures, dont des mesures de dureté et d'austénite reformée. Cette austénite reformée, à travers l'effet TRIP (Transformation Induced Plasticity), est au cœur d'un certain nombre de questionnements en ce qui concerne la résistance à la propagation des fissures de fatigue et la température de revenu influe sur sa quantité présente dans le CA6NM. Les températures ont finalement été choisies de manière à répondre à la norme ASTM A743 et à isoler l'effet de l'austénite reformée, l'effet de l'adoucissement de la martensite et l'effet d'une éventuelle martensite fraîche induite par un manque de stabilité thermique de l'austénite reformée. Les conditions de revenu choisies ont été des revenus à 550°C pendant 2h, 600°C pendant 2h, 610°C pendant 8h et 620°C pendant 8h.

Une fois les températures déterminées, les essais de fatigue-propagation ont permis d'apporter un certain nombre de conclusions concernant l'influence de la température de revenu sur le comportement du CA6NM. Premièrement, l'austénite reformée, par sa transformation par effet

TRIP, permettrait d'accentuer l'effet de fermeture, ce qui aurait pour conséquence de ralentir la propagation des fissures de fatigue. Cette augmentation du taux de fermeture serait due à l'introduction de contraintes internes de compression lors de la transformation par déformation plastique de l'austénite reformée en martensite. Par ailleurs, l'adoucissement de la martensite pourrait avoir non seulement une légère influence directe sur le comportement en fatigue-propagation mais aurait également une influence indirecte car elle jouerait sur la stabilité mécanique de l'austénite reformée, c'est-à-dire sur sa capacité à se transformer en martensite sous contrainte. Une austénite reformée moins stable se transformerait ainsi plus loin du fond de fissure, et son effet sur la fermeture, et donc sur la propagation des fissures de fatigue, serait diminué. Ainsi, en ce qui concerne la résistance en fatigue, il serait préférable d'avoir une austénite plus stable mécaniquement, même si elle est présente en quantité légèrement plus faible. D'autre part, la température de revenu et l'effet TRIP pourraient également avoir une influence sur d'autres propriétés mécaniques du matériau. Il est donc nécessaire de prendre en compte toutes les caractéristiques que l'on souhaite conférer au matériau. Cependant, nous n'avons pas observé d'influence majeure venant de l'absorption d'énergie de transformation. De même, bien qu'un certain taux de rupture intergranulaire ait pu être observé sur les faciès de rupture, celui-ci ne semble pas jouer un rôle déterminant sur la vitesse de propagation des fissures de fatigue.

La conclusion principale de cette étude est qu'une température de revenu conférant à la fois un taux important d'austénite reformée et une bonne stabilité mécanique de celle-ci permet d'améliorer le comportement en fatigue-propagation du CA6NM. Ceci s'explique principalement par le phénomène de fermeture provoqué par les contraintes internes en compression induites par la plasticité de transformation de l'austénite reformée. D'un point de vue pratique, cela implique que la résistance à la fatigue des turbines hydrauliques peut être améliorée en adaptant la température de revenu.

ABSTRACT

This thesis presents a study on the influence of tempering temperature on fatigue crack propagation in CA6NM. This material is widely used for the manufacturing of hydraulic turbines. Therefore the impacts of this research could lead to an improvement of the lifetime of these components. The main purpose of this project is to determine the parameters influenced by the tempering temperature and to highlight their effect on the fatigue behavior of CA6NM stainless steel. Thus, a number of tests, including fatigue crack propagation, have been performed to observe the influence of the tempering temperature. These tests allowed to determine the crack propagation thresholds and the parameters of the law of Paris, C and m , for different heat treatment conditions. So, it has been possible to compare the crack growth resistance of CA6NM for different heat treatment conditions.

First, a preliminary study was conducted to establish an experimental plan. Microstructural characterization was performed. Then, it was necessary to determine the different temperatures to test in order to isolate the effects of as many mechanisms as possible. The temperatures have been chosen according to the tolerances imposed by ASTM A743 standard and their effect on the mechanisms, and particularly on reformed austenite. Several measurements have been carried out in order to choose these temperatures, including hardness measurements and proportion of reformed austenite. This reformed austenite, through the TRIP (Transformation Induced Plasticity) effect, brings different questions regarding its effect on the resistance to fatigue crack propagation. Also, the tempering temperature affects the proportion of reformed austenite in CA6NM. Temperatures have finally been selected to meet the ASTM A743 standard with the aim to isolate the effect of the reformed austenite, the tempering of martensite and the effect of possible fresh martensite induced by a lack of thermal stability of the reformed austenite.

Once temperatures had been determined, fatigue-propagation tests allowed drawing several conclusions regarding the influence of tempering temperature on the fatigue behavior of CA6NM. First, the austenite reversion, by its transformation by TRIP effect, has helped to increase the closure effect, which slows the propagation of fatigue cracks. This increased closure effect is due to the introduction of internal compression stresses introduced by the transformation of reformed austenite into martensite. In addition, it was revealed that the tempering of martensite not only has a slight direct influence on the fatigue propagation behavior but also an indirect

influence because it plays a part on the mechanical stability of the reformed austenite and consequently on its ability to transform to martensite under plastic deformation. A less stable reformed austenite will transform further away from the crack tip and its effect on closure, and thus on crack propagation, will be reduced. Therefore, concerning fatigue crack propagation, it is better to have a mechanically stable austenite, even if its proportion is a bit less important. Furthermore, we observed that the tempering temperature and TRIP effect could also affect other mechanical properties of the material. It is therefore necessary to consider all the characteristics that one wishes to give to the material. However, we did not observe any major influence from the transformation energy absorption. Similarly, although a certain amount of intergranular fracture could be observed on the fracture surface, it does not seem to play a decisive role on the crack growth rate.

The main conclusion of this study is that a tempering temperature which would provide both a high proportion of austenite and a good mechanical stability could improve the crack propagation resistance of CA6NM. This fact can be explained by a closure phenomenon caused by internal compressive stresses induced by the TRIP effect. From a practical point of view, this implies that the fatigue resistance of water turbines can be improved by adjusting the temperature of tempering heat treatment.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE.....	III
REMERCIEMENTS	IV
RÉSUMÉ.....	V
ABSTRACT	VII
TABLE DES MATIÈRES	IX
LISTE DES TABLEAUX.....	XII
LISTE DES FIGURES.....	XIV
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS	XVIII
LISTE DES ANNEXES.....	XX
INTRODUCTION.....	1
CHAPITRE 1 REVUE BIBLIOGRAPHIQUE	4
1.1 Caractéristiques nominales du matériau de base principal, le CA6NM.....	4
1.1.1 Composition	4
1.1.2 Microstructure	5
1.1.3 Propriétés mécaniques.....	7
1.1.4 Influence des traitements thermiques.....	8
1.2 Facteurs influençant la propagation des fissures.....	11
1.2.1 Généralités concernant la fatigue	11
1.2.2 Comportement en fatigue du CA6NM.....	13
1.2.3 Effet TRIP	16
1.2.4 Stabilité thermique et mécanique de l'austénite reformée.....	19
1.3 Résumé de la revue bibliographique	28
CHAPITRE 2 MÉTHODOLOGIE	30

2.1	Matériau	30
2.2	Traitements thermiques	32
2.2.1	Austénitisation.....	32
2.2.2	Revenus	32
2.3	Méthode de caractérisation microstructurale	33
2.3.1	Taille des grains de la phase mère austénitique	33
2.3.2	Taux d'austénite reformée	34
2.4	Essais mécaniques et analyses.....	35
2.4.1	Essais de dureté	35
2.4.2	Essais de traction.....	35
2.4.3	Essais de fatigue-propagation.....	37
CHAPITRE 3	RÉSULTATS	46
3.1	Résultats préliminaires	46
3.1.1	Mesures d'austénite reformée	46
3.2	Caractérisation microstructurale	49
3.3	Essais de dureté	53
3.4	Essais de traction.....	55
3.5	Essais de fatigue-propagation.....	56
3.5.1	Courbes a-N.....	57
3.5.2	Courbes da/dN- ΔK	58
3.5.3	Mesure de la fermeture.....	62
3.6	Analyse fractographique	65
3.6.1	Nouvelle mesure d'austénite reformée sur le faciès de rupture	65
3.6.2	Parcours de fissure	66

3.6.3 Observation des faciès de rupture	75
CHAPITRE 4 DISCUSSION	86
4.1 Influence de l'austénite reformée	86
4.2 Influence de l'adoucissement de la martensite.....	90
4.3 Influence de la martensite fraîche	91
CONCLUSION	95
RÉFÉRENCES	99
ANNEXES	104

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1: Composition chimique en pourcentage massique du CA6NM [3]	4
Tableau 1.2: Propriétés minimales requises pour le CA6NM [3]	7
Tableau 1.3: Valeurs de seuil de propagation pour deux CA6NM à 0,02%C revenus à 590°C et 600°C.....	15
Tableau 1.4: Composition de l'acier TRIP [28]	19
Tableau 1.5: Dureté de la martensite en fonction des températures d'austénitisation et de revenu, inspiré de Souki [39]	26
Tableau 2.1: Composition de l'acier CA6NM utilisé	31
Tableau 2.2: Liste des températures et des durées de revenu étudiées	33
Tableau 2.3: Conditions de revenu testées en traction	36
Tableau 2.4 : Plan de préfissuration	39
Tableau 3.1: Traitements thermiques choisis pour les essais mécaniques et mise en évidence des différents paramètres	48
Tableau 3.2: Taux d'austénite reformée dans les blocs dans lesquels ont été usinées les différentes éprouvettes	49
Tableau 3.3: Nature des précipités dans le matériau revenu à 610°C pendant 8h [47]	50
Tableau 3.4: Diamètre moyen des grains, mesuré sur 100 grains, pour quatre températures de revenu différentes	52
Tableau 3.5: Caractéristiques en traction du CA6NM pour différents traitements de revenu	56
Tableau 3.6 : Propriétés en fatigue du CA6NM pour différentes températures de revenu	60
Tableau 3.7: Niveaux de fermeture moyens sur différentes plages de ΔK	63
Tableau 3.8: Taux d'austénite reformée dans le matériau avant et après les essais de fatigue-propagation.....	66
Tableau 3.9: Distance réellement parcourue par la fissure pour progresser de 400 μm	75

Tableau 4.1: Températures A_{c1} et M_s du matériau étudié.....	86
Tableau 4.2: Récapitulatif des résultats expérimentaux.....	87
Tableau 4.3: Vitesses de propagation pour différents ΔK	87
Tableau 4.4: Résultats des essais de traction.....	90
Tableau 4.5: Calculs de la taille de zone plastique pour différents ΔK	93

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1: Microstructure du CA6NM. A) X100, B) X200, C) X500 [4]	5
Figure 1.2: Grains de la phase mère austénitique dans un CA6NM revenu à 620°C [4].....	6
Figure 1.3: Lamelles d'austénite reformée dans un CA6NM observées au Microscope Électronique à Balayage avec canon à émission de champ (FEG-SEM) (X 30000) [1]	7
Figure 1.4: Quantité d'austénite reformée d'un CA6NM en fonction de la température de revenu pendant deux heures, [16]	10
Figure 1.5: Schéma de courbe da/dN en fonction de ΔK	12
Figure 1.6: Taux de propagation en fonction de ΔK pour $R=0,1$ et $R=0,7$ pour le métal de base (CA6NM) [24].....	14
Figure 1.7: Duretés HRC et pourcentages d'austénite obtenus après essais de fatigue à 2% de déformation [25].....	16
Figure 1.8: Représentation schématique de l'effet TRIP, inspirée de M. Eskandri et al. [27]	17
Figure 1.9: Courbes da/dN vs ΔK pour un acier TRIP faiblement allié et pour deux traitements thermiques différents, inspiré de Cheng et al. [28]	18
Figure 1.10: Diagramme de phase en fonction d'un acier martensitique 13%Cr - 4%Ni, inspiré de E. Folkhard et al. [31].....	20
Figure 1.11: Représentation graphique des énergies libres de l'austénite et de la martensite en fonction de la température, d'après Tamura [33].....	22
Figure 1.12: Taux d'austénite reformée dans les aciers 10%Cr-4%Ni et 13%Cr-6%Ni en fonction du nombre de cycles à 2% de déformation [25].....	25
Figure 1.13: Influence des conditions de revenu sur la propagation des fissures dans un acier martensitique à 5% Cr à $\Delta K = 20$, inspiré de [39]	27
Figure 2.1: Cycles thermiques du matériau tel que reçu	31
Figure 2.2: Cycle thermique du matériau étudié	33
Figure 2.3: Schéma d'une éprouvette de traction utilisée.....	36

Figure 2.4: Schéma d'une éprouvette CT et positionnement de l'extensomètre.....	37
Figure 2.5: Montage de fatigue-propagation réalisé au laboratoire de Lm ² de l'École Polytechnique de Montréal.....	38
Figure 2.6: Courbe COD - charge pour le matériau revenu à 600°C et à un ΔK de 7,64 MPa.m ^{1/2}	42
Figure 2.7: Découpe de la courbe COD - charge en segments de droite [20].....	43
Figure 2.8: Détermination de la charge de fermeture correspondant à un écart de 2% du coefficient de complaisance	44
Figure 2.9 : Schéma des échantillons prélevés pour analyse DRX sur les faciès de rupture	45
Figure 3.1: Taux d'austénite reformée en fonction de la température de revenu	47
Figure 3.2: Microstructure typique du CA6NM revenu, observée au microscope optique (X200)	50
Figure 3.3: Observation de l'austénite reformée au MEB FEG en électrons secondaires (610°C/8h).....	51
Figure 3.4: Microstructure observée au microscope optique au grossissement X200 pour les quatre températures de revenu après attaque au <i>Modified Fry</i>	52
Figure 3.5: Observation des joints de grains au microscope électronique à balayage, a) 600°C/2h x2000 en électrons secondaires, b) 610/8h x1000 en rétrodiffusés.....	53
Figure 3.6: Évolution de la dureté en fonction de la température de revenu et du taux d'austénite reformée	54
Figure 3.7: Courbes de traction pour des éprouvettes de CA6NM revenu à 600°C pendant 2h et 610°C et 620°C pendant 8h.....	55
Figure 3.8: Exemple de courbe a-N obtenue pour l'éprouvette revenue à 600°C	57
Figure 3.9: Courbes da/dN - ΔK pour le CA6NM revenu à 600°C pendant 2h.....	58
Figure 3.10: Courbes da/dN - ΔK pour le CA6NM revenu à 610°C pendant 8h.....	59
Figure 3.11: Courbes da/dN - ΔK pour le CA6NM revenu à 620°C pendant 8h.....	59

Figure 3.12: Courbes da/dN - ΔK à ΔK croissants pour les différentes températures de revenu...	61
Figure 3.13: Niveau de fermeture K_f/K_{max} en fonction de ΔK	62
Figure 3.14: Courbes da/dN - ΔK_{eff}	65
Figure 3.15: Profil de fissure au seuil ($\Delta K=3,6 \text{ MPa.m}^{1/2}$) pour le matériau revenu à 600°C	67
Figure 3.16: Profil de fissure au seuil ($\Delta K=4,4 \text{ MPa.m}^{1/2}$) pour le matériau revenu à 610°C	68
Figure 3.17: Profil de fissure au seuil ($\Delta K=4,6 \text{ MPa.m}^{1/2}$) pour le matériau revenu à 620°C	68
Figure 3.18: Profil de fissure à $\Delta K = 5,2$ à $6,5 \text{ MPa.m}^{1/2}$ pour le matériau revenu à 600°C	69
Figure 3.19: Profil de fissure à $\Delta K = 6,3$ à $7,6 \text{ MPa.m}^{1/2}$ pour le matériau revenu à 610°C	70
Figure 3.20 : Profil de fissure à $\Delta K=6$ à $8,5 \text{ MPa.m}^{1/2}$ pour le matériau revenu à 620°C	70
Figure 3.21: Profil de fissure à $\Delta K = 7,8$ à $11,1 \text{ MPa.m}^{1/2}$ pour le matériau revenu à 600°C	71
Figure 3.22: Profil de fissure à $\Delta K = 8$ à $12 \text{ MPa.m}^{1/2}$ pour le matériau revenu à 620°C	72
Figure 3.23: Profil de fissure à $\Delta K = 13$ à $18,7 \text{ MPa.m}^{1/2}$ pour le matériau revenu à 600°C	73
Figure 3.24: Profil de fissure à $\Delta K = 18,5$ à $20,5 \text{ MPa.m}^{1/2}$ pour le matériau revenu à 620°C	73
Figure 3.25: Profil de fissure à $\Delta K = 20,5$ à $27 \text{ MPa.m}^{1/2}$ pour le matériau revenu à 620°C	74
Figure 3.26: Faciès de rupture observés au microscope optique, a) $610^\circ\text{C}/8\text{h}$ (x2,5), b) $600^\circ\text{C}/2\text{h}$ (x3), c) $610^\circ\text{C}/8\text{h}$ (x3), d) $620^\circ\text{C}/8\text{h}$ (x3).....	76
Figure 3.27: Faciès de rupture après essai de fatigue-propagation observés au MEB aux grossissements X250 et X2000 pour le matériau revenu à 600°C	78
Figure 3.28: Faciès de rupture après essai de fatigue-propagation observés au MEB aux grossissements X250 et X2000 pour le matériau revenu à 610°C	80
Figure 3.29: Faciès de rupture après essai de fatigue-propagation observés au MEB aux grossissements X250 et X2000 pour le matériau revenu à 620°C	82
Figure 3.30: Taux de rupture intergranulaire en fonction du ΔK	82
Figure 3.31: Taux de rupture intergranulaire en fonction de da/dN	83
Figure 3.32: Analyse de la rupture intergranulaire du matériau revenu à $600^\circ\text{C}/2\text{h}$ (x500).....	84

Figure 3.33: Précipités dans les joints de grains sur le faciès de rupture du matériau revenu à 610°C pendant 8h observés en électrons rétrodiffusés, a) x500, b) x2000	85
Figure 3.34: Précipités dans les joints de grains sur le faciès de rupture du matériau revenu à 620°C pendant 8h observés en électrons rétrodiffusés, a) x500, b) x2000	85
Figure 3.35: Stries de fatigue observées à haut ΔK ($\geq 20 \text{ MPa.m}^{1/2}$) au MEB pour différentes conditions de revenu, a) 600°C/2h (x2000), b) 610°C/8h (x5000), c) 620°C/8h (x10000)...	85
Figure 4.1: Évolution de l'indice de fiabilité des turbines hydrauliques en fonction du temps pour différents ΔK_{th} , inspiré de Thibault et al. [36].....	88
Figure 4.2: Rupture intergranulaire et fermeture en fonction de ΔK	94

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

Sigles

a	Longueur de fissure
A_{c1}, A_{c3}	Température limite d'austénitisation
$A_{\%}$	Allongement à la rupture
B	Épaisseur des éprouvettes <i>compact tension</i>
C	Constante de la loi de Paris
CC	Coefficient de complaisance
da/dN	Taux de propagation
E	Module d'Young
G	Énergie libre
γ_{ref}	Austénite reformée
H	Enthalpie
K	Facteur d'intensité de contrainte
K_{Ic}	Facteur d'intensité de contrainte critique en mode I (ténacité)
K_f	Facteur d'intensité de contrainte à la fermeture
K_{min}	Facteur d'intensité de contrainte minimal
K_{max}	Facteur d'intensité de contrainte maximal
ΔK	Variation du facteur d'intensité de contrainte ($K_{max} - K_{min}$)
$\Delta K_{seuil}, \Delta K_{th}$	Seuil de propagation des fissures longues
ΔK_{eff}	Variation efficace du facteur d'intensité de contrainte ($K_{max} - K_f$)
m	Exposant de la loi de Paris
N	Nombre de cycles
P	Force

P_f	Force de fermeture
P_{max}	Force maximale appliquée au cours d'un cycle
P_{min}	Force minimale appliquée au cours d'un cycle
ΔP	Variation de la force ($P_{max} - P_{min}$)
ΔP_{eff}	Variation efficace de la force ($P_{max} - P_f$)
$r_{y,c}$	Taille de zone plastique cyclique
R	Rapport de charge (K_{min} / K_{max})
R_e	Limite d'élasticité
R_m	Résistance à la rupture
S	Entropie
σ_f	Contrainte de fermeture
σ_o	Moyenne entre la limite d'élasticité et la limite ultime
U	Rapport de la variation du facteur d'intensité de contrainte effectif ($\Delta K_{eff} / \Delta K$)
W	Largeur des éprouvettes <i>compact tension</i>

Abréviations

<i>ASM</i>	American Society for Materials
<i>ASTM</i>	American Society for Testing and Materials
<i>CMOD</i>	Crack Mouth Opening Displacement
<i>CRéFaRRE</i>	Consortium de Recherche en Fabrication et Réparation des Roues d'Eau
<i>CT</i>	Compact Tension
<i>FCGR</i>	Fatigue crack growth rate
<i>MEB</i>	Microscope électronique à balayage
<i>TRIP</i>	Transformation-induced plasticity
<i>XRD</i>	X-ray diffraction

LISTE DES ANNEXES

ANNEXE 1 - Éprouvettes de traction.....	104
ANNEXE 2 - Éprouvettes CT.....	105

INTRODUCTION

L'énergie hydroélectrique représente la quasi-totalité de la production d'électricité au Québec. Pour faire face à une demande croissante, des pistes d'optimisation de la fabrication et de la réparation des roues de turbines hydrauliques doivent être investiguées.

Un facteur influençant fortement le rendement des roues est leur précision dimensionnelle et leur état de surface. Afin d'améliorer ces paramètres, ces dernières sont réalisées par soudage des aubes sur le corps de la roue, et non en un seul bloc. Les aciers inoxydables martensitiques à faible teneur en carbone, et notamment l'acier coulé CA6NM (13%Cr-4%Ni), présentent des propriétés intéressantes pour cette application. En effet, ce matériau possède à la fois une bonne résistance mécanique ainsi qu'une relativement bonne résistance à la corrosion et à la cavitation, tout en gardant une bonne coulabilité et une bonne soudabilité. Ce matériau est ainsi largement utilisé dans le domaine hydroélectrique.

Par ailleurs, dans le but d'améliorer ses propriétés, le CA6NM doit subir des traitements thermiques de trempe et de revenu. Le revenu permet notamment d'adoucir la martensite afin de la rendre moins fragile et ainsi d'améliorer la ductilité du matériau. En fonction des conditions de revenu (temps et température), on peut également observer que la structure peut ne plus être 100% martensitique. Elle peut présenter une certaine quantité d'austénite reformée, jusqu'à un maximum d'environ 25% [1]. Les conditions de revenu, et plus particulièrement la température, agissent donc à la fois sur les propriétés de la phase martensitique, mais également sur celles de l'austénite reformée. Cette austénite reformée peut ensuite se retransformer en martensite lorsqu'elle subit une déformation plastique. Ce phénomène, appelé l'effet TRIP (Transformation Induced Plasticity), a un effet sur la résistance à la propagation des fissures de fatigue du matériau [1]. Cependant, l'efficacité de cette transformation de phase sur la résistance à la propagation des fissures dépend de nombreux paramètres, notamment les stabilités thermique et mécanique du matériau [25].

Il semble ainsi pertinent d'étudier l'influence de la température de revenu sur la résistance du CA6NM à la propagation des fissures de fatigue par l'intermédiaire des phénomènes que sont l'effet TRIP, la stabilité de l'austénite reformée et la dureté de la martensite. En modifiant cette température de revenu, la durée de vie en fatigue des roues de turbine hydrauliques pourrait ainsi être fortement augmentée.

Ce projet de maîtrise prend ainsi place dans le cadre du Consortium de Recherche en Fabrication et Réparation des Roues d'Eau (CReFaRRE). Le CReFaRRE est issu d'une entente et d'une collaboration entre l'École Polytechnique de Montréal, l'École de Technologie Supérieure, l'Institut de Recherche d'Hydro-Québec (IREQ), Alstom Hydro Canada et le Conseil National de la Recherche du Canada. Ce consortium de recherche regroupe plusieurs projets qui aboutiront à une meilleure compréhension du comportement en fatigue des roues de turbines hydrauliques.

Objectif

L'objectif de ce projet de maîtrise est de comprendre et de quantifier les effets de la température de revenu sur la résistance à la propagation des fissures de fatigue dans le CA6NM. Une meilleure compréhension de ce paramètre pourrait permettre de tirer bénéfice de ces effets afin de ralentir la propagation des fissures de fatigue et ainsi augmenter la durée de vie des pièces en service. Dans ce but, un certain nombre d'essais seront effectués sur des éprouvettes de CA6NM ayant subi des revenus à différentes températures. L'analyse de ces essais portera sur plusieurs paramètres dépendants du traitement de revenu et pouvant influencer le comportement en fatigue-propagation du CA6NM.

Organisation du mémoire

Le Chapitre 1 de ce mémoire est consacré à la revue bibliographique du sujet. Cette partie traite des caractéristiques du CA6NM, présente l'influence des traitements thermiques, ainsi que les facteurs pouvant influencer le comportement en fatigue-propagation du métal de base principal, notamment l'effet TRIP.

Le Chapitre 2 définit la méthodologie adoptée afin de répondre aux objectifs de ce projet. Il justifiera notamment le choix des températures de revenu adoptées et détaillera les différentes techniques expérimentales utilisées au cours de cette étude.

Le Chapitre 3 présente les différentes observations et les résultats obtenus pour chacune des étapes de la méthodologie. Ces résultats porteront sur la caractérisation microstructurale du CA6NM, sa dureté, ses propriétés en traction et en fatigue-propagation ainsi que sur l'analyse fractographique des éprouvettes de fatigue. Ces résultats donneront lieu à une analyse permettant de comprendre l'influence de la température de revenu sur le comportement en fatigue du CA6NM.

Le Chapitre 4 offre une discussion globale qui résumera les informations ressorties de l'analyse des résultats.

Enfin, le dernier chapitre regroupe les différentes conclusions ainsi que la présentation de nouvelles pistes de recherche permettant de prolonger cette étude.

CHAPITRE 1 REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

La revue bibliographique, ici présentée, décrira dans un premier temps les caractéristiques nominales du matériau de base principal, en incluant sa composition et sa microstructure, ses propriétés mécaniques et l'influence des traitements thermiques qu'il subit. Les facteurs influençant la propagation des fissures nommés précédemment seront ensuite étudiés, notamment l'effet TRIP, les stabilités thermiques et mécaniques de l'austénite reformée, puis la dureté de la martensite. Une synthèse des points essentiels sera ensuite dressée dans la conclusion, ce qui nous permettra de retenir les informations cruciales à considérer lors de la définition des objectifs spécifiques du projet.

1.1 Caractéristiques nominales du matériau de base principal, le CA6NM

1.1.1 Composition

Dans le cadre de la fabrication des roues de turbines hydrauliques, le matériau de base principal utilisé par ALSTOM est le CA6NM. Ce matériau est un acier inoxydable martensitique coulé, à faible teneur en carbone et contenant 13% de chrome et 4% de nickel. La désignation de cet alliage respecte la nomenclature du *High Alloy Product Group* [2]. La première lettre, le C, précise que c'est un alliage destiné à servir dans un milieu corrosif humide. La seconde lettre, le A, donne une approximation du ratio nickel/chrome. Le chiffre donne la teneur en carbone maximale en centième de pourcentage massique (ici 0,06%) et les lettres N et M indiquent la présence de nickel et de molybdène dans l'alliage. Cette composition confère au matériau les propriétés mécaniques, de résistance à la corrosion et de soudage adéquates. La composition du CA6NM, selon la norme ASTM A-743, doit respecter les teneurs massiques données dans le Tableau 1.1.

Tableau 1.1: Composition chimique en pourcentage massique du CA6NM [3]

	C %	Mn %	Si %	P %	S %	Cr %	Ni %	Mo %
CA6NM	0,060 max	1,00 max	1,00 max	0,040 max	0,030 max	11,50- 14,00	3,50- 4,50	0,40- 1,00

1.1.2 Microstructure

La microstructure du CA6NM observée au microscope optique est presque entièrement constituée de lattes de martensite, comme nous pouvons le voir à la Figure 1.1. Seuls quelques grains de ferrite (généralement moins de 2% massiques du matériau) et quelques inclusions sont observables en dehors de la martensite. Les photographies de la Figure 1.1 [4] ont été prises sur des échantillons ayant subi un traitement thermique d'austénitisation, une trempe et un revenu, puis une attaque chimique à l'aide de l'attaquant Fry Modifié (1g de CuCl_2 , 50 mL de HCl , 50 mL de HNO_3 , 100 mL d'eau).

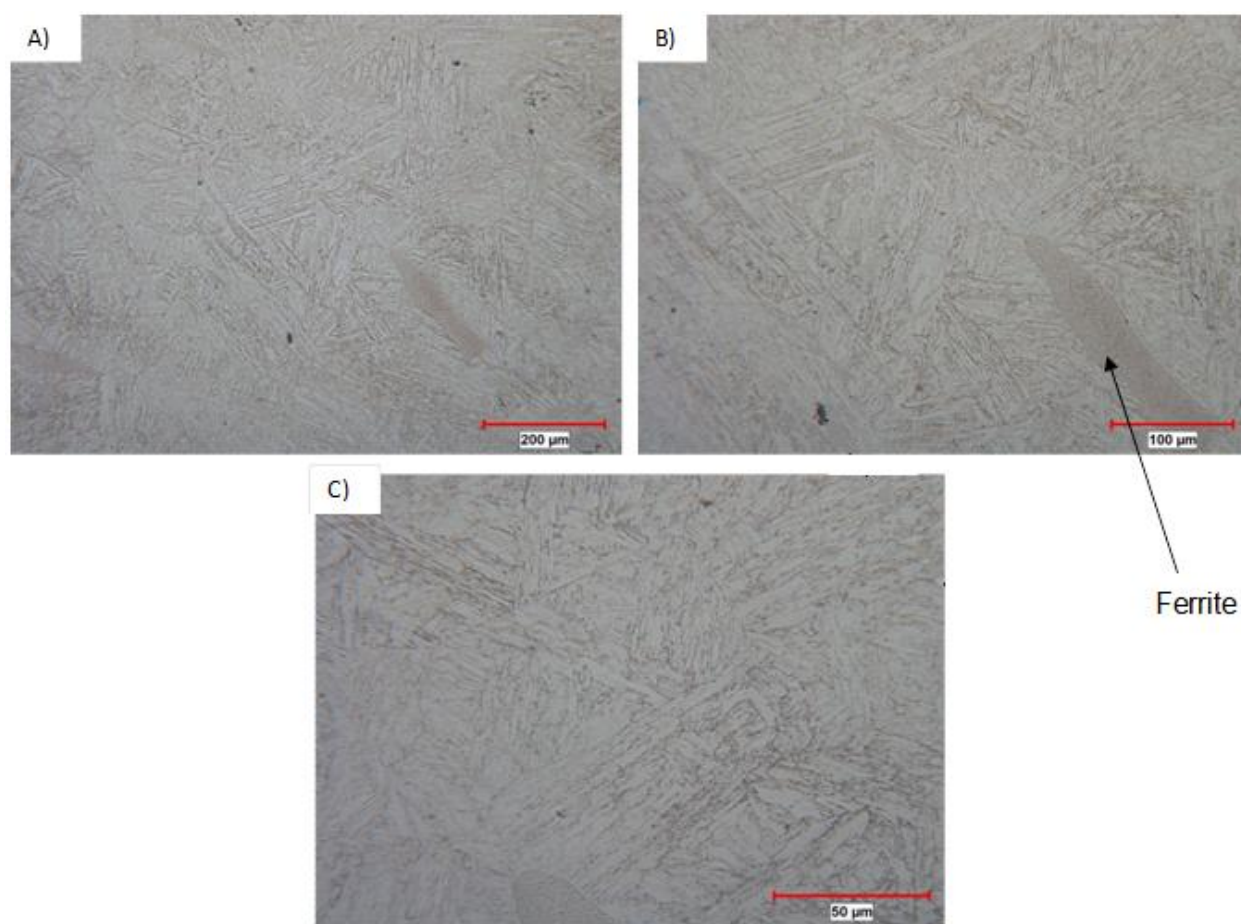


Figure 1.1: Microstructure du CA6NM. A) X100, B) X200, C) X500 [4]

On peut distinguer sur la Figure 1.2, grâce aux joints de grains, les grains de la phase mère austénitique dans lesquels se sont formées les lattes de martensite.

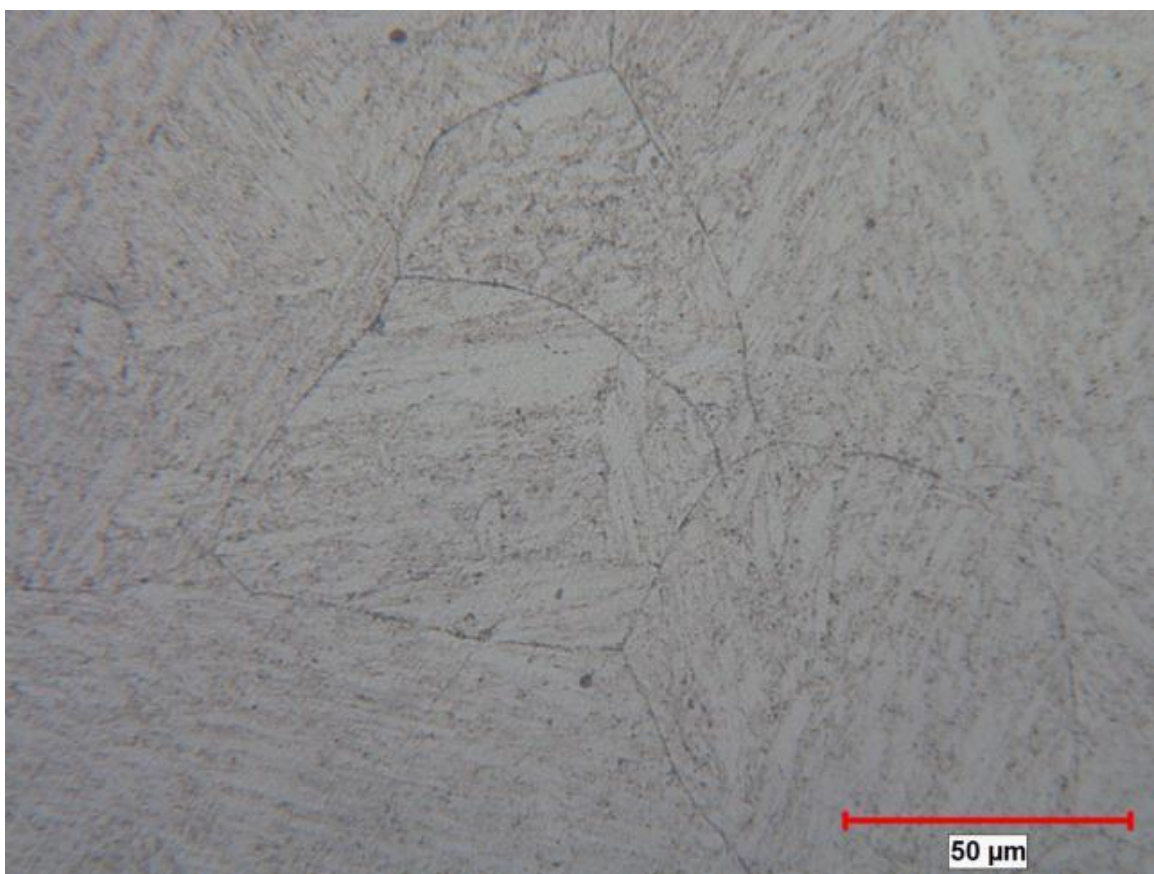


Figure 1.2: Grains de la phase mère austénitique dans un CA6NM revenu à 620°C [4]

L'austénite reformée, qui peut apparaître suite à des traitements thermiques de revenu dans certaines gammes de températures et de durées spécifiques, est finement distribuée à l'intérieur des lattes de martensite sous forme de lamelles qui ne peuvent être observées qu'à très fort grossissement grâce à un microscope électronique à balayage (Figure 1.3) [1].

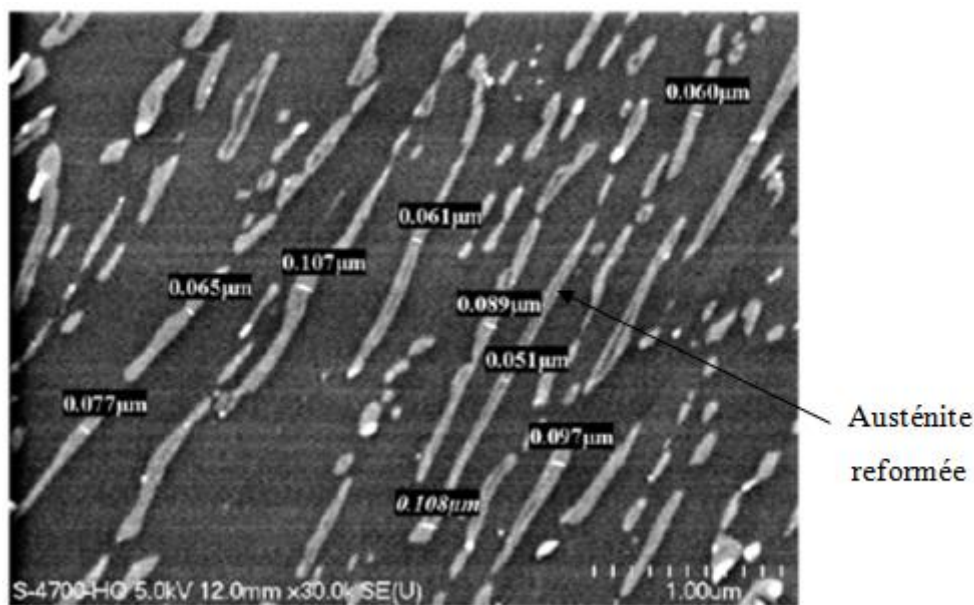


Figure 1.3: Lamelles d'austénite reformée dans un CA6NM observées au Microscope Électronique à Balayage avec canon à émission de champ (FEG-SEM) (X 30000) [1]

1.1.3 Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques minimales imposées par la norme ASTM A-743 sont présentées dans le Tableau 1.2.

Tableau 1.2: Propriétés minimales requises pour le CA6NM [3]

Alliage	R_m (MPa)	R_e (MPa)	A %
CA6NM	755	550	15

Plusieurs paramètres microstructuraux peuvent influencer les propriétés mécaniques des matériaux, et particulièrement la taille des grains. Cette taille de microstructure peut être influencée par les traitements thermiques, notamment par les paramètres (temps et température) d'austénitisation. Il est donc nécessaire, lors des comparaisons de résultats dans la littérature, de prendre en compte la microstructure. En effet, la taille de la microstructure joue un rôle non seulement sur la limite d'élasticité [5], mais également sur la résistance à la fatigue [6, 7]. Une microstructure plus fine, puisqu'elle voit ses joints de grains multipliés et que ceux-ci constituent des obstacles au déplacement des dislocations, améliorera la limite d'élasticité, conformément à la

loi de Hall-Petch [5], qui relie la limite d'élasticité conventionnelle dans un acier et la taille des grains.

D'après Norman E. Dowling [7], l'effet de la taille de la microstructure sera similaire pour la résistance à la fatigue des corps lisses. Plus les grains sont petits, plus la résistance à l'amorçage des fissures est grande. Des études récentes appuient cette théorie [8]. Cependant, en ce qui concerne la propagation, une microstructure fine serait plus propice à l'avancement de la fissure qu'une microstructure grossière [6]. Ce phénomène peut s'expliquer par la tortuosité de la trajectoire de propagation des fissures.

En outre, les propriétés mécaniques nécessaires pour l'application hydraulique du CA6NM sont obtenues grâce à des traitements thermiques effectués sur le matériau. Les traitements thermiques sont eux aussi spécifiés dans la norme ASTM A743 [3]. Il s'agit d'une austénitisation à 1010°C au minimum, suivie d'un refroidissement à l'air à une température inférieure à 95°C avant tout revenu intermédiaire optionnel et le revenu final. Le revenu final doit être effectué entre 565°C et 620°C [3].

1.1.4 Influence des traitements thermiques

Comme nous l'avons vu précédemment, les traitements thermiques peuvent modifier la microstructure et les propriétés mécaniques du matériau. Cette section s'attache à l'étude de ces différents phénomènes.

1.1.4.1 Influence des conditions d'austénitisation

Un des moyens de contrôler la taille des grains est de fixer les conditions d'austénitisation. En effet, la température et la durée adoptées pour cette étape ont une influence sur la taille des grains. Plus ces deux paramètres augmentent, plus les grains d'austénite pourront croître lors de l'austénitisation, ce qui aboutira à des grains de la phase mère austénitique plus gros [9]. Après avoir effectué les traitements thermiques, il est nécessaire de mesurer la taille des grains des échantillons afin de s'assurer qu'ils aient approximativement une microstructure de même échelle. Ainsi, les variations de résistance à la propagation des fissures ne proviendront pas de ce facteur [4]. Il est important de prendre en compte ce paramètre lorsque l'on souhaite comparer des résultats.

1.1.4.2 Influence des conditions de revenu

Ce projet de maîtrise se focalise sur l'influence des conditions de revenu sur la propagation des fissures. Il est donc important d'analyser tous les effets potentiels des différentes conditions autorisées par la norme ASTM A743. Les principaux phénomènes, microstructuraux et mécaniques, seront décrits dans cette partie.

1.1.4.2.1 Influence microstructurale

1.1.4.2.1.1 Revenu de la martensite

Après l'étape d'austénitisation et la trempe, la microstructure obtenue est quasiment 100% martensitique [10]. Cette martensite fraîche est généralement dure mais trop fragile pour les applications ciblées. Avant de pouvoir mettre la pièce en service, il sera donc nécessaire d'effectuer un traitement thermique de revenu qui aura pour objectif d'adoucir la martensite et d'augmenter sa ductilité. En chauffant le matériau, la martensite subit un retour partiel vers un état d'équilibre. La température à laquelle est effectuée cette opération aura donc un impact sur le niveau de revenu de la martensite et donc sur la résistance mécanique et en fatigue du matériau. Contrairement à ce que nous avons vu dans le paragraphe 1.1.2.1. concernant l'influence des paramètres d'austénitisation, le revenu ne modifie pas la taille des grains [11].

1.1.4.2.1.2 Formation et quantité d'austénite reformée

Comme abordé dans le paragraphe 1.1.1.3, le CA6NM doit subir des traitements thermiques afin d'avoir les propriétés minimales requises. Après avoir austénitisé le matériau au-dessus de 1010°C, on réalise une trempe à l'air. Le traitement de revenu doit être effectué entre 565°C et 620°C afin d'adoucir la martensite. Cependant, les aciers inoxydables martensitiques 13% chrome – 4% nickel voient, dans ces conditions de revenu, une certaine quantité d'austénite (jusqu'à 25% en fonction de la composition de l'alliage et du traitement thermique) se reformer à partir de la martensite, sous l'aspect de très fines lamelles, pouvant se former le long des paquets ou des lattes de martensite ou directement à l'intérieur des lattes, et rester stable thermiquement, même après retour à la température ambiante [1, 12, 13].

L'étude de Song et *al.*[14] montre que la présence de carbures Cr_{23}C_6 aux joints des paquets ou des lattes de martensite dans les aciers 13%Cr-4%Ni favoriserait la nucléation de l'austénite

reformée à cet endroit. À une température tout juste supérieure à Ac_1 , l'austénite se formerait uniquement aux joints des lattes de martensite, à proximité des carbures, mais à une température supérieure (à partir de 30°C au-dessus de Ac_1), le Ni diffuserait depuis l'intérieur des lattes de martensite pour former de l'austénite, même en des zones ne contenant pas de carbures.

Pour Liu et *al.* [15], qui ont étudié un acier 13%Cr-5%Ni, l'austénite reformée pourrait se former aussi bien aux joints des lattes de martensite qu'à l'intérieur même de celles-ci. L'austénite résiduelle non transformée en martensite peut également constituer un site de nucléation de l'austénite reformée.

Pour un matériau donné, la quantité d'austénite reformée est fonction de la température de revenu et du temps de maintien à cette température. Pour une durée fixe, la quantité d'austénite reformée en fonction de la température de revenu se présente sous forme de « cloche » comportant un maximum, comme le montre la Figure 1.4.

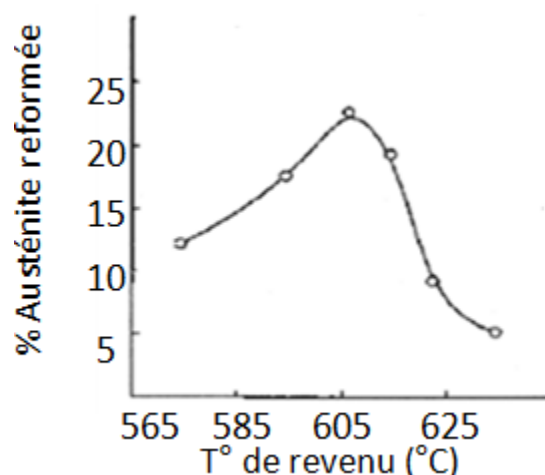


Figure 1.4: Quantité d'austénite reformée d'un CA6NM en fonction de la température de revenu pendant deux heures, [16]

Cette allure de cloche peut s'expliquer par la stabilité thermique de l'austénite reformée, qui sera traitée dans la partie 1.2.4.

De plus, en amont de sa transformation en martensite par effet TRIP que nous verrons plus en détail dans le paragraphe 1.2.3, la présence d'austénite reformée a des effets bénéfiques sur la ténacité du matériau. Les principaux mécanismes expliquant cette augmentation de la ténacité, présentés dans la littérature, sont les suivants :

- L'austénite a intrinsèquement une plus grande ténacité que la martensite [5, 17].
- Elle a un effet « purificateur » et absorbe les impuretés, telles que le soufre ou l'hydrogène, ce qui réduit leur concentration aux joints de grain. Cela a pour effet d'augmenter la ténacité à haute et à basse température ainsi que de limiter les ruptures intergranulaires [18].
- L'austénite permet un émoussement en fond de fissure. L'austénite se déforme plus que la martensite, ce qui permet d'augmenter le rayon en fond de fissure et donc de diminuer la concentration de contrainte [7, 18].

En plus de ces effets propres à la présence d'austénite, l'effet TRIP, décrit plus loin, joue également un rôle dans l'amélioration des propriétés du matériau.

1.1.4.2.2 Influence mécanique

Pendant l'austénitisation, la maille cubique centrée (CC) du fer subit une transformation allotropique et la structure cristallographique du fer devient cubique à face centrée (CFC), dont la solubilité en carbone est plus grande [19]. Les atomes de carbone sont donc en solution solide dans le fer γ , cubique faces centrées. Lors de la trempe, le refroidissement rapide du matériau a pour conséquence d'« emprisonner » les atomes de carbone dans le réseau cristallin du fer, qui devient quadratique centré et forme la martensite.

1.2 Facteurs influençant la propagation des fissures

1.2.1 Généralités concernant la fatigue

La fatigue est un processus au cours duquel le matériau, suite à l'application d'une contrainte ou d'une déformation cyclique, voit ses propriétés modifiées localement et de façon permanente. Ce processus de fatigue engendre la création d'une ou plusieurs fissures et peut mener à une rupture complète de la pièce.

On distingue la fatigue des corps lisses de la fatigue des corps fissurés. La fatigue des corps lisses s'intéresse au nombre de cycles qu'une pièce sans défaut initial peut supporter avant rupture sous un chargement donné. La fatigue des corps fissurés s'intéresse au comportement d'un matériau sous contraintes cycliques en présence d'une fissure préalable. Cela permet notamment d'étudier si la fissure se propagera, à quelle vitesse et le temps restant avant rupture brutale de la pièce. La

norme ASTM E647 [20] introduit les paramètres de la mécanique linéaire élastique de rupture, souvent utilisés pour l'étude de la fatigue des corps fissurés. La longueur de la fissure étant notée a et le nombre de cycle N , l'expression da/dN correspond à la vitesse de propagation incrémentale de la fissure. En introduisant la notion de variation d'intensité de contrainte ΔK , comme expliquée dans l'équation (1), il est possible de relier la propagation de la fissure à la charge appliquée en traçant la vitesse de propagation de la fissure da/dN en fonction de la variation d'intensité de contrainte ΔK . Un schéma représentatif est donné à la Figure 1.5. F est un facteur géométrique, permettant de tenir compte de la géométrie du défaut et $\Delta\sigma_{nom}$ est la variation de la contrainte nominale.

$$\Delta K = F \cdot \Delta\sigma_{nom} \cdot \sqrt{\pi \cdot a} \quad (1)$$

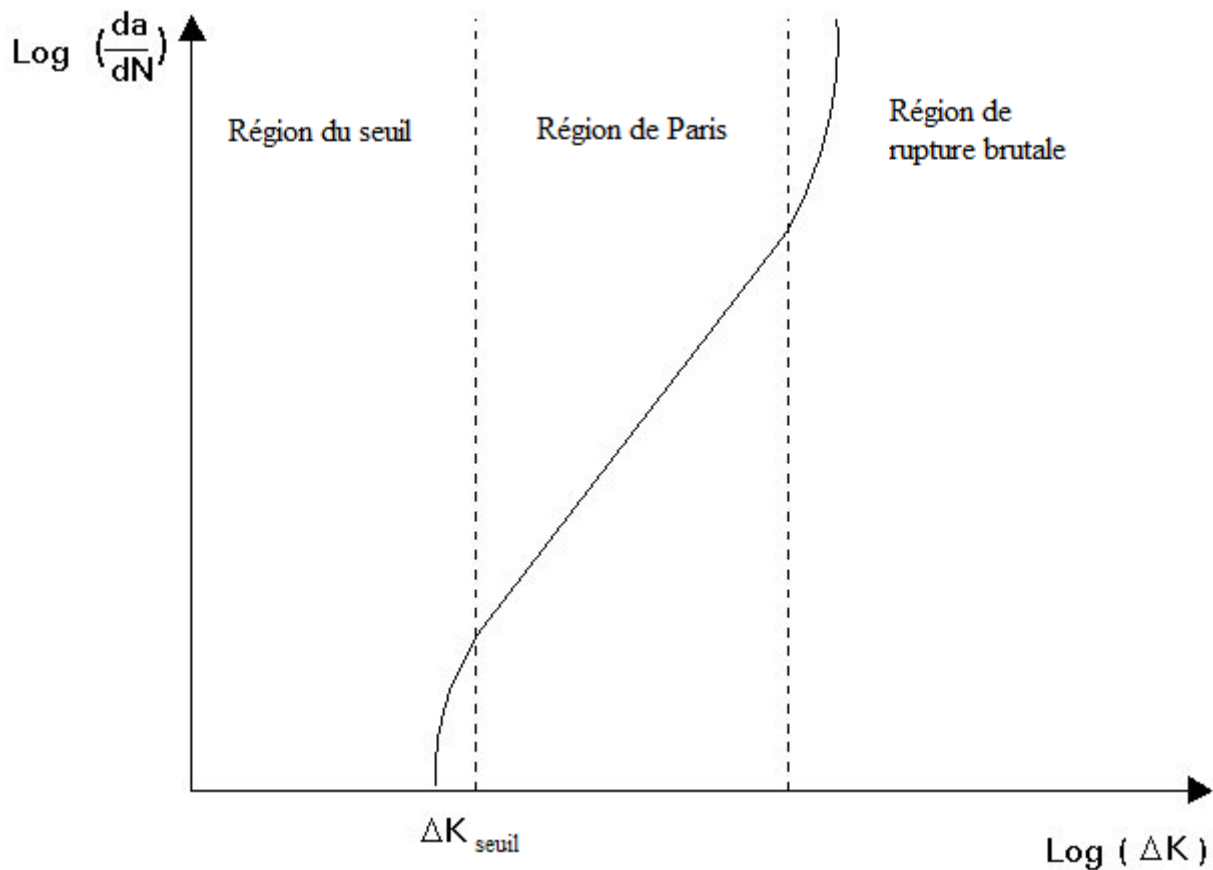


Figure 1.5: Schéma de courbe da/dN en fonction de ΔK

Ces courbes se découpent généralement en 3 parties :

- La région du seuil correspond à la partie à faible ΔK , dans laquelle la fissure se propage lentement. Cette région est particulièrement intéressante pour notre étude puisqu'elle définit le ΔK à partir duquel la fissure commencera à se propager, alors appelé ΔK_{seuil} . Plus le seuil sera élevé, plus il sera difficile pour la fissure d'amorcer sa propagation.
- La région de Paris dans laquelle le taux de propagation de la fissure évolue linéairement sur une échelle logarithmique. La relation de Paris est donnée par l'équation (2), C et m étant deux coefficients dépendants du matériau.

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m \quad (2)$$

- La région à fort ΔK dans laquelle on a une propagation brutale de la fissure.

1.2.2 Comportement en fatigue du CA6NM

Les aciers inoxydables martensitiques sont connus pour leurs bonnes résistances mécaniques et à la corrosion, tout en conservant une bonne soudabilité, comparativement à la plupart des autres aciers. Dans la littérature, la résistance à la traction du CA6NM à 0,02% de carbone, trempé à 1050°C et revenu à 590°C, est typiquement de 800 MPa, sa limite d'élasticité de 666 MPa et sa dureté est de 266 HV [21]. De plus, ce matériau présente également une bonne ténacité puisque son K_{IC} est d'environ 278 MPa m^{1/2} [22, 23].

Un certain nombre d'études [1, 23-25] se sont intéressées au comportement en fatigue du CA6NM. Parmi celles-ci, la publication de D. Thibault présente le comportement en fatigue d'un CA6NM à 0,02% de carbone, trempé et revenu selon la norme ASTM A743 à une température de 590°C. Les essais de fatigue propagation ont été effectués avec un rapport de contrainte de $R=0,1$. Les conditions expérimentales sont donc proches de celles utilisées pour la présente étude. Ces résultats peuvent donc donner une idée du comportement du CA6NM. La valeur du seuil pour ce matériau a été rapportée dans le Tableau 1.3.

Dans son étude, A. Trudel compare le comportement en fatigue-propagation du CA6NM à 0,02% de carbone en fonction de la position par rapport à un cordon de soudure [24]. Les résultats sont donnés à la Figure 1.6. Les courbes du métal de base ont été tirées de l'article de J. Lanteigne [23]. Le symbole *AW* signifie *As welded* (tel que soudé), *HAZ* signifie « Heat Affected Zone »

(zone affectée thermiquement), *HT* se rapporte à *Heat Treated* (traité thermiquement) et *BM* signifie *Base Metal* (métal de base). Deux rapports de contrainte R différents ont été utilisés. On peut voir sur cette figure que le matériau traité thermiquement a une résistance à la propagation de fissure nettement supérieure au matériau tel que soudé pour un rapport de contrainte de 0,1. Cependant, pour un rapport de contrainte de 0,7, il n'y a pas de différence, que le matériau soit traité thermiquement ou non. Cela s'explique par l'effet de fermeture. Pour $R=0,1$, on aura un effet de fermeture pour le matériau revenu après soudage, mais pas pour le matériau tel que soudé car les contraintes résiduelles en tension induites par le soudage empêcheront la fermeture. Pour $R=0,7$, la force minimale restera trop élevée pour que l'on puisse avoir un phénomène de fermeture, même si le matériau subit un revenu post-soudage. Les études d'A. Trudel et D. Thibault utilisent le même matériau: un CA6NM à 0,02%C.

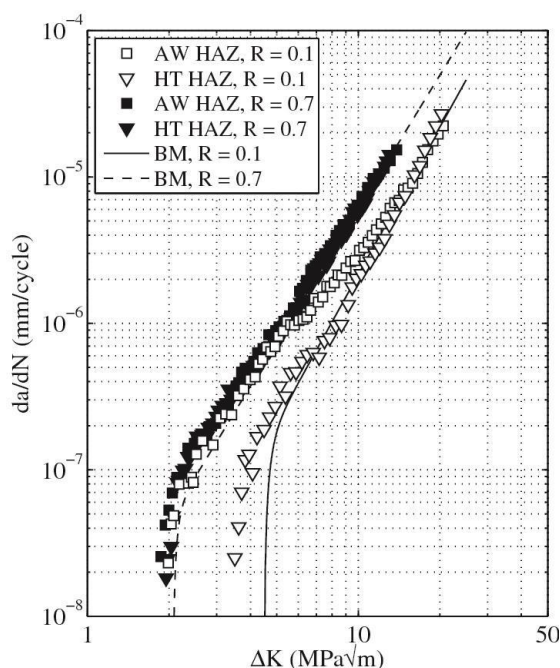


Figure 1.6: Taux de propagation en fonction de ΔK pour $R=0,1$ et $R=0,7$ pour le métal de base (CA6NM) [24]

Les lignes en trait plein ($R=0,1$) et en pointillés ($R=0,7$) correspondent aux valeurs obtenues pour le métal de base, c'est-à-dire loin du cordon de soudage. Avant soudage, le métal de base a subi un traitement thermique d'austénitisation à 1050°C suivi d'un revenu à 600°C, ce qui le rend, lui aussi, assez semblable au matériau étudié dans notre projet. La valeur du seuil obtenu à partir du métal de base pour un rapport de contrainte de 0,1 a également été rapportée dans le Tableau 1.3.

Tableau 1.3: Valeurs de seuil de propagation pour deux CA6NM à 0,02%C revenus à 590°C et 600°C

	Température de revenu (°C)	ΔK_{th} (MPa.m ^{1/2})
Résultats de D. Thibault et al. [1]	590	3,9
Résultats de J. Lantaigne et al. [23]	600	4,5

On peut voir que les résultats obtenus par D. Thibault et J. Lantaigne, également présentés par A. Trudel, sont assez similaires pour un rapport de contrainte de 0,1, puisque dans les deux cas, le seuil est obtenu pour une valeur de ΔK proche de 4 MPa m^{1/2}. Le résultat obtenu par J. Lantaigne (environ 4,5 MPa m^{1/2}) est légèrement supérieur à celui obtenu par D. Thibault (environ 3,9 MPa m^{1/2}). Les écarts s'expliquent par la différence de température de revenu (600°C contre 590°C), ce qui a pour effet de modifier ses propriétés, notamment sa ténacité. De plus, les conditions expérimentales (température, humidité, équipement, ...) peuvent avoir une influence sur les résultats.

D'autres caractéristiques du matériau pouvant agir sur le comportement en fatigue du CA6NM ont été investiguées. Ainsi, S. Godin étudie l'effet du nickel sur la stabilité de l'austénite reformée sous fatigue oligocyclique [25]. Il a ainsi obtenu des résultats présentant le taux de transformation de l'austénite en martensite en fonction du nombre de cycles effectués à 2% de déformation pour différentes teneurs en Nickel (Figure 1.7). Le CA6NM contient une teneur en nickel de 4%.

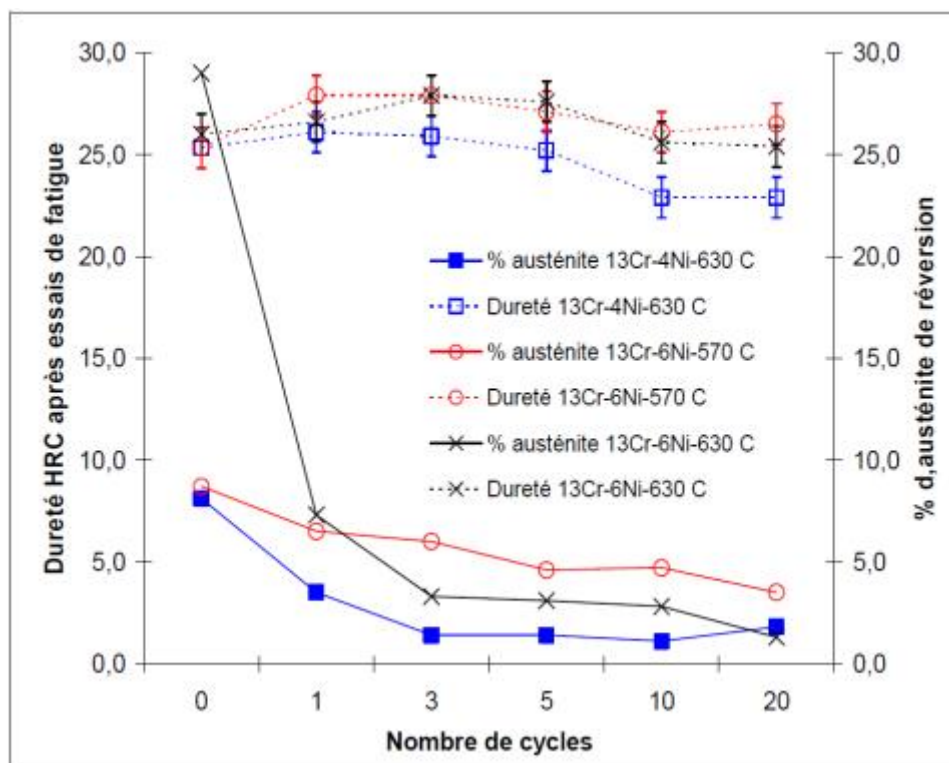


Figure 1.7: Duretés HRC et pourcentages d'austénite obtenus après essais de fatigue à 2% de déformation [25]

Cette étude confirme bien que l'austénite reformée se transforme sous contrainte par effet TRIP. Cependant, l'ensemble des résultats obtenus lors de cette étude amèneraient à la conclusion que la stabilité mécanique de l'austénite reformée ne dépend pas de sa composition chimique mais de la forme de ses particules et des propriétés de la matrice environnante. Ces résultats seront étudiés plus en profondeur dans la partie suivante.

1.2.3 Effet TRIP

L'effet TRIP (Transformation Induced Plasticity), ou encore nommé plasticité de transformation, est une transformation de phase provoquée par l'application d'une déformation ou d'une contrainte, à une température supérieure à la température d'équilibre thermodynamique [17]. Dans le cas du CA6NM, c'est l'austénite reformée qui se transformera en martensite sous un certain niveau de contrainte. Les conditions de transformation et la stabilité de l'austénite reformée seront abordées plus en détail dans la section suivante.

La plasticité de transformation est avantageuse puisqu'elle permet à la fois d'augmenter la limite d'élasticité et la ductilité [26]. Une représentation schématique de l'amélioration des propriétés mécaniques apportée par l'effet TRIP est présentée dans la Figure 1.8. On observe que la plasticité de transformation autorise au matériau un plus grand allongement à la rupture, et lui confère une plus grande résistance mécanique. Les mécanismes permettant cela sont décrits ci-après.

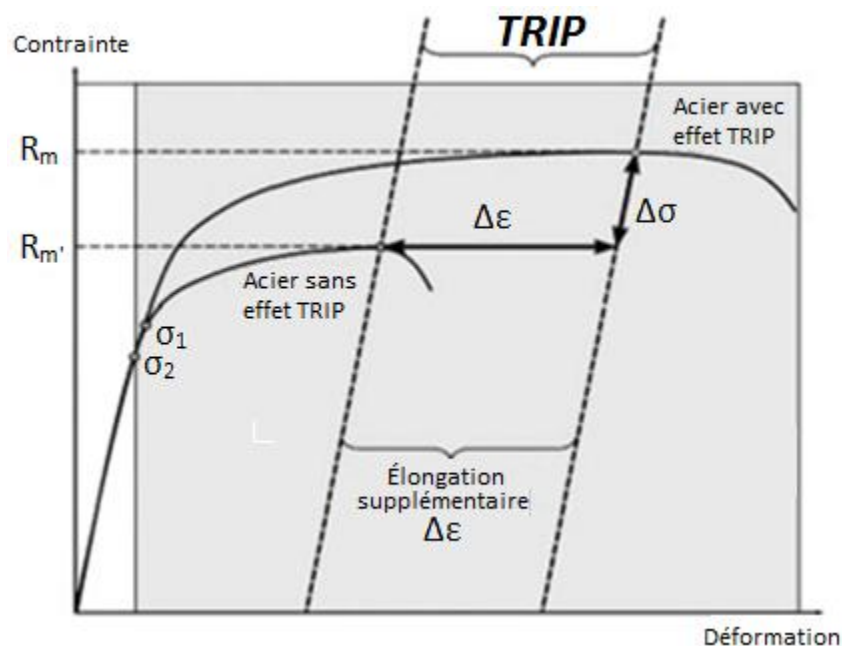


Figure 1.8: Représentation schématique de l'effet TRIP, inspirée de M. Eskandri et al. [27]

De plus, cette plasticité de transformation a plusieurs conséquences au niveau de la propagation de fissures de fatigue. En effet, si la transformation s'effectue sous déformation, c'est parce qu'elle a besoin d'une certaine quantité d'énergie d'activation mécanique. L'énergie nécessaire à la transformation de phase provient de l'énergie absorbée au cours de la déformation. Ainsi, cette absorption d'énergie peut aboutir à une réduction de la vitesse de propagation de la fissure [13, 17].

Par ailleurs, lors de la transformation de l'austénite en martensite, il y a une expansion volumétrique puisque l'austénite a une structure cristalline cubique face centrée, plus dense que la structure quadratique centrée de la martensite. Cette expansion volumétrique, de l'ordre de 4% [17], créera donc des contraintes résiduelles de compression qui auront tendance à « refermer » la fissure et ainsi à ralentir sa propagation [12].

Cependant, pour être réellement efficace au niveau de la réduction de la vitesse de propagation, la transformation doit s'effectuer près du fond de fissure. C'est la stabilité mécanique de l'austénite reformée qui permettra de gérer la quantité d'énergie nécessaire à la transformation et donc la position de cette transformation par rapport au fond de la fissure. La stabilité mécanique de l'austénite est donc un paramètre important à prendre en compte.

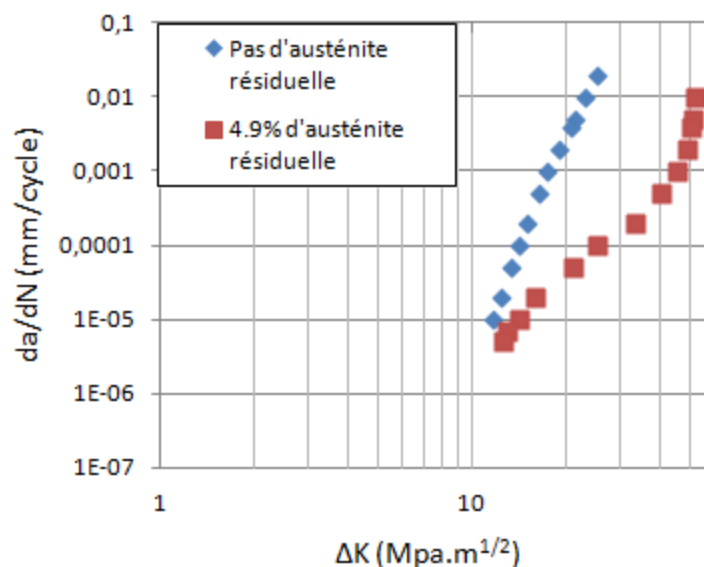


Figure 1.9: Courbes da/dN vs ΔK pour un acier TRIP faiblement allié et pour deux traitements thermiques différents, inspiré de Cheng et al. [28]

La Figure 1.9 illustre l'effet TRIP en fatigue. Les deux graphes représentent la vitesse de propagation de la fissure en fonction de ΔK sur un acier TRIP après deux traitements thermiques différents. La composition de l'acier est donnée dans le Tableau 1.4. Le traitement thermique correspondant au matériau ne contenant pas d'austénite reformée consiste en une chauffe à 800°C pendant 30 minutes, suivie d'une trempe à l'eau à la température ambiante. La microstructure obtenue sera constituée d'approximativement 50% de martensite et de 50% de ferrite et moins de 1% d'austénite résiduelle. Le traitement thermique optimal consiste en une chauffe à 800°C pendant 30 minutes, suivie d'un refroidissement rapide jusqu'à une température de 400°C , qui sera maintenue pendant 1 minute, puis d'une trempe à l'air à la température ambiante. La microstructure obtenue sera cette fois composée de ferrite, de bainite, de martensite et de 4,9% d'austénite résiduelle. Selon X. Cheng, la présence d'austénite reformée et l'effet TRIP sont les principales causes de l'amélioration du comportement en fatigue pour ce matériau. On observe en effet qu'à un même ΔK , par exemple de $20 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, la vitesse de propagation sera plus faible

pour le matériau contenant de l'austénite reformée (5.10^{-5} mm/cycle) que pour le matériau ne contenant pas d'austénite reformée (3.10^{-3} mm/cycle). Le fait que la différence de comportement diminue à faible ΔK peut s'expliquer par la stabilité mécanique de l'austénite reformée, abordée dans le paragraphe suivant. Ainsi, à faible ΔK , la déformation ne serait pas assez importante pour transformer l'austénite reformée.

Tableau 1.4: Composition de l'acier TRIP [28]

C (%)	Mn (%)	Si (%)	Al (%)	P (%)
0,188	1,502	0,254	0,443	0,015

1.2.4 Stabilité thermique et mécanique de l'austénite reformée

La stabilité de l'austénite reformée est un élément essentiel dans cette étude puisqu'elle influencera à la fois sa quantité dans le matériau final et sa capacité à se retransformer en martensite sous contrainte. Elle affectera donc les propriétés du matériau et l'efficacité de l'effet TRIP. Cette stabilité peut être de deux natures différentes : thermique ou mécanique.

1.2.4.1 Stabilité thermique

La stabilité thermique de l'austénite reformée est sa capacité à rester présente dans le matériau sans se transformer lors du retour à la température ambiante après le revenu.

À partir d'une température de revenu de 565°C , la martensite commence à se retransformer partiellement en austénite. Cette température critique est appelée A_{c1} . Une équation empirique (3) permet de calculer cette température A_{c1} en fonction de la composition chimique de l'alliage [29].

$$A_{c1} (^{\circ}\text{C}) = 850 - 1500 (C+N) - 50\text{Ni} - 25\text{Mn} + 25\text{Si} + 25\text{Mo} + 20(\text{Cr}-10) \quad (3)$$

On peut également déterminer cette température A_{c1} à partir d'un diagramme de phase tel que présenté à la Figure 1.10. Les lignes horizontales à 620°C et 720°C représentent les températures A_{c1} et A_{c3} , correspondant au début et à la fin du domaine $\alpha+\gamma$ pour un acier martensitique contenant 13% de chrome et 4% de nickel.

Bien que l'utilisation d'une équation empirique donne un résultat plus précis, celle-ci n'est valide que pour un nombre limité de matériaux, à savoir des aciers à 13% Cr et environ 0,05% C. Pour des matériaux dont la composition diffère légèrement, il est préférable de vérifier les valeurs expérimentalement avec une analyse de dilatométrie, par exemple, pour avoir une valeur précise.

La dilatométrie étudie les variations dimensionnelles d'un matériau en fonction de la température. Elle repose sur le phénomène de dilatation thermique. Cependant, un certain nombre de discontinuités dans la loi de dilatation permettent de mettre en évidence plusieurs transformations. Ces discontinuités peuvent correspondre, par exemple, à un changement de structure cristalline, ou une élimination de porosité. La dilatométrie est particulièrement adaptée pour l'étude des métaux et alliages. Elle permet notamment d'observer les transformations structurales associées aux évolutions prévues par les diagrammes d'équilibre, déterminant ainsi avec précision les températures A_{c1} et A_{c3} pour un métal donné [30].

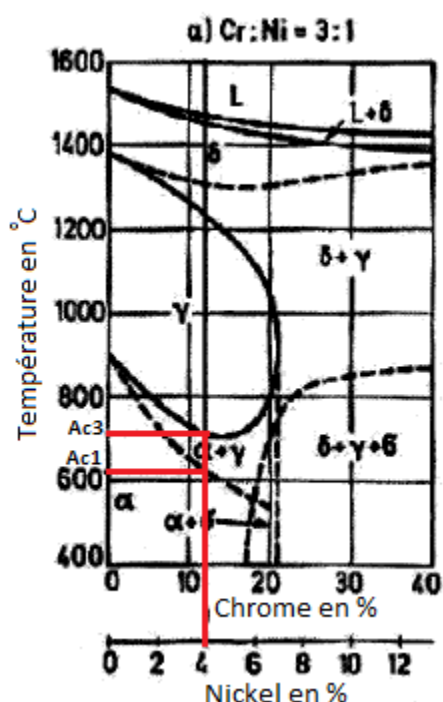


Figure 1.10: Diagramme de phase en fonction d'un acier martensitique 13%Cr - 4%Ni, inspiré de E. Folkhard et al. [31]

L'austénite obtenue lors d'un revenu est dite «reformée», et doit être distinguée de l'austénite résiduelle, qui provient de l'étape d'austénitisation et de trempe où un certain pourcentage d'austénite n'a pas été transformé en martensite. La quantité d'austénite reformée augmente avec

la température de revenu jusqu'à une température d'environ 605°C, pour le matériau présenté dans le cas de la Figure 1.4 [16]. Jusqu'à cette température, l'austénite ne se retransforme pas en martensite, même après retour à la température ambiante. En effet, pendant le revenu, les éléments gammagènes, comme le Ni et le C, migrent de la martensite vers l'austénite reformée puisqu'ils sont plus solubles dans cette phase [17]. Cela a pour conséquence de stabiliser thermiquement la phase austénitique. Ainsi, la température de début de transformation martensitique M_s de cette austénite est abaissée en dessous de la température ambiante. Cependant, au-delà d'une certaine température de revenu, la quantité d'austénite reformée est tellement grande que la densité d'éléments gammagènes dissous dans l'austénite est trop faible pour pouvoir la stabiliser thermiquement. On observe alors une retransformation partielle de l'austénite reformée en martensite fraîche, d'où l'allure en forme de cloche de la courbe.

Une approche thermodynamique du phénomène permet de mieux comprendre les mécanismes mis en jeu. Le domaine stable est celui qui minimise l'énergie. Les expressions de l'énergie libre de l'austénite et de la martensite sont données par les équations (4) et (5).

$$G_A = H_A - T \times S_A \quad (4)$$

$$G_M = H_M - T \times S_M \quad (5)$$

Avec G l'énergie libre, H l'enthalpie, T la température et S l'entropie [32].

En traçant ces équations sur un même graphique (Figure 1.11), on peut alors observer les différents domaines de stabilité : ce sont ceux dont l'énergie libre est la plus faible.

Ainsi, sous la température T_0 , la martensite a tendance à être plus stable, tandis qu'au-dessus de cette température, c'est la phase austénitique qui est la plus stable. Toutefois, on constate que la température de début de transformation martensitique M_s est inférieure à T_0 . Cela est dû au fait que d'autres énergies, telles que les énergies d'interfaces, peuvent s'opposer à la transformation. Il faut donc fournir une certaine quantité d'énergie supplémentaire, représentée par ΔG_{MS} sur la Figure 1.11, pour amorcer la transformation. Pour des températures inférieures à M_s , l'écart entre les énergies libres de la martensite et de l'austénite est suffisant pour amorcer la transformation martensitique. Par contre, pour une température T_1 située entre les températures M_s et T_0 , on observe que l'écart entre les énergies libres, noté ΔG_{T_1} est insuffisant pour amorcer la transformation puisqu'il est inférieur à ΔG_{MS} . On est donc en présence d'une austénite instable. Il

faudra fournir une quantité d'énergie, notée U' sur la Figure 1.11, pour permettre à la transformation de s'effectuer. Cette énergie sera généralement une énergie mécanique. La quantité d'énergie à fournir, et donc absorbée par la transformation, varie en fonction de la température. Cet aspect de la stabilité de l'austénite reformée sera traité dans la partie suivante : la stabilité mécanique.

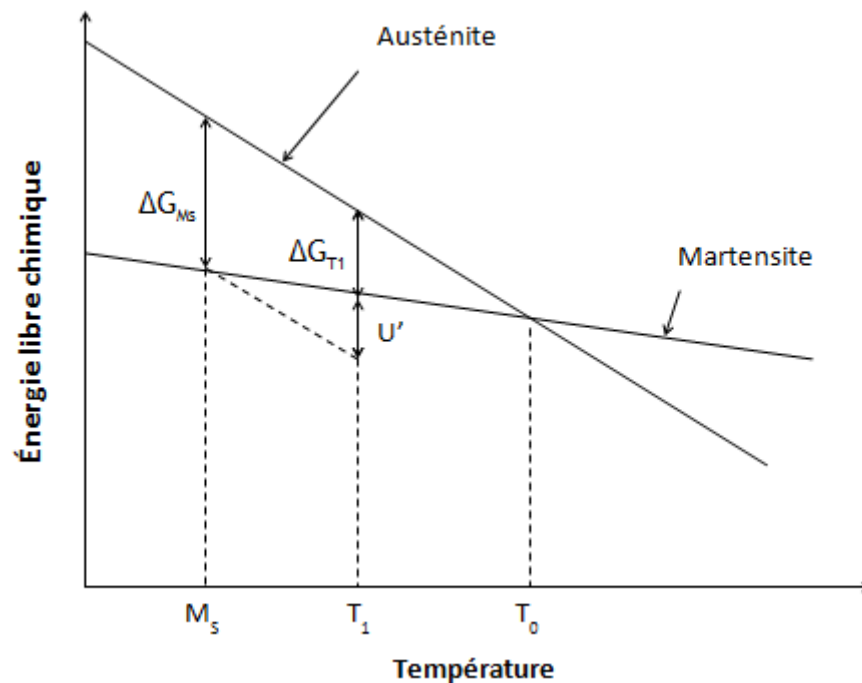


Figure 1.11: Représentation graphique des énergies libres de l'austénite et de la martensite en fonction de la température, d'après Tamura [33]

Pour résumer l'effet du revenu, après retour à la température ambiante, on peut avoir les constitutions suivantes en fonction de la température:

- En dessous de la température correspondant au pic d'austénite reformée, l'état final du matériau sera donc composé de martensite revenue et d'une certaine proportion d'austénite reformée.
- Au-dessus du pic, le matériau sera composé de martensite revenue, d'austénite reformée mais également de martensite fraîche.

Le choix de la température de revenu aura ainsi une grande influence sur la stabilité thermique de l'austénite reformée, et donc sur sa quantité à température ambiante ainsi que sur les propriétés du matériau.

La stabilité thermique de l'austénite reformée déterminera la quantité d'austénite reformée présente dans le matériau et donc le volume d'austénite potentiellement transformée en martensite par effet TRIP.

D'autre part, il est également possible de réaliser des doubles revenus afin d'obtenir une plus grande quantité d'austénite reformée [12, 17]. On effectue dans un premier temps un revenu à une température supérieure à la température correspondant au pic d'austénite (typiquement $A_{c1} + 70$ °C). Après refroidissement, on obtiendra donc de la martensite revenue, de l'austénite reformée et de la martensite fraîche. On procède alors à un nouveau revenu, à une température plus faible, proche de A_{c1} . Une partie de la martensite précédemment fraîche se transforme en austénite. Il se produit alors une nouvelle migration des éléments gammagènes vers l'austénite. Ceci aboutit à une nouvelle stabilisation. Le reste de la martensite est revenue et la température étant cette fois inférieure à celle correspondant au pic d'austénite, il n'y aura pas de retransformation de l'austénite en martensite. On a donc augmenté la quantité d'austénite reformée sans créer de martensite fraîche. La quantité d'austénite reformée étant plus grande, le volume potentiellement transformé en martensite et la quantité d'énergie absorbée seront plus grands également. Cependant, ces doubles revenus sont assez longs et coûteux à réaliser.

1.2.4.2 Stabilité mécanique

La stabilité mécanique de l'austénite reformée joue aussi un rôle essentiel dans l'efficacité de l'effet TRIP à ralentir la propagation des fissures. Comme nous l'avons vu dans la section précédente, il est nécessaire d'apporter une certaine quantité d'énergie supplémentaire pour permettre la transformation de l'austénite en martensite à une température comprise entre T_0 et M_s (Figure 1.11). C'est précisément le cas pour l'austénite reformée, qui a été enrichie en éléments gammagènes, et dont la température M_s a été abaissée en dessous de la température ambiante. L'énergie nécessaire peut être fournie sous forme mécanique et la quantité d'énergie à apporter pour amorcer la transformation définit la stabilité de l'austénite réformée. Ainsi, pour une austénite stable, la transformation d'austénite en martensite absorbera une plus grande

quantité d'énergie mécanique et l'effet TRIP aura donc un plus grand impact sur le ralentissement de la propagation de fissure [32].

Comme nous l'avons vu précédemment, pour être efficace, il semblerait préférable que la transformation s'effectue en fond de fissure, en raison des contraintes résiduelles en compression induites par l'expansion volumétrique lors de la transformation. En effet, si la transformation s'effectue trop loin du fond de fissure, les contraintes résiduelles en compression sont susceptibles d'être relâchées avant que la fissure n'atteigne ce point, sous l'effet de la contrainte cyclique [34]. Ainsi, les bienfaits de l'effet TRIP sur les propriétés mécaniques seront significativement supérieurs lorsque la transformation martensitique s'effectue progressivement en suivant l'avancement de la fissure. Il s'agit alors de maîtriser la stabilité de l'austénite pour que sa transformation ne soit pas trop précoce, et donc qu'elle ne s'effectue pas trop loin du fond de fissure, ni qu'elle n'ait pas lieu, à cause d'une trop grande stabilité [13, 17].

Selon une récente étude, le facteur influant le plus fortement la stabilité mécanique de l'austénite reformée, serait la morphologie et la taille des particules d'austénite reformée, et la dureté de la matrice avoisinante, constituée de martensite dans le cas du CA6NM [25]. En effet, une hypothèse selon laquelle des grains d'austénite plus petits seraient plus stables et retarderaient la transformation a été émise [35, 36].

De plus, une matrice martensitique plus dure « protégerait » l'austénite et diminuerait sa déformation sous contrainte, ralentissant ainsi sa transformation en martensite, tandis qu'une matrice plus molle transmettrait plus de déformations à l'austénite reformée [37]. Cependant, les points de vue divergent à ce sujet, puisque selon d'autres études, une matrice plus dure transmettrait les déformations plus directement à l'austénite qu'une matrice plus molle [38]. La source de ces divergences provient de la localisation de l'austénite reformée. En effet, des particules d'austénite inter-lattes se transformeront plus rapidement si les lattes avoisinantes sont dures, tandis que des particules intra-lattes seront « protégées » de la déformation par une matrice plus dure. Comme nous l'avons vu dans la partie concernant la formation de l'austénite reformée, les sites de nucléation de l'austénite reformée dépendent des conditions de revenu.

1.2.4.3 Compromis entre stabilité thermique et mécanique

Les stabilités thermique et mécanique jouent ainsi un rôle essentiel dans l'efficacité de l'effet TRIP sur la modification des propriétés du matériau. Il s'agit de les contrôler au mieux afin de

maximiser l'impact de la transformation de l'austénite en martensite sur la propagation des fissures. Cependant, ces deux stabilités ne sont pas forcément liées.

En effet, une augmentation de la stabilité thermique de l'austénite reformée par un enrichissement en éléments gammagènes aboutira à un accroissement de la quantité d'austénite reformée présente après traitement thermique et potentiellement transformée en martensite par effet TRIP mais n'améliorera pas nécessairement la stabilité mécanique [25], comme le montre la Figure 1.12. En effet, un matériau contenant 6% de Nickel (courbe noire), qui est un élément gammagène, peut voir son austénite se transformer plus rapidement en martensite qu'un acier contenant 4% de Nickel (courbe bleue).

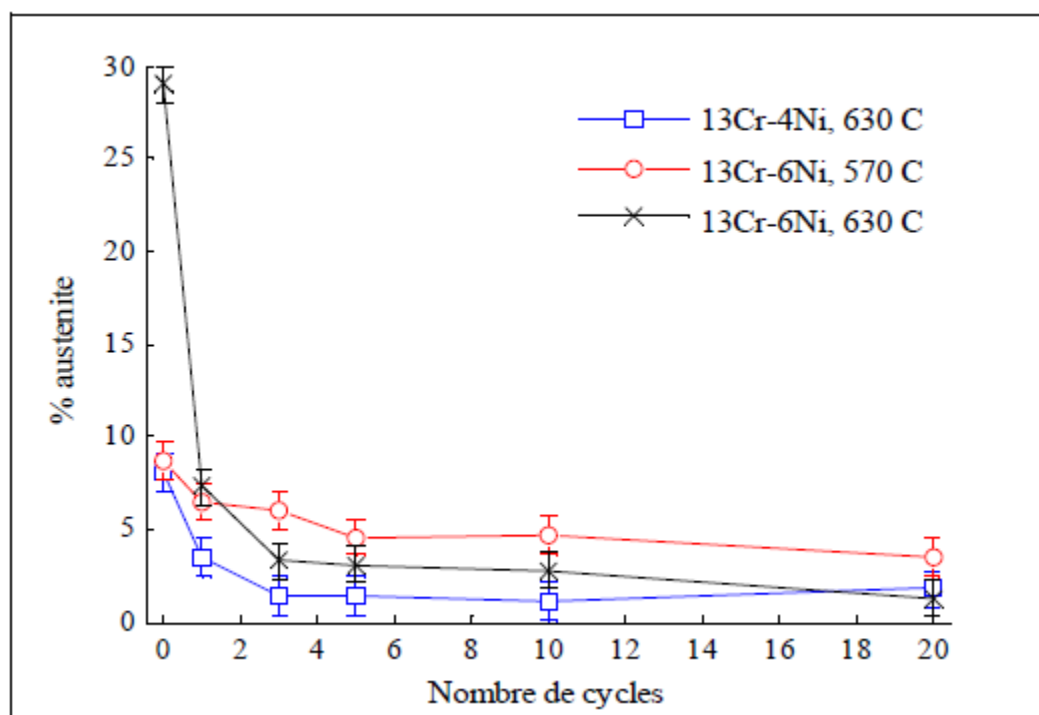


Figure 1.12: Taux d'austénite reformée dans les aciers 10%Cr-4%Ni et 13%Cr-6%Ni en fonction du nombre de cycles à 2% de déformation [25]

Ainsi, si l'austénite est moins stable mécaniquement, la transformation absorbera moins d'énergie et elle risquera de s'opérer loin du fond de fissure.

À l'opposé, en maximisant la stabilité mécanique, on augmente l'énergie de transformation dépensée, mais aussi le risque de non transformation.

Lors de cette étude, nous nous attacherons donc à trouver un compromis entre ces différents paramètres de manière à améliorer au maximum la résistance à la propagation de fissures du matériau.

1.2.4.4 Dureté de la martensite et présence de martensite fraîche

Les conditions de revenu influencent aussi la résistance à la propagation des fissures au travers d'autres éléments, et notamment du revenu de la martensite, comme nous l'avons vu dans le paragraphe 1.2.2. La température de revenu peut affecter la dureté de la martensite. Or, comme l'a montré I.Souki [39], la dureté de la martensite, reportée dans le Tableau 1.5, a une influence sur la vitesse de propagation des fissures dans un acier martensitique à 5% de chrome (Figure 1.13).

Tableau 1.5: Dureté de la martensite en fonction des températures d'austénitisation et de revenu, inspiré de Souki [39]

Température d'austénitisation (°C)	1 ^{er} revenu (°C)	2 ^e revenu (°C)	Dureté (HRC)
990	550	625	42
990	550	603	47
990	550	595	50
1050	550	605	47

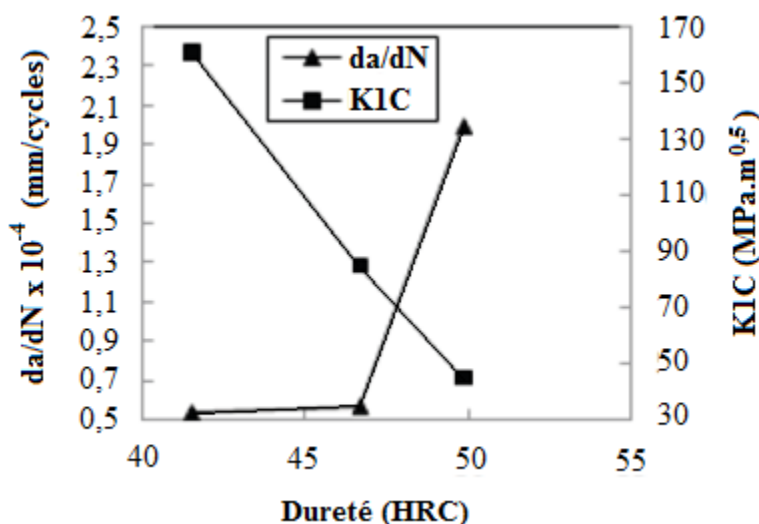


Figure 1.13: Influence des conditions de revenu sur la propagation des fissures dans un acier martensitique à 5% Cr à $\Delta K = 20$, inspiré de [39]

D'après ces résultats, il semblerait qu'une plus grande dureté de la martensite résulte en une augmentation de la vitesse de propagation de la fissure et en une diminution du facteur K_{1c} . Ces résultats sont expliqués par une différence de la distribution et de la fraction volumique de carbures nanométriques selon la température de revenu. Une température de revenu plus basse implique une grande quantité de carbures non coalescés, ce qui conduit à une distance plus faible entre les particules et par conséquent à un taux de propagation plus élevé. En effet, le mécanisme, basé sur l'interaction entre la fissure et les particules de carbure peut être divisée en trois étapes :

- L'initiation, par la création de cavités autour des carbures primaires à cause de la déformation plastique.
- La croissance de ces cavités.
- La coalescence des cavités.

Ainsi, plus la température de revenu est faible, plus la fraction volumique de carbures sera élevée, ce qui correspond à une plus grande dureté et à un taux de propagation de fissure plus élevé.

En outre, comme nous l'avons vu, la martensite fraîche a une dureté bien supérieure à la martensite revenue. Sachant qu'en fonction des conditions de revenu du CA6NM on peut obtenir de la martensite fraîche, et qu'une fois transformée par effet TRIP l'austénite reformée deviendra également de la martensite fraîche, il conviendra d'étudier l'effet du revenu et de la dureté de la

martensite sur la vitesse de propagation des fissures pour ce matériau. D'autant plus qu'en général, on observe qu'une plus grande ductilité correspond à une augmentation de la ténacité, ce qui implique une meilleure résistance à la propagation brutale des fissures [40].

1.3 Résumé de la revue bibliographique

L'acier inoxydable martensitique CA6NM est un bon candidat pour la construction d'aubes de turbines hydrauliques, grâce à sa bonne soudabilité et à ses propriétés mécaniques améliorées par des traitements thermiques. Ce type d'acier est principalement constitué de lattes de martensite mais présente une certaine quantité d'austénite (jusqu'à 25%, dépendamment de sa constitution et des traitements thermiques) après austénitisation, trempe et revenu à une température supérieure à A_{c1} . Cette austénite reformée peut ensuite se transformer en martensite fraîche sous contrainte ou déformation. Ce phénomène est appelé plasticité de transformation ou encore effet TRIP (*Transformation Induced Plasticity*). Cette plasticité de transformation peut modifier les propriétés mécaniques et la résistance en fatigue du matériau. Cependant, l'ampleur de son influence dépend directement de la stabilité de l'austénite reformée. On différencie deux types de stabilité :

- La stabilité thermique, dont la principale influence est de déterminer la quantité d'austénite reformée, présente à température ambiante après le revenu. Cette stabilité s'appuie sur la diffusion des éléments gammagènes de la martensite vers l'austénite pendant le revenu, stabilisant ainsi la phase austénitique.
- La stabilité mécanique, qui détermine la quantité d'énergie absorbée lors de la transformation de phase entre l'austénite et la martensite. Une plus grande stabilité mécanique permettra d'absorber plus d'énergie mais augmentera les chances que l'austénite ne se transforme pas si la contrainte locale n'est pas assez forte.

Les retombées bénéfiques de l'effet TRIP dépendent fortement de ces stabilités, qui sont la cause des divergences de points de vue présentes dans la littérature, en ce qui concerne l'efficacité de la plasticité de transformation sur la propagation des fissures de fatigue.

Au terme de cette étude de la littérature, nous avons pu observer les différents effets que peuvent avoir les conditions de revenu et notamment la température. Les améliorations apportées par la plasticité de transformation, qui est au cœur des enjeux de cette étude, ont déjà été observées pour

différents matériaux [41, 42]. Toutefois, son efficacité reste à démontrer pour la résistance à la propagation des fissures de fatigue du CA6NM. En effet, il a été observé que l'austénite reformée se transformait en martensite fraîche lorsque le CA6NM subissait une déformation, mais il reste à montrer que cette transformation peut permettre d'améliorer le comportement en fatigue-propagation de ce matériau. De plus, il faut considérer cet effet dans l'ensemble plus large des phénomènes se produisant lors d'un revenu, tel que l'adoucissement de la martensite ou la formation de martensite fraîche. Il est également nécessaire de faire correspondre des températures de revenu concrètes avec l'apparition des différents phénomènes. Ceci permettra par ailleurs, en étudiant des températures bien précises, d'isoler l'effet des différents paramètres et ainsi de pouvoir déterminer les traitements thermiques les mieux adaptés à l'utilisation que l'on souhaite faire du CA6NM. On cherchera donc dans ce projet à déterminer les températures de revenu qui pourraient nous permettre d'améliorer la résistance à la propagation des fissures du CA6NM et de vérifier nos hypothèses grâce à des essais de fatigue-propagation, dans un certain nombre de conditions de revenu différentes. Pour arriver à cela, il nous faudra donc répondre aux objectifs spécifiques suivants.

Objectifs Spécifiques :

- Déterminer l'influence de l'austénite reformée sur le comportement en fatigue-propagation du CA6NM
- Déterminer l'influence de l'adoucissement de la martensite
- Déterminer l'influence de la présence de martensite fraîche due à un manque de stabilité thermique de l'austénite reformée

CHAPITRE 2 MÉTHODOLOGIE

Comme cela a été abordé dans la revue bibliographique, un certain nombre de paramètres, tels que le taux d'austénite reformée, sa stabilité ou encore l'adoucissement de la martensite, influencent les propriétés mécaniques du CA6NM. De manière à déterminer l'influence de la température de revenu sur la résistance à la propagation des fissures de fatigue, il est important d'identifier et d'isoler le rôle joué par ces différents phénomènes qui ont lieu lors de ces revenus. Étant donné que peu d'études ont porté sur ces phénomènes pour le CA6NM, des essais expérimentaux ont dû être effectués, permettant de mettre en évidence l'effet des traitements thermiques et ainsi optimiser les propriétés du matériau. Cette section s'attachera à l'adoption de la méthode utilisée et à l'organisation des différents essais mécaniques.

La première partie de cette section, qui étudiera la composition et les traitements subis par le matériau, tel que livré par le fournisseur, nous permettra de connaître avec plus de précision cet alliage.

Une deuxième partie décrira la démarche utilisée pour les différents traitements thermiques, à savoir l'austénitisation, ce qui permettra de fixer un certain nombre de paramètres, notamment la taille des grains et les revenus, de manière à isoler l'effet de la température.

La troisième partie concernera la caractérisation microstructurale du matériau, en particulier la taille des grains de la phase mère austénitique et le taux d'austénite reformée.

Enfin, la dernière partie concerne les essais mécaniques et analyses et détaillera les démarches suivies pour les essais de dureté, de traction et de fatigue-propagation.

2.1 Matériau

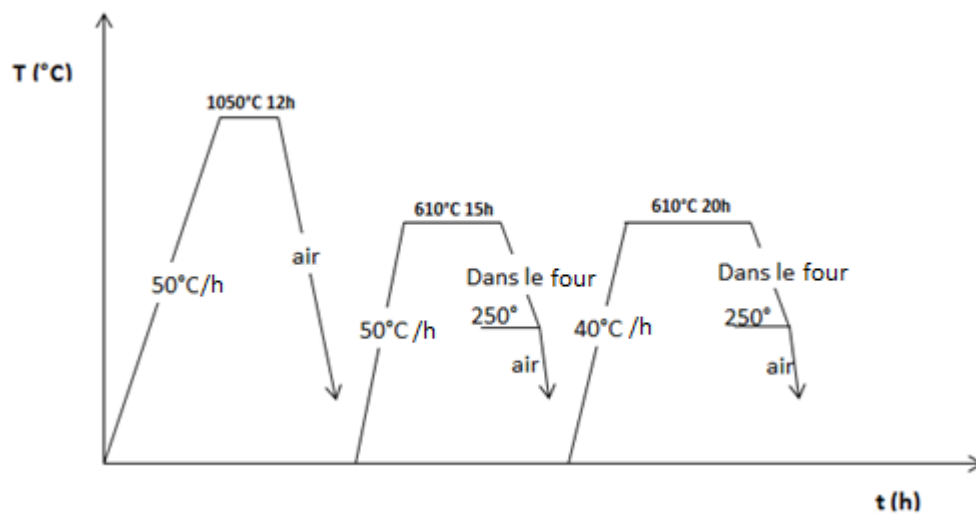
Le matériau étudié lors de ce projet est le CA6NM à 0,02% de carbone, utilisé dans les roues d'eau construites par Alstom et utilisées par Hydro-Québec. La composition de cet alliage, obtenue grâce à une analyse chimique effectuée par SGS, est donnée dans le Tableau 2.1. Les blocs de matériau utilisés dans ce projet, et dans lesquels ont été usinées les éprouvettes, proviennent d'une aube rebutée qui a été découpée.

Tableau 2.1: Composition de l'acier CA6NM utilisé

	C %	Mn %	Si %	P %	S %	Cr %	Ni %	Mo %	N %	O %
CA6NM (ASTM A743)	0,060 max	1,00 max	1,00 max	0,040 max	0,030 max	11,50- 14,00	3,50- 4,50	0,40- 1,00	-	-
CA6NM 0,02%	0,018	0,51	0,28	0,026	0,005	12,42	3,65	0,52	0,033	0,013

La première ligne du tableau indique les tolérances de la norme ASTM A743 [3]. On peut observer que le matériau utilisé répond bien aux spécifications de la norme.

Le fournisseur, avant de livrer le matériau, doit également procéder à des traitements thermiques conformes à cette norme, afin qu'il ait les propriétés minimales requises, comme nous l'avons vu dans le paragraphe 1.1.1. Dans le cas de ce matériau, les traitements préalablement subis par le matériau sont une austénitisation à 1050°C pendant 12 heures, suivie de deux revenus successifs à 610°C pendant 15h et 20h. Les vitesses de chauffe pendant l'austénitisation et le premier revenu sont de 50°C par heure, et de 40°C par heure pour le deuxième revenu. Le refroidissement est effectué à l'air après l'austénitisation et dans le four éteint pour les revenus. Ces données sont schématisées à la Figure 2.1. Cependant, afin d'homogénéiser les propriétés de l'alliage étudié (notamment la taille de grains) avec celles des alliages utilisés dans des projets menés en parallèle dans le même consortium de recherche, nous avons procédé à de nouveaux traitements thermiques, décrits dans la section 2.2.

**Figure 2.1: Cycles thermiques du matériau tel que reçu**

2.2 Traitements thermiques

2.2.1 Austénitisation

Comme précisé dans le paragraphe 1.1.2 de la revue bibliographique, la taille de grains a une influence sur les propriétés mécaniques des matériaux. Il est donc important de pouvoir la contrôler et l'homogénéiser. Un des moyens de contrôler la taille des grains est de fixer les conditions d'austénitisation, soit la température et la durée. Plus ces deux paramètres augmentent, plus les grains d'austénite pourront croître lors de l'austénitisation, ce qui aboutira à des grains de la phase mère austénitique plus gros [9]. De manière à obtenir des tailles de grains similaires pour tous les échantillons et les homogénéiser avec les autres matériaux étudiés au sein du CReFaRRE, nous avons choisi de fixer la durée d'austénitisation à une heure et la température d'austénitisation à 1040°C. Le refroidissement a été effectué à l'air, à température ambiante. Suite à cette étape, la taille de grains a été mesurée et comparée pour vérifier qu'elle était similaire pour tous les échantillons utilisés dans le projet, comme cela sera détaillé dans la section 3.1.

2.2.2 Revenus

Suite à l'austénitisation, nous avons procédé à des traitements de revenu à différentes températures afin de pouvoir étudier leur influence sur le comportement en fatigue-propagation du matériau, ce qui est le but du projet. Les essais de fatigue-propagation étant très longs à réaliser, et la plage de températures de revenus autorisée par la norme ASTM A743 étant assez grande (de 565°C à 620°C), il nous a fallu choisir un nombre limité de conditions de revenu à étudier. Pour cela, nous avons dans un premier temps réalisé des revenus à différentes températures sur un certain nombre d'échantillons afin d'étudier leur dureté et leur taux d'austénite reformée pour ensuite pouvoir déterminer quels seraient les traitements réalisés sur les éprouvettes finalement testées en fatigue-propagation. Le taux d'austénite reformée est en effet important car il est à la base de l'effet TRIP et pourrait avoir une influence conséquente sur le comportement en fatigue du CA6NM.

Les différentes températures de revenu étudiées sont listées dans le Tableau 2.2. Dans le but de pouvoir étudier plus en détail le rôle de l'austénite reformée, nous avons également préparé des échantillons avec une durée de revenu de 8h pour les températures de 610°C et 620°C afin

d'obtenir une plus grande fraction d'austénite reformée. Les traitements thermiques sont schématisés à la Figure 2.2.

Tableau 2.2: Liste des températures et des durées de revenu étudiées

Température (°C)	550	565	580	595	600	605	610	620	635	660
Durée (h)	2	2	2	2	2	2	2 et 8	2 et 8	2	2

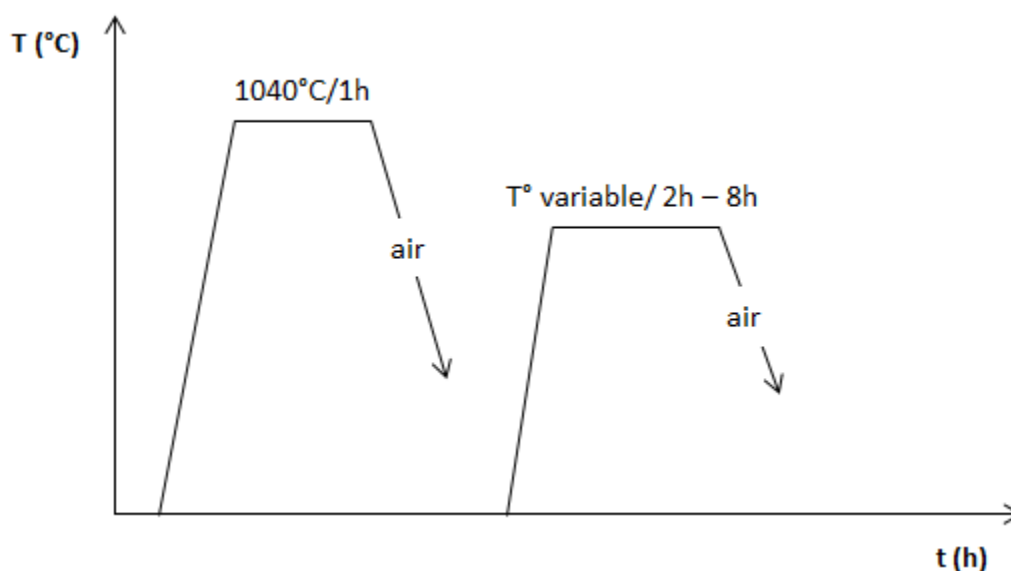


Figure 2.2: Cycle thermique du matériau étudié

2.3 Méthode de caractérisation microstructurale

2.3.1 Taille des grains de la phase mère austénitique

Après avoir effectué les traitements thermiques, il est nécessaire de mesurer la taille des grains des échantillons afin de s'assurer qu'ils aient approximativement une microstructure de même échelle. Ainsi, les variations de résistance à la propagation des fissures potentiellement observées ne proviendront pas de ce facteur. La méthode utilisée pour mesurer la taille des grains consiste à mesurer entre 100 et 200 grains de manière semi-automatique, en utilisant un logiciel d'analyse d'images pour calculer la surface coupée des grains, puis de calculer leur valeur moyenne [4]. Après avoir effectué un polissage au micron et attaqué chimiquement des échantillons au

Modified Fry (1g de CuCl_2 , 50 mL de HCl , 50 mL de HNO_3 , 100 mL d'eau), on peut observer les joints de grain au microscope optique et, en traçant leurs contours, le logiciel calcule automatiquement le diamètre équivalent. Les grains parents peuvent être assimilés à des sphères car le CA6NM étant un matériau coulé, sa structure est équiaxe. Lors de la découpe des échantillons, l'intersection entre la surface plane découpée et les différents grains forme ainsi des calottes sphériques, dont le diamètre circulaire varie en fonction de la position du grain par rapport au plan. Grâce à un facteur découplant de calculs de probabilités, le logiciel permet ainsi de calculer le diamètre sphérique équivalent, qui sera pris comme référence pour déterminer la taille des grains. Les précautions à prendre lors de cette analyse sont précisées dans la norme ASTM E112 [43].

2.3.2 Taux d'austénite reformée

Après avoir mesuré la taille moyenne des grains, nous avons également procédé à des mesures du taux d'austénite reformée par diffraction des rayons X sur tous les échantillons. Ces mesures ont été réalisées à l'IREQ (Institut de Recherche d'Hydro-Québec) sur des échantillons de 1 à 2 mm d'épaisseur, traités thermiquement dans les conditions étudiées de ce projet, puis polis et attaqués chimiquement. Les données ont été obtenues à température ambiante par un diffractomètre Bruker AXS D8-Advance, en utilisant une longueur d'onde de 0,15418 nm, à 40kV et 30 mA. L'angle de diffraction 2θ a été varié de 40° à 140° par incréments de $0,05^\circ$, durant 3 secondes chacun. Le champ d'analyse est une ligne de 7 mm de long qui est mise en rotation et la profondeur d'analyse est de 2 à 5 μm . Le logiciel DiffracPlus a été utilisé pour différencier les pics de martensite des pics d'austénite et la quantification de la fraction d'austénite a été réalisée grâce au logiciel Topas R, utilisant la méthode Rietveld.

Suite à l'obtention des taux d'austénite reformée en fonction de la température de revenu, nous avons pu décider des températures les plus intéressantes à étudier. À l'origine, il avait été décidé d'étudier deux températures de revenu différentes. Cependant, le temps nous l'ayant permis, nous avons pu réaliser un essai supplémentaire pour une troisième température de revenu. Les essais ont été doublés afin de s'assurer de leur validité, sauf pour l'essai supplémentaire. D'autre part, une quatrième température a pu être testée sur le même matériau et dans les mêmes conditions par un autre étudiant participant à un projet parallèle du CReFaRRE. Les résultats obtenus pour cette autre température ont été comparés avec les résultats que nous avons obtenus pour pouvoir

apporter quelques conclusions supplémentaires. Quatre températures différentes ont donc été testées.

Après avoir réalisé les essais de fatigue-propagation, nous avons à nouveau réalisé des mesures du taux d'austénite reformée sur le faciès de rupture afin de s'assurer que celle-ci s'était bien transformée. Les faciès de rupture ont été découpés en échantillons de dimensions 20 mm x 12,5 mm x 3 mm et les mesures ont été effectuées sur des zones correspondant à différents ΔK .

Les résultats obtenus et le choix des températures étudiées seront présentés dans la section 3.1.

2.4 Essais mécaniques et analyses

Après avoir déterminé et effectué les traitements thermiques à faire subir au matériau, un certain nombre d'essais ont pu être réalisés afin de déterminer les principales caractéristiques du matériau en fonction de la température de revenu. Pour chaque essai, les échantillons et éprouvettes ont été prélevés aléatoirement à l'intérieur de gros blocs provenant d'une aube récupérée et découpée. Le CA6NM étant un matériau coulé, il ne dispose pas d'orientation présentant des propriétés particulières. On s'est ainsi assuré de ne subir aucun effet de bord ou d'orientation de la microstructure.

2.4.1 Essais de dureté

Les essais de dureté permettront d'une part de mettre en évidence l'effet du revenu de la martensite mais également de voir l'influence de la teneur en austénite reformée sur cette propriété du matériau.

Les essais de dureté ont été effectués sur une machine de dureté Mitutoyo ATK-600 et selon la norme ASTM E18 [44]. La dureté a été mesurée en Rockwell C et la charge exercée a été de 150 N. Les échantillons utilisés ont été des cubes dont les dimensions sont 10x10x10 mm³.

Les échantillons ont été grossièrement polis après le traitement thermique afin d'éliminer la couche oxydée.

2.4.2 Essais de traction

Les essais de traction ont été réalisés en accord avec la norme ASTM E8 [45], sur une machine servo-électrique Instron de modèle 1362. Lors de la réalisation de ces essais, une vitesse de

déformation de $2,5.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ a été utilisée, ce qui correspond à une vitesse du piston de 0,45 mm/min pour la géométrie d'éprouvette présentée à la Figure 2.3. La déformation a été mesurée grâce à un extensomètre monté sur l'éprouvette. La longueur calibrée de l'extensomètre était de 24,86 mm. L'acquisition a été effectuée à une fréquence de 20 Hz grâce au logiciel WaveMaker.

Les conditions de revenu étudiées sont présentées dans le Tableau 2.3.

Les essais de traction ont été réalisés sur des éprouvettes filetées, dont la longueur de la zone utile est de 30 mm, et son diamètre 5 mm. Un schéma de l'éprouvette est présenté en Figure 2.3 et un dessin technique comprenant toutes les dimensions est donné en annexe 1.

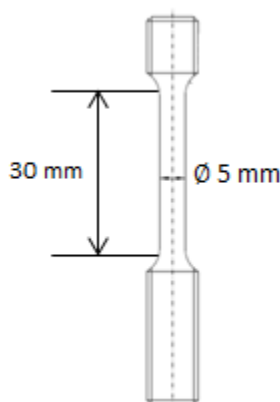


Figure 2.3: Schéma d'une éprouvette de traction utilisée

Le diamètre exact de chaque éprouvette a été mesuré à l'aide d'un pied à coulisse afin de pouvoir convertir la charge exercée par la machine en contrainte avec précision.

Tableau 2.3: Conditions de revenu testées en traction

Température (°C)	550°C	600°C	610°C	620°C
Durée du revenu (h)	2h (A. Akhiate [46])	2h	8h	8h

Les essais à 550°C ont été effectués par un autre étudiant, A. Akhiate [46]. Ces essais ont été réalisés sur la même machine et dans les mêmes conditions que les autres essais. Les résultats de cet essai seront présentés dans la partie résultats de manière à enrichir l'analyse de l'effet de la température de revenus. Les essais ont été triplés afin de s'assurer de leur validité.

2.4.3 Essais de fatigue-propagation

Les éprouvettes utilisées pour les essais de fatigue-propagation sont des éprouvettes CT, conformes à la norme ASTM E647 [20], et d'une épaisseur B de 12,7 mm et d'une longueur nominale W de 50,8 mm. Un schéma de ces éprouvettes est présenté à la Figure 2.4 et un dessin technique détaillé de ces éprouvettes est également donné dans l'annexe 2. Les éprouvettes ont été polies au micron afin de pouvoir observer nettement la progression de la fissure. Elles ont ensuite été attaquées chimiquement au *Modified Fry*. Ainsi, nous avons pu observer le lien entre la trajectoire de la fissure et la microstructure au microscope optique sans détériorer le faciès de rupture avec l'acide après les essais.

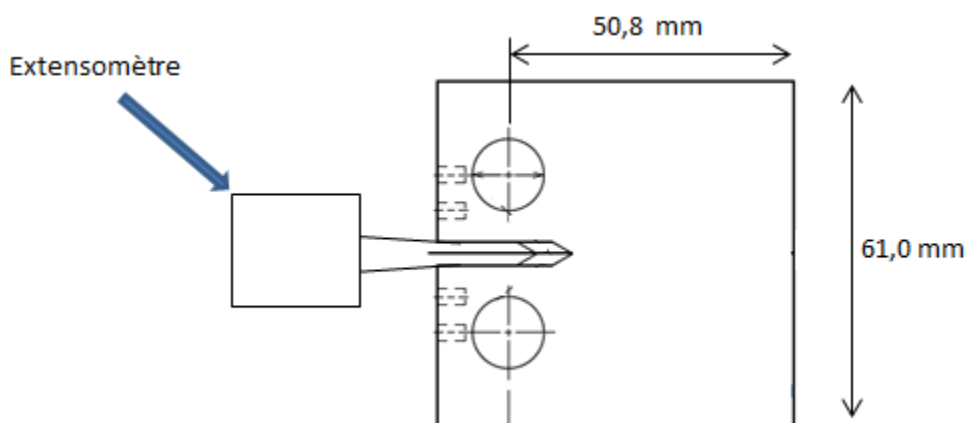


Figure 2.4: Schéma d'une éprouvette CT et positionnement de l'extensomètre

Les essais de fatigue-propagation ont été réalisés sur une machine de traction de marque MTS ayant une capacité de 250 kN. L'ouverture des lèvres de la fissure a été mesurée par un extensomètre MTS, monté sur les éprouvettes CT grâce à une paire de couteaux vissée sur l'éprouvette. Le montage réalisé est illustré à la Figure 2.5. Ceci a permis de calculer l'évolution de la longueur de fissure à l'aide de la méthode de la complaisance. La longueur de fissure a également été contrôlée visuellement plusieurs fois par jour grâce à des caméras. Les essais se sont divisés en plusieurs étapes, conformément à la norme ASTM E647 [20]: une préfissuration, une descente à ΔK décroissant jusqu'au seuil, suivie d'une montée à ΔK croissant jusqu'à un ΔK d'environ $28 \text{ MPa.m}^{1/2}$. Les essais ont été effectués à une fréquence de 20 Hz pendant toutes les étapes. Chacune des étapes est détaillée aux sous-sections 2.4.3.1 et 2.4.3.2.

Les essais de fatigue-propagation étant très longs à réaliser et la disponibilité des machines étant limitée, il a été décidé de se répartir les températures de revenu à étudier avec un autre projet du CReFaRRE [46]. Ainsi, ce projet s'est attaché en profondeur aux températures de 600°C et 620°C et les essais à ces températures ont été doublés. Un essai à 610°C a également pu être réalisé dans le temps imparti. De manière à enrichir notre étude et les comparaisons, nous présenterons aussi les résultats obtenus par A.Akhiate [46] pour la température de 550°C. Cela nous permettra d'obtenir certaines conclusions quant à l'effet de la température de revenu sur le comportement en fatigue du CA6NM.

La température et l'hygrométrie ont été relevées dans le laboratoire dans lequel les essais de fatigue ont été réalisés. La température a été maintenue à 22°C et l'humidité a varié entre 37% et 53%.

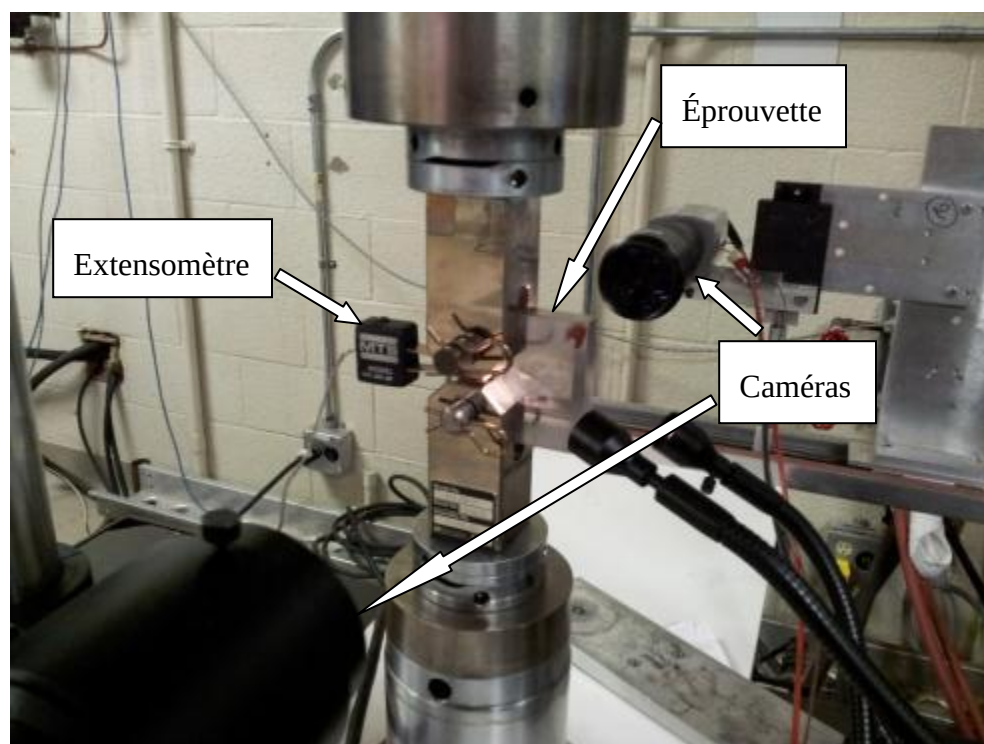


Figure 2.5: Montage de fatigue-propagation réalisé au laboratoire de Lm² de l'École Polytechnique de Montréal

2.4.3.1 Préfissuration

La préfissuration est nécessaire pour amorcer la fissure au fond de l'entaille de l'éprouvette. Cette étape a été réalisée manuellement, en escalier. Le Tableau 2.4 résume les étapes suivies pour cette préfissuration.

Tableau 2.4 : Plan de préfissuration

	$a_{\text{début}}$ (mm)	a_{fin} (mm)	ΔK_{fin} (MPa.m ^{1/2})	$\Delta K_{\text{début}}$ (MPa.m ^{1/2})	P_{max} (N)	P_{min} (N)
Étape 1 (sortie du chevron)	0	10	15	-	10900	1090
Étape 2	10	11	13	12,26	8912	891
Étape 3	11	12	12	12,35	7778	778

Nous avons donc effectué la première étape de préfissuration en escalier à forces constantes, de manière à ce que le ΔK en fond d'entaille soit de 15 MPa.m^{1/2}. Nous avons ensuite réalisé une seconde étape, toujours à forces constantes, en prolongeant la fissure d'un millimètre après la sortie de l'entaille de manière à atteindre un ΔK de 13 MPa.m^{1/2} à la fin de l'étape. Enfin, la dernière étape a été de prolonger la fissure d'un millimètre supplémentaire, en suivant le même procédé, de manière à atteindre un ΔK de 12 MPa.m^{1/2}. Ces trois étapes ont été nécessaires afin de limiter la taille de la zone plastique et ne pas empêcher la propagation de fissure à des ΔK plus faibles, conformément aux critères de la norme ASTM E647 [20].

Une fois cette préfissuration effectuée, nous avons pu lancer l'essai à ΔK décroissant.

2.4.3.2 Essais à ΔK variable

2.4.3.2.1 ΔK décroissant

Une fois la préfissuration effectuée, l'étape à ΔK décroissant a été lancée, contrôlée par un programme Labview "maison". Ce logiciel permet de propager la fissure par étapes progressives. La longueur de fissure est calculée par la méthode de la complaisance, à partir des valeurs d'ouverture de la bouche de fissure mesurées par l'extensomètre. Ces valeurs sont enregistrées et permettent ainsi de connaître la longueur de fissure tout au long de l'essai. Cependant, avec cette méthode, il peut y avoir un certain nombre de perturbations agissant sur l'extensomètre, telles

que les vibrations dues à l'essai ou une variation de température. Ainsi, les longueurs de fissure calculées par le logiciel peuvent être légèrement erronées. De plus, il est nécessaire de corriger la valeur du module d'Young, grâce à un module E' , qui remplacera la valeur du module d'Young dans la formule de calcul de longueur de fissure par la méthode de la complaisance (équation 6), présentée dans la norme ASTM E647. Afin de nous assurer de leur validité, nous avons également tracé les graphes $a-N$ à partir des valeurs de longueur de fissure relevées visuellement grâce aux caméras. Cette méthode donne moins de points puisque les relevés de longueur de fissure sont effectués moins fréquemment, mais les valeurs obtenues sont plus fiables. La valeur du module E' est déterminée de manière à faire correspondre la longueur de fissure calculée par la méthode de la complaisance et la valeur de la longueur de fissure mesurée visuellement.

$$\frac{a}{W} = C_0 + C_1 u_x + C_2 u_x^2 + C_3 u_x^3 + C_4 u_x^4 + C_5 u_x^5 \quad (6)$$

$$\text{Avec } u_x = \left\{ \left[\frac{EvB}{P} \right]^{\frac{1}{2}} + 1 \right\}^{-1}$$

À chaque étape de progression de 0,2 mm de la fissure, les forces maximale et minimale sont recalculées de manière à réduire le ΔK progressivement.

Les ΔK ont été calculés grâce à l'équation (7), tirée de la norme ASTM E647 [20].

$$\Delta K = \frac{\Delta P}{B\sqrt{W}} \frac{(2 + \alpha)}{(1 - \alpha)^{\frac{3}{2}}} (0.886 + 4.64\alpha - 13.32\alpha^2 + 14.72\alpha^3 - 5.6\alpha^4) \quad (7)$$

$$\text{Avec } \alpha = a/w$$

Le taux de décroissance de la force avec l'allongement de la fissure doit être progressif afin de ne pas fausser les valeurs de vitesse de propagation obtenues à cause de la zone plastique. Afin de s'assurer de cela, la norme ASTM E647 définit le K-gradient, C_g (8).

$$C_g = \left(\frac{1}{K} \right) \cdot \left(\frac{dK}{da} \right) \quad (8)$$

Afin de respecter la norme, la valeur de C_g doit être supérieure à $-0,08 \text{ mm}^{-1}$.

Dans un premier temps, puisque ce sont les valeurs prises lors de l'étape à ΔK croissant que nous utiliserons pour les analyses, nous avons choisi d'effectuer la descente avec une valeur de C_g de $-0,25 \text{ mm}^{-1}$, de manière à gagner du temps, bien que cette valeur soit hors norme, jusqu'à atteindre un ΔK de $6 \text{ MPa.m}^{1/2}$. Nous avons ensuite continué la descente jusqu'au seuil avec un C_g de $-0,08 \text{ mm}^{-1}$, conformément à la norme, en ayant pris soin de propager la fissure afin de ne pas ralentir sa propagation à cause de la zone plastique. Nous avons également calculé les taux de propagation da/dN afin de tracer les courbes $da/dN - \Delta K$ et ainsi déterminer les propriétés en fatigue-propagation du matériau, c'est-à-dire le ΔK_{seuil} et les constantes du régime de Paris, C et m . Les taux de propagation ont été confirmés par lecture visuelle de l'avancement de la fissure grâce aux caméras. Pour ces essais, après avoir comparé les courbes de la littérature concernant le CA6NM [1, 24], il a été décidé d'établir le seuil à une vitesse de $4.10^{-8} \text{ mm/cycle}$. Ainsi, le seuil a été considéré comme atteint lorsque la vitesse de propagation de la fissure était inférieure à cette valeur.

2.4.3.2.2 ΔK croissant

Une fois le seuil atteint, nous avons utilisé la procédure à ΔK croissant. L'effet de la zone plastique n'ayant pas d'impact sur la vitesse de propagation de la fissure lors de cette procédure, ce sont ces valeurs que nous utiliserons dans les analyses. Nous avons réalisé cette montée avec un C_g de $0,08 \text{ mm}^{-1}$ et nous sommes montés au ΔK le plus haut possible avec le ligament disponible, tout en respectant les critères de la norme concernant le rayon de la zone plastique et le rapport a/W . Cependant, pour une valeur de ΔK supérieure à $28 \text{ MPa.m}^{1/2}$, la vitesse de propagation est telle qu'il n'est pas possible de vérifier visuellement l'avancement de la fissure. Il a donc été décidé de ne pas dépasser cette valeur.

2.4.3.3 Mesures de la fermeture

Les forces de fermeture ont été déterminées à partir des courbes charge – ouverture de la bouche de fissure (appelée CMOD). Ces courbes ont été tracées à partir des enregistrements effectués par le logiciel Labview. Un exemple de ces courbes est donné à la Figure 2.6. L'exemple donné ici concerne le matériau revenu à 600°C et cette courbe correspond à un ΔK de $7,64 \text{ MPa.m}^{1/2}$. Sur ce graphe, seul un cycle de décharge de l'enregistrement a été tracé.

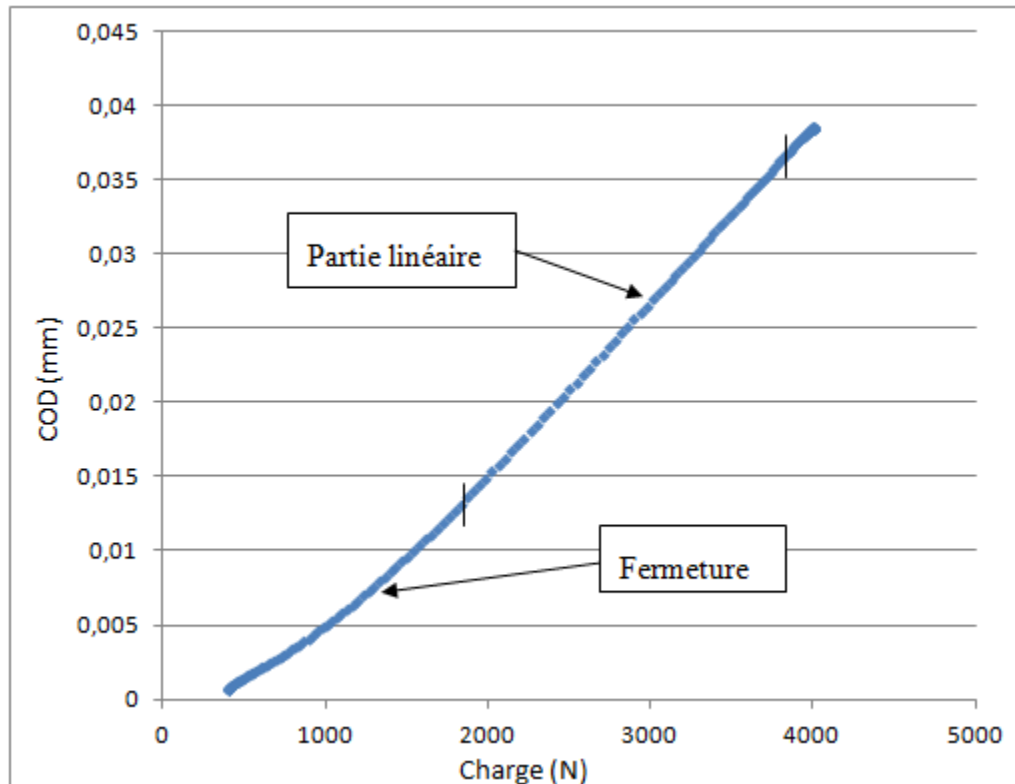


Figure 2.6: Courbe COD - charge pour le matériau revenu à 600°C et à un ΔK de 7,64 $\text{MPa.m}^{1/2}$

On peut observer sur cet exemple que la courbe est constituée d'une partie linéaire pour les charges élevées, ce qui correspond à la partie sans fermeture du cycle. On remarque qu'une cassure apparaît qui délimite la force à partir de laquelle la fissure se ferme. Cette force est la force de fermeture. Cependant on voit qu'il est difficile de déterminer avec précision cette force à partir de ce graphe.

Nous avons ainsi utilisé la méthode de réduction de la complaisance en suivant la norme ASTM E647 [20], qui nous donne un critère plus rigoureux pour déterminer cette force. Cette méthode consiste à « découper » cette courbe en petites portions de droites, correspondant à 10% du total des valeurs obtenues sur ce cycle, grâce à des régressions linéaires (Figure 2.7). On calcule la pente et la charge moyenne correspondant à chaque portion de courbe. On compare ensuite la pente de ces portions de droite à la pente qui correspond à l'ouverture totale de la fissure. Cette ouverture totale est déterminée en faisant une régression linéaire sur une partie de la courbe comprenant au moins 25% de la plage totale des données et inscrite dans la partie linéaire de la courbe. De plus, il faut prendre soin d'éliminer les valeurs correspondant aux plus fortes charges

du cycle car on observe que cette partie n'est pas réellement linéaire. On ne sélectionnera donc que des données allant jusqu'à 90% de la charge maximale.

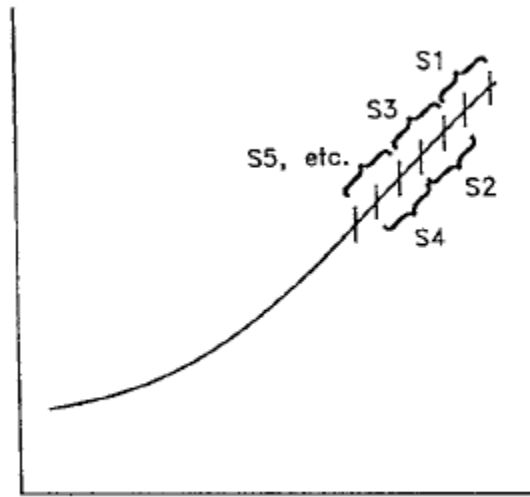


Figure 2.7: Découpe de la courbe COD - charge en segments de droite [20]

Pour comparer la pente des segments (m_c) avec la pente correspondant à la partie complètement ouverte (m_d), on peut calculer le coefficient de complaisance ($CC\%$) de chaque segment à partir de l'équation (9) [20].

$$CC (\%) = \left(\frac{m_d - m_c}{m_d} \right) (100) \quad (9)$$

On trace ensuite sur un graphe la charge moyenne de chaque segment en fonction du coefficient de complaisance (Figure 2.8). On peut enfin déterminer la charge de fermeture qui correspond au critère d'écart choisi (ici, nous avons choisi un écart de 2%, comme conseillé dans la norme).

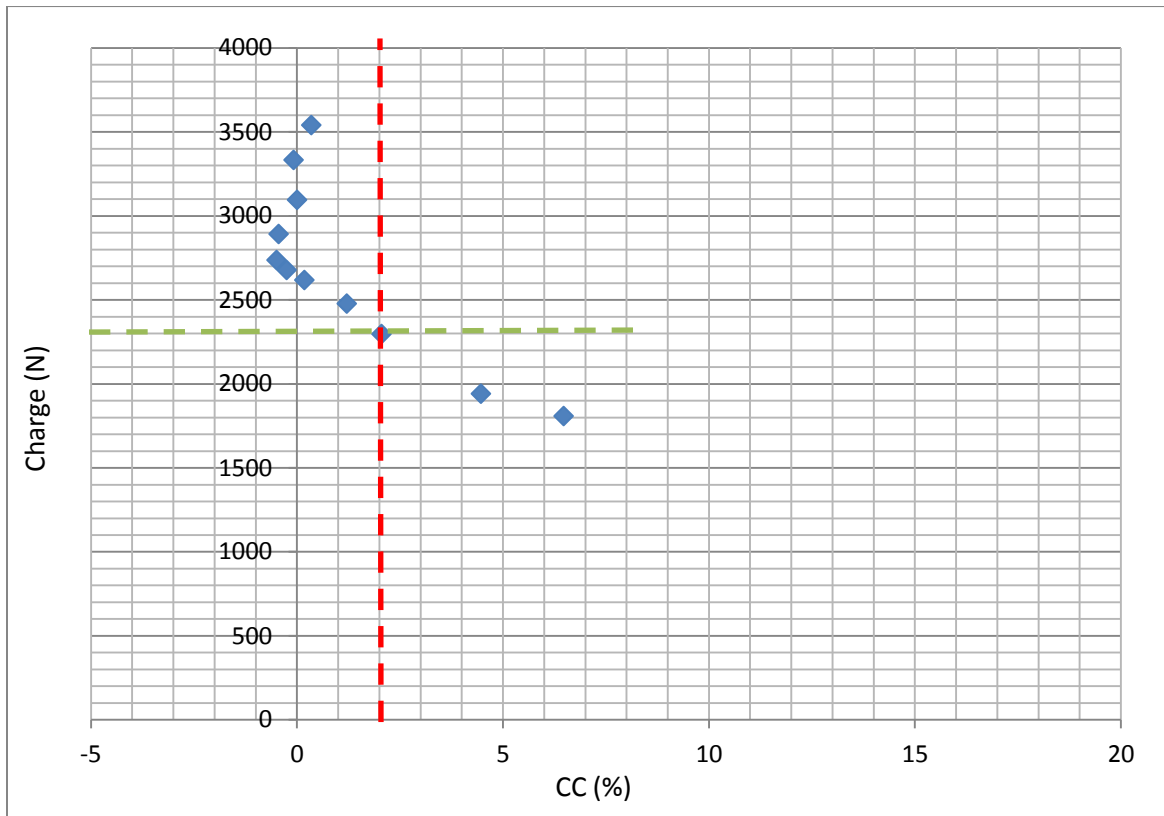


Figure 2.8: Détermination de la charge de fermeture correspondant à un écart de 2% du coefficient de complaisance

Nous avons ainsi déterminé la force de fermeture correspondant à ce ΔK . En répétant cette méthode pour un certain nombre de ΔK , on obtient les forces de fermeture, permettant ensuite de calculer les niveaux de fermeture. Cette méthode, bien qu'assez longue et fastidieuse, permet de mesurer la force de fermeture avec plus de précision qu'à « l'œil nu ». Cependant, parfois, il peut rester assez difficile de déterminer la force de fermeture car plusieurs points sont situés autour de la limite des 2%.

Après avoir calculé les forces de fermeture P_f , on peut, en remplaçant $P_{\min}$ par P_f , calculer le ΔP efficace, noté ΔP_{eff} , puis ΔK_{eff} en remplaçant de même ΔP par ΔP_{eff} dans l'équation (7). On peut également calculer le facteur d'intensité de contrainte à la fermeture K_f . Ce dernier nous permet de calculer le niveau de fermeture $K_f/K_{\max}$.

2.4.3.4 Analyses fractographiques

Une fois la fissure propagée au maximum, nous avons observé son parcours ainsi que le faciès de rupture, afin de déterminer les mécanismes de propagation et l'influence de la microstructure.

Avant de rompre complètement l'éprouvette, nous avons réalisé une cartographie de la fissure afin d'observer son parcours de chaque côté de la fissure. Nous avons réalisé cette cartographie avec un grossissement de X50, puis avec un grossissement de X200. À partir de cette cartographie et des mesures visuelles faites grâce aux caméras tout au long des essais de fatigue-propagation, nous avons pu relier la progression de la fissure aux ΔK et aux vitesses de propagation correspondants.

Nous avons ensuite procédé à la rupture définitive des éprouvettes en réalisant une surcharge afin de pouvoir observer les faciès de rupture au microscope électronique à balayage. Les éprouvettes ont d'abord été nettoyées dans un bain d'ultrasons dans du méthanol. Elles ont ensuite été collées sur le porte-échantillon pour observation au MEB. Deux modèles de microscopes différents ont été utilisés : un Hitachi 3400N à grande chambre et un JEOL JSM-840A.

Suite à ces analyses fractographiques, un des deux faciès de rupture des éprouvettes CT a subi une nouvelle mesure du taux d'austénite reformée. Ceci a permis d'observer si cette dernière s'était transformée en martensite par effet TRIP lors des essais de fatigue-propagation. Les faciès de rupture ont été découpés en échantillons de dimensions 20 mm x 12,5 mm x 3 mm afin de pouvoir les analyser par diffraction des rayons X. La Figure 2.9 illustre l'endroit où ont été prélevés les échantillons sur les faciès de rupture

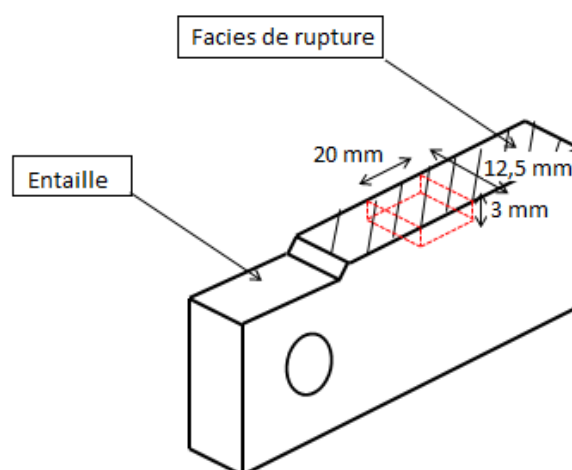


Figure 2.9 : Schéma des échantillons prélevés pour analyse DRX sur les faciès de rupture

CHAPITRE 3 RÉSULTATS

Cette partie abordera la présentation des résultats obtenus suite à la réalisation des essais décrits au chapitre précédent. En premier lieu, nous présenterons les résultats préliminaires qui ont orienté le choix des températures de revenu étudiées. La microstructure du matériau après les différents traitements thermiques sera ensuite présentée, puis nous étudierons la dureté du matériau revenu aux différentes températures afin de voir les propriétés conférées au CA6NM par chaque température de revenu. Dans cette même optique, les résultats des essais de traction permettront de vérifier que la limite d'élasticité et la contrainte maximale avant rupture respectent la norme pour chaque traitement thermique et cela révélera aussi l'influence de l'effet TRIP sur ces paramètres.

Enfin, les résultats des essais en fatigue donneront de nombreuses informations pour déterminer l'influence de la température de revenu sur la propagation des fissures de fatigue dans le CA6NM. Nous observerons dans un premier temps les courbes a-N. Les courbes $da/dN-\Delta K$ seront ensuite présentées. Une comparaison du comportement en fatigue du CA6NM en fonction des différents traitements thermiques réalisés sera possible en traçant sur un même graphe les courbes $da/dN-\Delta K$ des éprouvettes traitées avec les différentes températures de revenu étudiées. Nous déterminerons ensuite les différents niveaux de fermeture, ce qui nous permettra de voir l'influence de l'austénite reformée et de sa transformation sur la propagation de fissure. Enfin, nous pourrons observer les parcours de fissure et les faciès de rupture des éprouvettes afin de comprendre les différents mécanismes de rupture mis en jeu.

3.1 Résultats préliminaires

Les essais préliminaires de mesure du taux d'austénite reformée ont permis de déterminer les températures de revenu les plus intéressantes à étudier afin d'isoler au mieux l'influence de l'austénite reformée, de l'adoucissement de la martensite et d'éventuellement détecter l'influence de la martensite fraîche due à la transformation de l'austénite reformée.

3.1.1 Mesures d'austénite reformée

Les résultats des mesures d'austénite reformée ont permis de tracer la courbe présentant le taux d'austénite reformée en fonction de la température de revenu, présentée à la Figure 3.1. Les

barres d'erreur indiquent les résultats les plus hauts et les plus bas obtenus, sachant que les mesures ont été effectuées à différents endroits et sur différents échantillons issus d'un même bloc et traités en même temps. Ces erreurs peuvent être très grandes, ce qui témoigne de l'hétérogénéité de la formation de l'austénite reformée.

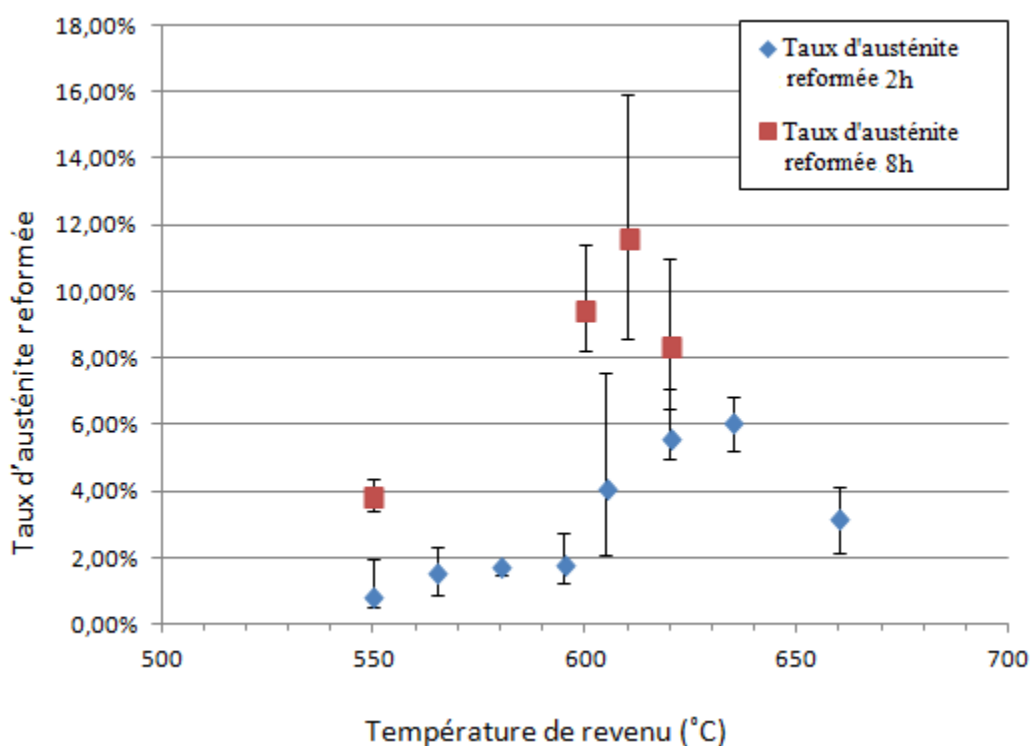


Figure 3.1: Taux d'austénite reformée en fonction de la température de revenu

On observe que la courbe obtenue pour une durée donnée est en forme de "cloche", conformément à ce qui a été vu dans la revue bibliographique, dans le paragraphe 1.1.2. Cependant, on peut voir une variation de la position du maximum en fonction de la durée adoptée. Pour les échantillons ayant subi des revenus de 8h, la quantité d'austénite reformée est plus élevée et le maximum, correspondant à une valeur de 11,6% d'austénite reformée en moyenne, est atteint à une température de 610°C. Pour les échantillons ayant subi un revenu de 2h, la quantité d'austénite reformée présente est remarquablement plus faible et le maximum, de 6% d'austénite reformée, est obtenu à 635°C. Ce comportement sera donc à prendre en compte dans le choix des températures de revenu étudiées.

Les températures de revenu ont été choisies de manière à pouvoir étudier l'influence d'un maximum de paramètres, comme le montre le Tableau 3.1.

Tableau 3.1: Traitements thermiques choisis pour les essais mécaniques et mise en évidence des différents paramètres

550°C (2h)	600°C (2h)	610°C (8h)	620°C (8h)
Courbe de comparaison	a) température étudiée	b) température étudiée	c) température étudiée

Les échantillons ayant subi un traitement à 550°C et à 600°C pendant 2h contiennent un faible taux d'austénite reformée (entre 0% et 4,5%). Ainsi, ces deux températures nous permettront d'étudier l'influence de la température de revenu sur la martensite, sans prendre en compte l'effet de l'austénite reformée.

Un traitement thermique à 610°C pendant 8h, quant à lui, augmente grandement la quantité d'austénite reformée. Ainsi, en le comparant à l'échantillon ayant subi un traitement à 600°C pendant 2 heures, on peut isoler l'effet de l'austénite reformée sur le comportement en fatigue du matériau.

Enfin, un traitement à 620°C pendant 8h peut entraîner la formation de martensite fraîche, puisque ce point se situe après le maximum d'austénite sur la Figure 3.1. Ainsi, cet essai pourrait permettre d'illustrer l'influence de la martensite fraîche dans le matériau.

Ce choix de températures permet donc d'étudier un maximum de conditions différentes.

Les taux d'austénite reformée ont été remesurés, par la méthode de diffraction des rayons X décrite dans la section 2.3.2, dans les blocs à partir desquels ont été usinées les éprouvettes après leur avoir fait subir les traitements thermiques. Les résultats sont présentés dans le Tableau 3.2 et confirment les tendances prévues par notre étude préliminaire. Les quantités sont cependant en moyenne légèrement plus élevées dans les blocs où ont été usinées les éprouvettes que lors des essais préliminaires. Les matériaux revenus à 550°C et 600°C contiennent des quantités négligeables d'austénite reformée et les matériaux revenus à 610°C et 620°C en contiennent une

quantité considérable. De plus, le matériau revenu à 620°C a une teneur en austénite de réversion (15% en moyenne) très proche du maximum de 16% (en moyenne) obtenu à 610°C.

Tableau 3.2: Taux d'austénite reformée dans les blocs dans lesquels ont été usinées les différentes éprouvettes

Température et durée de revenu	Taux d'austénite reformée	Taux d'austénite reformée (étude préliminaire)
550°C – 2h	1% - 3,5%	1% - 2%
600°C – 2h	2,5% - 4,5%	1,5% - 2,5%
610°C – 8h	12% - 17%	9% - 16%
620°C – 8h	12,5% - 16,5%	7,5% - 11,5%

3.2 Caractérisation microstructurale

Le matériau, revenu à quatre températures différentes, a été observé au microscope optique afin de pouvoir analyser sa microstructure.

On peut distinguer, sur la Figure 3.2, les grains parents austénitiques, à l'intérieur desquels se sont formés les paquets de martensite, eux-mêmes constitués de lattes. La Figure 3.4 montre les microstructures observées au grossissement X200 pour les quatre températures de revenu. On observe que la taille de grains est similaire pour les quatre températures de revenu et ceci est confirmé par le Tableau 3.4, qui présente les tailles de grains mesurées pour ces quatre températures de revenu. La mesure de la taille des grains peut parfois être difficile car les joints de grains, malgré l'attaque chimique, peuvent être difficiles à distinguer. C'est pourquoi on mesure un grand nombre de grains (entre 100 et 200 grains pour cette étude) afin de minimiser les erreurs de mesure.

On peut également voir, pour toutes les températures de revenu, quelques inclusions dans le matériau. La densité surfacique de ces inclusions a été mesurée par microscopie optique, pour le revenu à 610°C pendant 8h, sur un échantillon poli [47]. La densité surfacique des inclusions est de 0,30%.

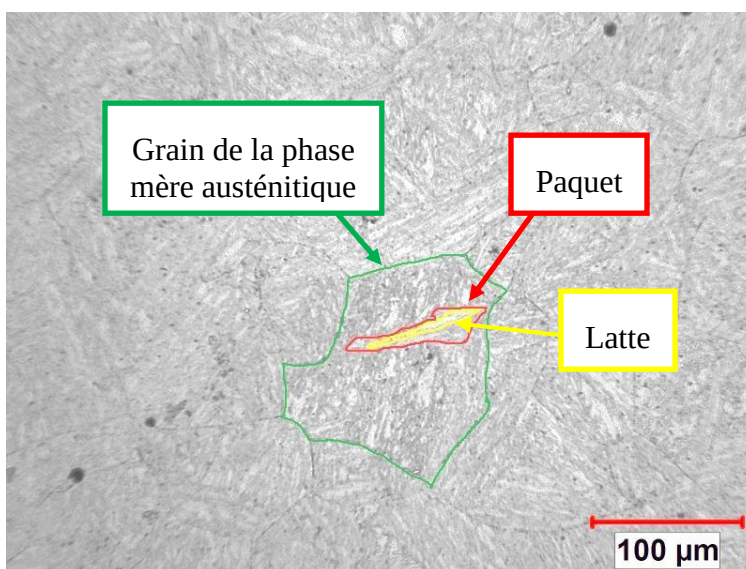


Figure 3.2: Microstructure typique du CA6NM revenu, observée au microscope optique (X200)

La nature de ces inclusions a également été investiguée, notamment grâce à une analyse par diffraction des rayons X [47]. Cette analyse a été réalisée sur un faciès de rupture d'essai Charpy, sur le matériau revenu à 610°C pendant 8h. Les résultats sont présentés sans le Tableau 3.3. Ces résultats sont typiques pour le CA6NM, qui est un matériau coulé. Les précipités observés dans cette étude pourraient être des carbures (Cr_{23}C_6) ou des nitrures (Cr_2N ou CrN) [47].

Tableau 3.3: Nature des précipités dans le matériau revenu à 610°C pendant 8h [47]

Nature des inclusions	Quantité (%)
MnS	29
Oxydes	62
Précipités	9

La Figure 3.4 ne permet cependant pas d'observer l'austénite reformée car celle-ci est finement distribuée entre les lattes de martensite et les particules sont trop petites pour être distinguées au microscope optique [1, 13]. L'austénite reformée a toutefois pu être observée au MEB (Figure 3.3). On observe qu'aux endroits où l'austénite se forme, on voit apparaître des précipités. Ces

précipités ont également été observés dans d'autres travaux concernant le CA6NM et ont été analysés comme étant des carbures de chrome [25].

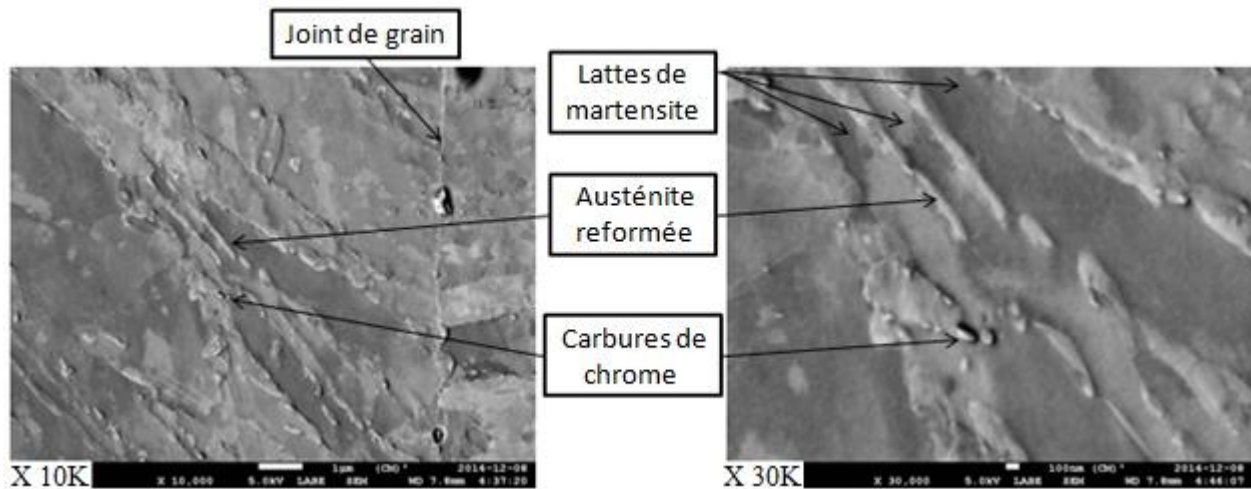


Figure 3.3: Observation de l'austénite reformée au MEB FEG en électrons secondaires (610°C/8h)

D'autre part, on observe, à la Figure 3.4 une plage de ferrite δ dans le matériau revenu à 620°C pendant 8h. La quantité de ferrite δ a été mesurée dans ce matériau pour la température de revenu de 610°C pendant 8h [47]. Le taux de ferrite δ , obtenu par microscopie optique, est de 0,54%.

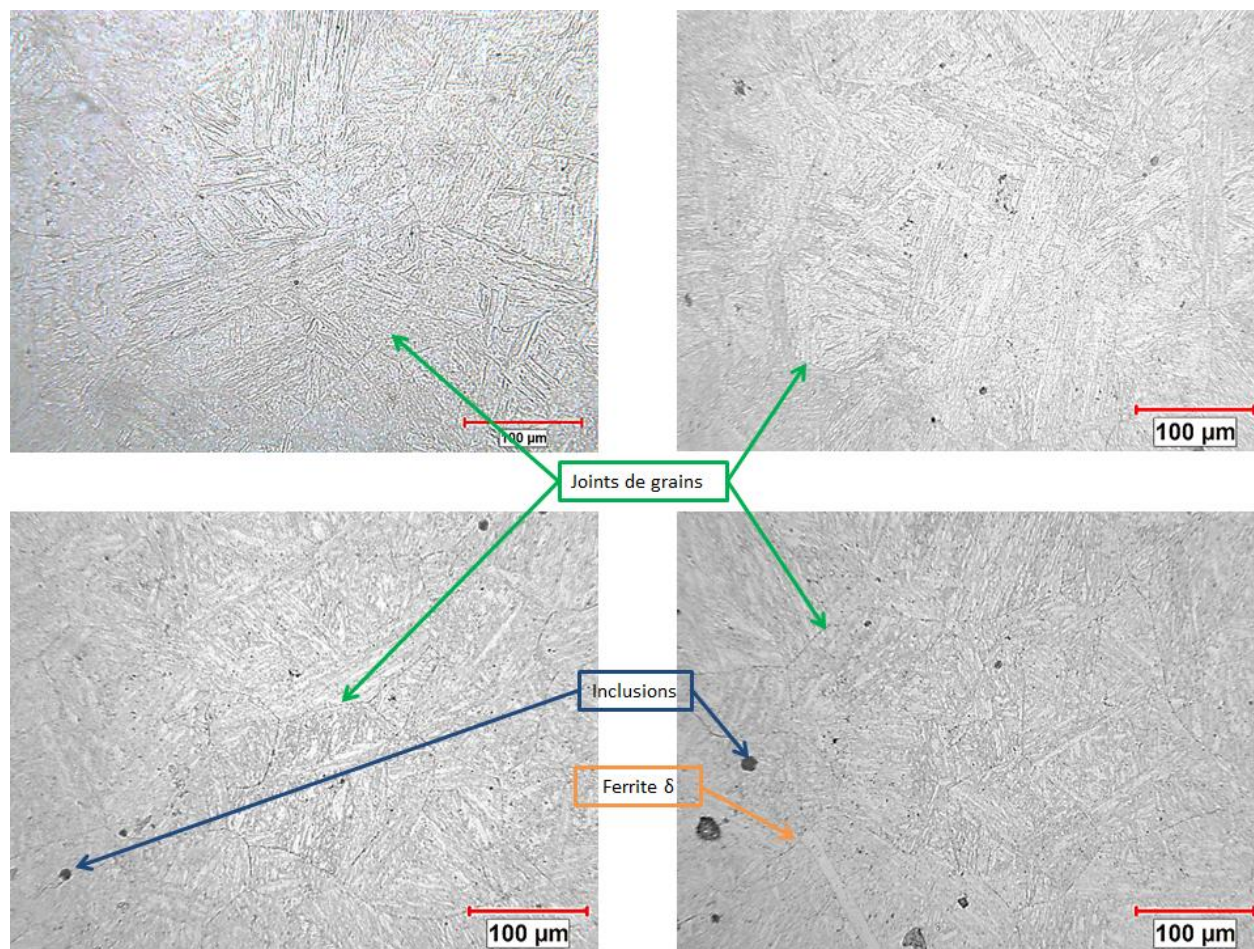


Figure 3.4: Microstructure observée au microscope optique au grossissement X200 pour les quatre températures de revenu après attaque au *Modified Fry*

Tableau 3.4: Diamètre moyen des grains, mesuré sur 100 grains, pour quatre températures de revenu différentes

Température de revenu	550°C	600°C	610°C	620°C
Diamètre moyen des grains (μm)	104	103	100	105

Une observation de la microstructure a également été effectuée au microscope électronique à balayage. Cela nous a permis de mettre en évidence la présence de précipités aux joints de grains, comme l'illustre la Figure 3.5.

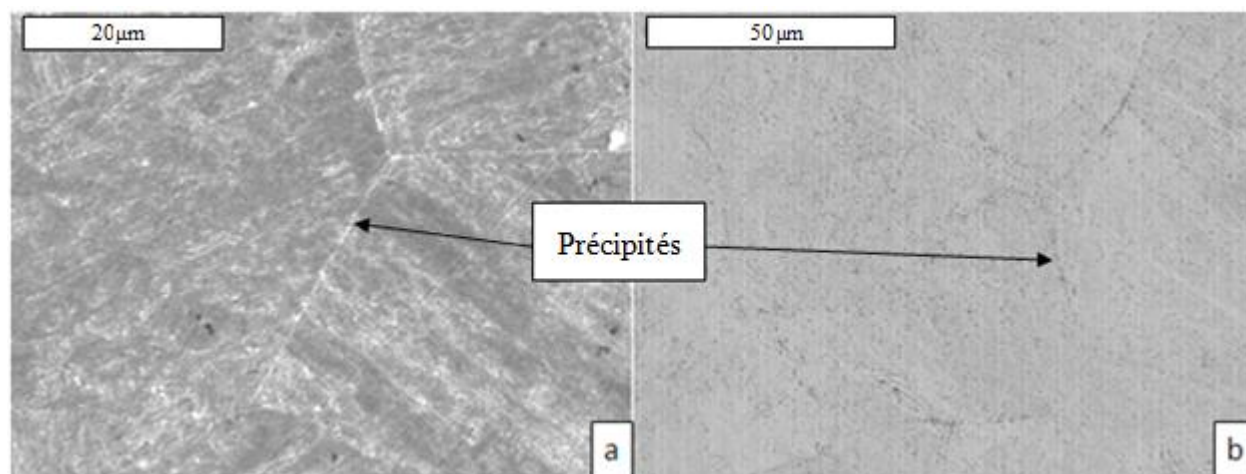


Figure 3.5: Observation des joints de grains au microscope électronique à balayage, a) 600°C/2h x2000 en électrons secondaires, b) 610/8h x1000 en rétrodiffusés

3.3 Essais de dureté

Afin de mieux cerner et de quantifier l'effet de la température de revenu sur les propriétés mécaniques du CA6NM, nous avons réalisé des mesures de dureté. Les mesures de dureté permettent non seulement d'observer l'effet du revenu de la martensite, mais également de s'assurer qu'un taux élevé d'austénite reformée dans l'acier inoxydable martensitique ne diminue pas outre mesure d'autres propriétés. Les résultats obtenus sont présentés dans la Figure 3.6.

Tous les échantillons testés ont subi un revenu de deux heures. Les échantillons à 610°C et 620°C ont également subi des revenus de huit heures, puisque ce sont les conditions qui ont été adoptées dans ce projet afin de pouvoir mettre en évidence l'effet de l'austénite reformée.

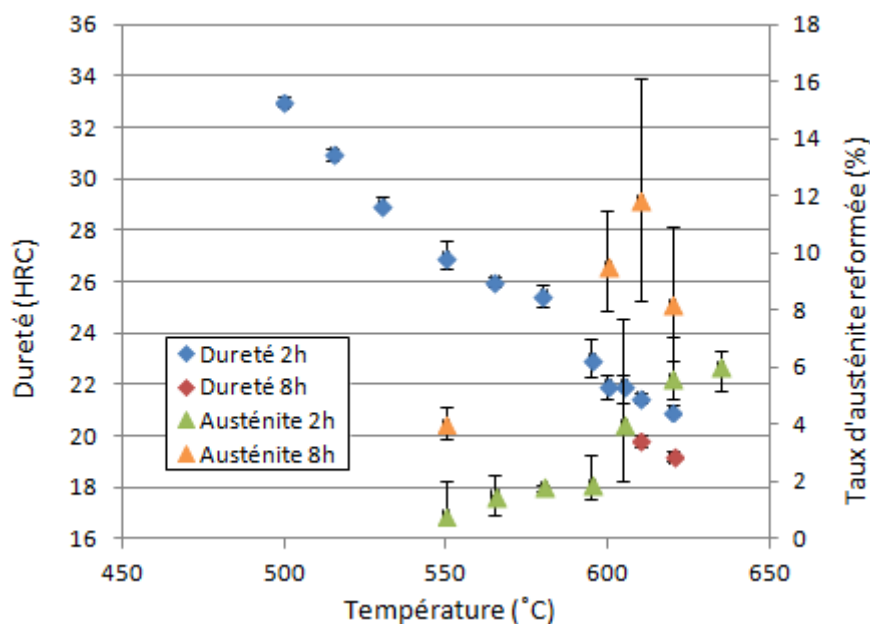


Figure 3.6: Évolution de la dureté en fonction de la température de revenu et du taux d'austénite reformée

Les essais de dureté réalisés couvrent une large plage de températures. Les barres d'erreur indiquent les valeurs maximales et minimales obtenues durant les essais. On remarque que les mesures ont une bonne répétabilité.

On observe que la dureté diminue progressivement avec le revenu de la martensite. Ainsi, un matériau revenu à la température de 620°C pendant 2h aura une dureté de 21 HRC, tandis qu'un matériau revenu à 500°C pendant la même durée aura une dureté de 33 HRC. De même, le matériau revenu à 610°C pendant 2h aura une dureté de 22 HRC, tandis que le matériau revenu à la même température pendant 8h aura une dureté proche de 20 HRC. Cependant, il est intéressant de remarquer que l'on ne constate pas de chute de la dureté aux températures où la quantité d'austénite reformée est maximale, c'est-à-dire à 610°C et 620°C, revenus pendant 2h. Cela indique que le taux d'austénite reformée n'aurait pas de conséquence directe sur la dureté. Ce résultat est contradictoire avec certaines observations rencontrées dans la littérature concernant le même matériau [25]. Cependant, il faut noter que dans cette étude de S. Godin, la durée de revenu n'est que d'une heure.

3.4 Essais de traction

Les essais de traction ont permis d'observer l'effet du revenu sur la limite d'élasticité, la contrainte maximale avant rupture et l'allongement à la rupture du matériau. En effet, puisque la température a un impact sur l'adoucissement de la martensite et qu'une certaine quantité d'austénite reformée se forme lors de certains traitements de revenu, il est primordial de vérifier que les propriétés du matériau restent supérieures aux valeurs minimales acceptables selon la norme ASTM A743. Les essais ont été triplés afin de s'assurer de leur validité et de leur répétabilité. Les trois courbes obtenues pour chaque température de revenu étant très proches, seule l'une d'entre elles a été tracée sur le graphe de la Figure 3.7, cependant, les valeurs rapportées dans le Tableau 3.5 sont les valeurs moyennes calculées sur les trois essais. Les résultats présentés pour la température de 550°C ont été obtenus par A. Akhiate [46].

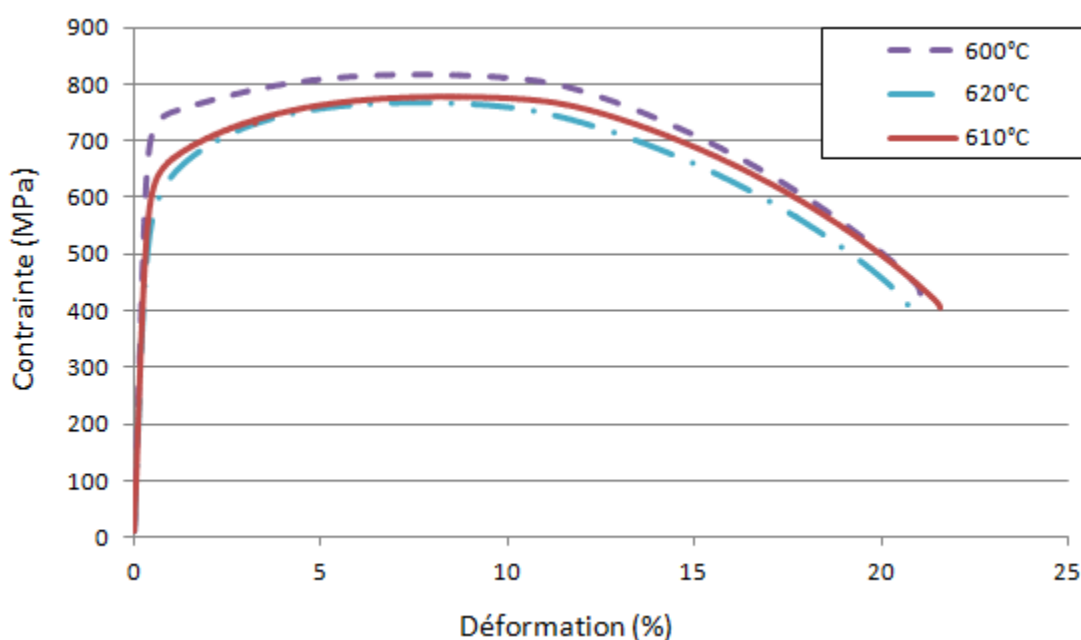


Figure 3.7: Courbes de traction pour des éprouvettes de CA6NM revenu à 600°C pendant 2h et 610°C et 620°C pendant 8h

Tableau 3.5: Caractéristiques en traction du CA6NM pour différents traitements de revenu

	600°C (2h)		610°C (8h)		620°C (8h)		550°C (2h)
	Valeur moyenne	Écart type (%)	Valeur moyenne	Écart type (%)	Valeur moyenne	Écart type (%)	Valeur moyenne
Re (MPa)	701	0,22	596	0,79	552	0,68	830
Rm (MPa)	819	0,32	777	0,20	767	0,64	889
Allongement à la rupture (%)	21,1	2,72	21,6	1,98	20,8	5,19	17
Striction (%)	69	0,35	70	0,40	71	0,21	

Ces essais de traction nous ont permis d'avoir des informations précises concernant les propriétés mécaniques du CA6NM et l'influence du revenu. On observe que la limite d'élasticité R_e et la contrainte maximale avant rupture R_m sont plus élevées pour les revenus à 550°C et à 600°C.

On remarque cependant que la limite d'élasticité pour le matériau revenu à 620°C répond tout juste à la valeur exigée par la norme ASTM A743 (Tableau 1.2). Il n'est donc pas recommandé de faire des revenus de longue durée à 620°C.

Enfin, on peut constater que les allongements à la rupture et les coefficients de striction sont assez proches pour les trois températures les plus hautes. Mais l'allongement à la rupture obtenu pour le revenu à 550°C est sensiblement plus faible. Il semblerait que l'impact du taux d'austénite reformée sur le A% soit négligeable puisque l'échantillon revenu à 600°C en contient très peu tandis que les échantillons à 610°C et 620°C en contiennent une grande quantité. Ainsi, ce serait bien la température de revenu qui aurait un impact sur l'allongement à la rupture puisque le plus gros écart de température, qui se situe entre 550°C et 600°C, correspond effectivement à l'écart de A%.

3.5 Essais de fatigue-propagation

Les essais de fatigue-propagation fournissent d'importantes informations concernant le comportement en fatigue du matériau, telles que le ΔK_{seuil} ou les constantes de la relation de Paris C et m . Dans un premier temps, les courbes a-N obtenues seront présentées, puis nous nous intéresserons aux courbes $da/dN-\Delta K$, et particulièrement au seuil, qui est utilisé comme critère de

conception. Nous étudierons ensuite les valeurs de fermeture, qui offrent des explications concernant l'influence du revenu sur le ΔK_{seuil} .

3.5.1 Courbes a-N

Dans un premier temps, il est important d'observer la longueur de fissure en fonction du nombre de cycles effectués afin de s'assurer que la fissure se propage bien progressivement et de manière continue. Les courbes a-N, dont un exemple est donné à la Figure 3.8, permettent de mettre en évidence les irrégularités expérimentales lors des essais. Ainsi, on s'assure que la valeur du seuil n'est pas biaisée par la zone plastique. Les essais à ΔK croissant étant moins sensibles à l'effet de la zone plastique en fond de fissure que les essais réalisés à ΔK décroissant, ce sont les données obtenues lors de cette phase que nous utiliserons dans les analyses de $da/dN - \Delta K$.

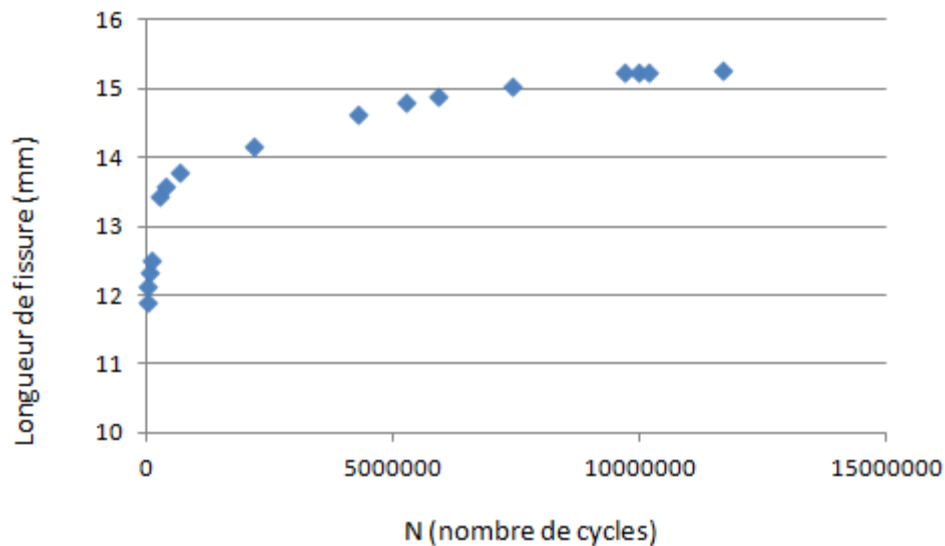


Figure 3.8: Exemple de courbe a-N obtenue pour l'éprouvette revenue à 600°C

On observe que l'évolution de la longueur de fissure en fonction du nombre de cycles est bien progressive. La vitesse de propagation, da/dN , est déterminée à partir de ces graphes, par la méthode de la sécante, en accord avec la norme ASTM E647 [20].

On remarque qu'elle diminue progressivement et lorsqu'elle atteint la valeur de $4 \cdot 10^{-8}$ mm/cycle, on considère le seuil atteint.

3.5.2 Courbes da/dN - ΔK

Les courbes da/dN - ΔK présentent la vitesse de propagation de la fissure en fonction de la variation du facteur d'intensité de contrainte. En effet, on peut voir pour quel matériau, à un même ΔK , la fissure se propagera le moins vite. Elles permettent notamment, en les traçant sur une échelle logarithmique, de déterminer les constantes de la relation de Paris, C et m , et le ΔK_{seuil} , à partir duquel la fissure commence à se propager à une vitesse significative.

La valeur de da/dN étant calculée par incréments, nous avons calculé la valeur moyenne des ΔK correspondants à ces deux incréments.

Les Figures 3.9 à 3.11 présentent les résultats obtenus pour les deux éprouvettes revenues à 600°C, 610°C et à 620°C.

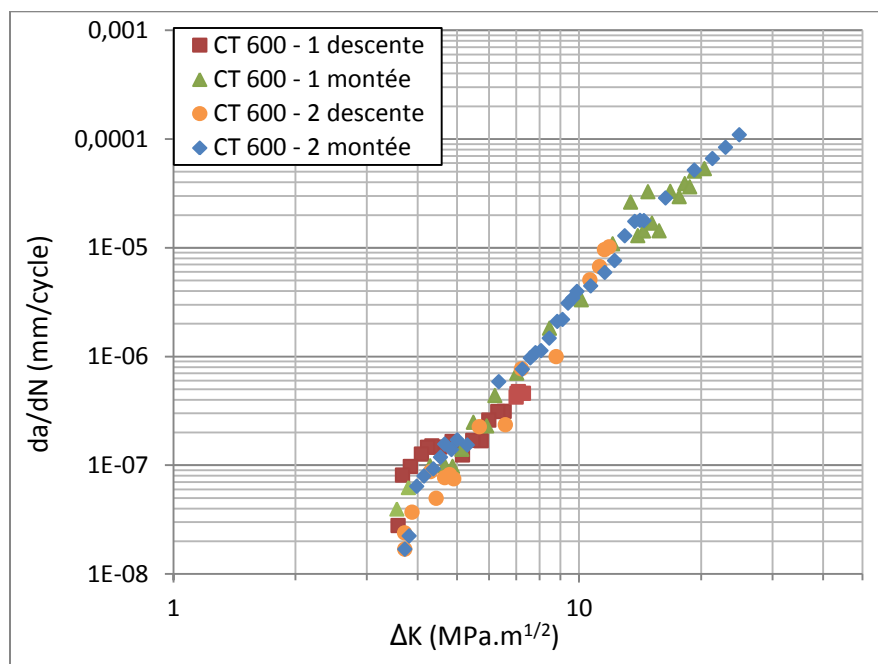


Figure 3.9: Courbes da/dN - ΔK pour le CA6NM revenu à 600°C pendant 2h

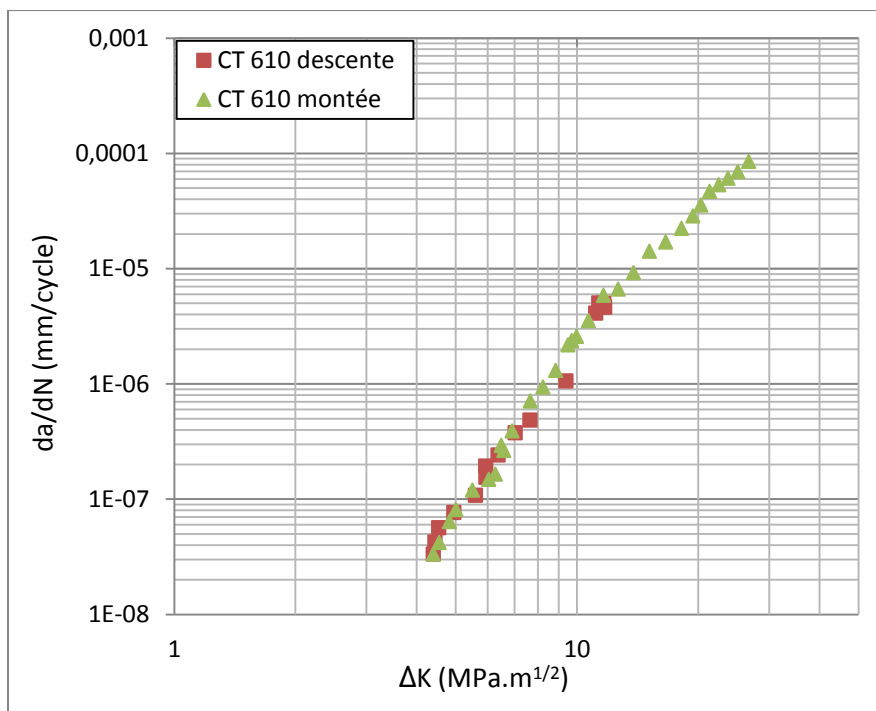


Figure 3.10: Courbes da/dN - ΔK pour le CA6NM revenu à 610°C pendant 8h

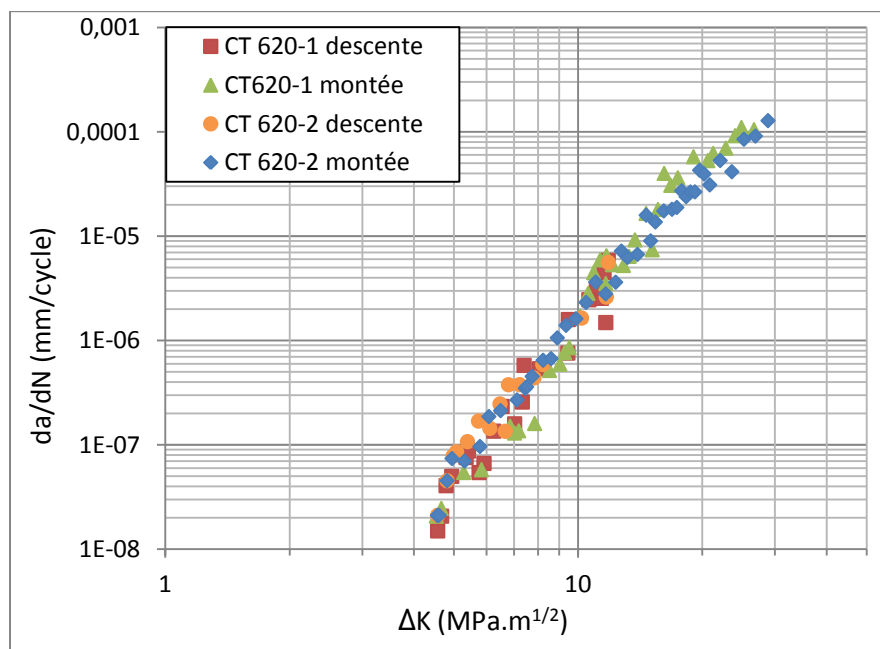


Figure 3.11: Courbes da/dN - ΔK pour le CA6NM revenu à 620°C pendant 8h

On constate que les résultats obtenus ont une bonne répétabilité pour les deux conditions qui ont été doublées, malgré une plus grande dispersion entre les ΔK de 3 MPa.m^{1/2} et 4 MPa.m^{1/2} pour le revenu à 600°C et les ΔK de 5,5 MPa.m^{1/2} et 6,5 MPa.m^{1/2} pour le revenu à 620°C. Dans le cas

des essais à 600°C, il semblerait que la dispersion apparaisse en majorité sur les courbes à ΔK décroissant. Cela peut s'expliquer par le phénomène de plasticité qui influence la vitesse de propagation. Cependant, les courbes à ΔK croissant sont très proches.

De même, on observe pour les essais à 620°C une petite dispersion, notamment pour la descente du premier essai, mais dans l'ensemble, la répétabilité des essais est bonne et les résultats obtenus pour chaque série d'essai sont cohérents.

Ces résultats permettent d'obtenir les caractéristiques en fatigue-propagation du matériau pour différentes températures de revenu, notamment le seuil de propagation, noté ΔK_{th} , et les coefficients C et m de la région de Paris. Le ΔK_{th} a été déterminé par la méthode visuelle car l'autre méthode présentée dans la norme propose de prendre au moins 5 valeurs comprises entre 10^{-6} et 10^{-7} mm/cycles, mais notre seuil tel que nous l'avons établi, correspond à des vitesses de propagation inférieures à 10^{-7} mm/cycles. Les données obtenues sont rapportées dans le Tableau 3.6. On constate dans ce tableau que la variation du ΔK_{th} est de l'ordre de $0,1 \text{ MPa.m}^{1/2}$ entre deux essais effectués dans les mêmes conditions (600-1 et 600-2 ou 620-1 et 620-2) mais qu'il présente une différence de presque $1 \text{ MPa.m}^{1/2}$ entre le revenu à 600°C pendant 2h et 620°C pendant 8h.

Afin de pouvoir mieux comparer les résultats, la Figure 3.12 regroupe les courbes à ΔK croissant de chaque essai pour les trois températures de revenu.

Les résultats pour un revenu à 550°C pendant 2 heures [46] sont donnés à titre indicatif afin de pouvoir comparer les résultats et tirer des conclusions globales.

Tableau 3.6 : Propriétés en fatigue du CA6NM pour différentes températures de revenu

	550 /2h 1%-3% γ_{ref}	600-1 /2h 2,5%-4,5% γ_{ref}	600-2 /2h	600/2h (moyenne)	610/8h 12%-17% γ_{ref}	620-1/8h 12,5%-16,5% γ_{ref}	620-2/8h	620/8h (moyenne)
ΔK_{th} ($\text{MPa.m}^{1/2}$)	3,75	3,58	3,70	3,64	4,40	4,55	4,57	4,56
C	$2,25.10^{-09}$	$1,36.10^{-10}$	$2,09.10^{-10}$	$1,73.10^{-10}$	$2,17.10^{-10}$	$3,00.10^{-11}$	$6,53.10^{-11}$	$4,77.10^{-11}$
m	3,21	4,36	4,20	4,28	4,00	4,79	4,40	4,60

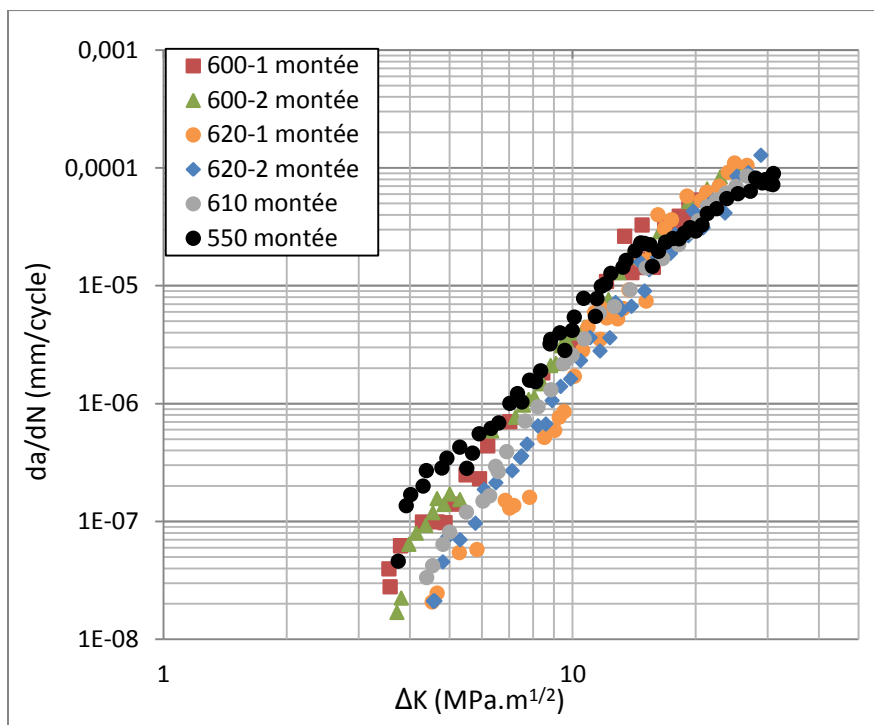


Figure 3.12: Courbes da/dN - ΔK à ΔK croissants pour les différentes températures de revenu

On constate, pour les ΔK supérieurs à $13 \text{ MPa.m}^{1/2}$, que le comportement en propagation de fissure de tous les matériaux est assez similaire. Cependant, on constate, pour des ΔK inférieurs à $13 \text{ MPa.m}^{1/2}$, les comportements s'écartent de manière significative. On remarque, pour un même ΔK , que plus la température de revenu est élevée, plus le taux de propagation de fissure est faible et cela caractérise une plus grande résistance à la propagation de fissure est grande. Ainsi, pour un ΔK de $9 \text{ MPa.m}^{1/2}$, par exemple, la vitesse de propagation sera de 2.10^{-6} pour le matériau revenu à 600°C , tandis qu'il ne sera que de 8.10^{-7} pour le matériau revenu à 620°C . En d'autres termes, la fissure se propagera 2,5 fois plus vite pour le matériau revenu à 600°C , ce qui est significatif. On peut aussi noter une différence de comportement entre le matériau revenu à 550°C et celui revenu à 600°C , bien que les deux contiennent très peu d'austénite reformée. En effet, pour un ΔK de $5 \text{ MPa.m}^{1/2}$, par exemple, le taux de propagation du premier sera de $2,9.10^{-7} \text{ mm par cycle}$, tandis que celui du second sera de $1,7.10^{-7} \text{ mm par cycle}$, soit un taux de propagation 1,7 fois inférieur.

De la même manière, on peut noter que le seuil est plus élevé pour les éprouvettes revenues à 610°C et 620°C , puisqu'il est obtenu pour un ΔK d'environ $4,5 \text{ MPa.m}^{1/2}$ contre $3,5 \text{ MPa.m}^{1/2}$ à

550°C et 600°C. Cela implique que, pour une même longueur de fissure, celle-ci commencera à se propager à des forces plus faibles dans le matériau revenu à 550°C ou 600°C que dans celui revenu à 610°C ou 620°C.

On observe également une variation des coefficients m et C qui se traduit par une différence de pente et d'ordonnée à l'origine dans la région de Paris. Ainsi, le coefficient m est plus élevé pour les matériaux revenus à plus haute température dans la région comprise entre des ΔK de 5 MPa.m^{1/2} et 15 MPa.m^{1/2} que pour les températures de revenu les plus basses.

3.5.3 Mesure de la fermeture

Afin d'obtenir plus d'informations, et de pouvoir émettre des hypothèses au sujet des différences entre les ΔK_{seuil} , nous avons procédé à une mesure des forces de fermeture. La mesure de ces forces a été réalisée grâce à la méthode de la réduction de complaisance présentée dans la norme, comme nous l'avons expliqué dans la partie 2.4.3.

3.5.3.1 Détermination des niveaux de fermeture

Nous avons tracé sur un même graphe (Figure 3.13) les niveaux de fermeture correspondant aux différentes températures de revenu de manière à déterminer laquelle était la plus propice au phénomène de fermeture de fissure.

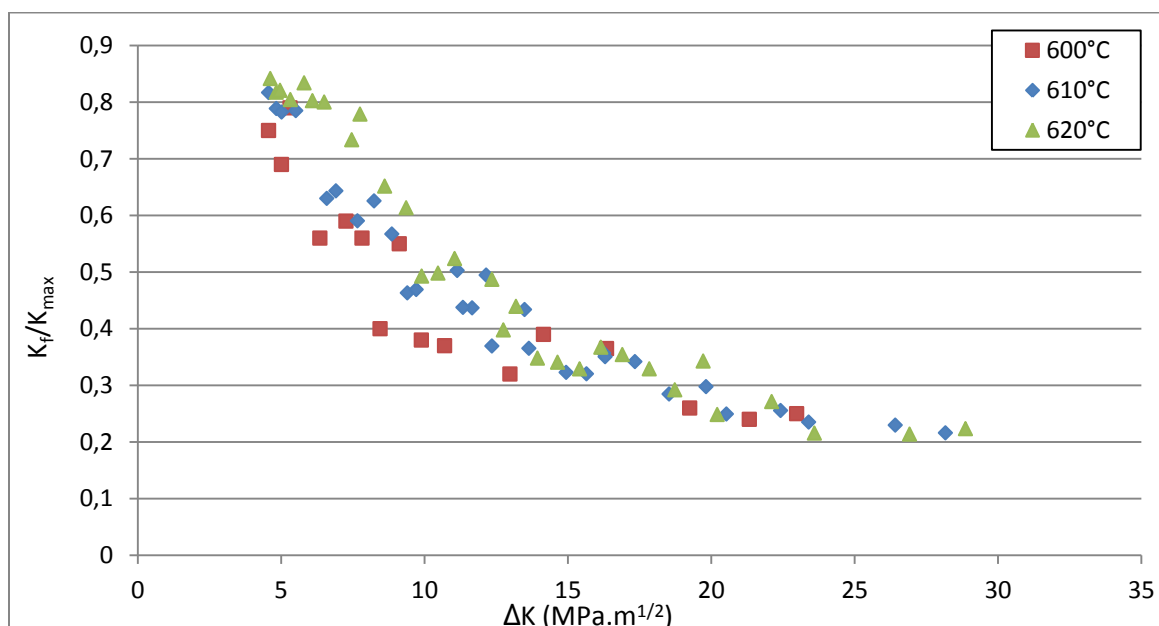


Figure 3.13: Niveau de fermeture $K_f/K_{\max}$ en fonction de ΔK

Afin de mieux visualiser les résultats, le Tableau 3.7 présente la fermeture moyenne sur différentes plages de ΔK pour les trois températures de revenu.

On observe que le niveau de fermeture du matériau revenu à 620°C est sensiblement supérieur à ceux du matériau revenu à 610°C et *a fortiori* à 600°C pour les ΔK inférieurs à 15 MPa.m^{1/2}. Cette différence est de plus en plus notable au fur et à mesure que l'on s'approche du seuil, mais les trois courbes sont presque confondues pour un ΔK supérieur à 15 MPa.m^{1/2}, ce qui correspond au point à partir duquel les taux de propagation des trois matériaux convergent sur la Figure 3.12.

Tableau 3.7: Niveaux de fermeture moyens sur différentes plages de ΔK

		Plages de ΔK (MPa.m ^{1/2})					
K_f/K_{max}		4,5 à 6,5	6,5 à 9	9 à 12	12 à 16	16 à 20	20 à 25
	600°C	0,74	0,53	0,43	0,36	0,31	0,25
	610°C	0,79	0,61	0,46	0,38	0,32	0,25
	620°C	0,82	0,69	0,52	0,39	0,34	0,25

Cela supporte l'hypothèse qui consiste à expliquer la différence de comportement en fatigue-propagation par l'effet de fermeture. On observe également que les trois courbes stagnent à un rapport K_f/K_{max} d'environ 0,25 pour les plus hauts ΔK . Ce phénomène pourrait être expliqué par la fermeture induite par la plasticité, qui consiste en des contraintes résiduelles en compression en avant du fond de fissure causées par irréversibilité de glissement [48]. On observe cependant que pour des ΔK inférieurs à 20 MPa.m^{1/2}, la fermeture augmente au fur et à mesure que le ΔK diminue. Cela indique que d'autres mécanismes de fermeture sont mis en jeu. Ces mécanismes de fermeture pourraient être induits par l'effet TRIP, de fermeture induite par la rugosité, ou de fermeture par remplissage de fissure [49].

D'autre part, il semblerait y avoir des plateaux de fermeture au rapport K_f/K_{max} de 0,35. Ces plateaux correspondent à une plage de ΔK allant de 8 MPa.m^{1/2} à 16 MPa.m^{1/2} pour le matériau revenu à 600°C, de 12 MPa.m^{1/2} à 17 MPa.m^{1/2} pour le matériau revenu à 610°C et de 13 MPa.m^{1/2} à 19 MPa.m^{1/2} pour le matériau revenu à 620°C. Ces plages de ΔK auxquelles surviendrait ce plateau de fermeture semblent correspondre aux plages dans lesquelles on retrouve de la rupture intergranulaire sur les faciès de rupture, tel qu'abordé dans la section 3.6.3.

3.5.3.2 Courbes da/dN - ΔK_{eff}

De manière à confirmer l'effet de la fermeture, nous avons également tracé les courbes da/dN en fonction de ΔK_{eff} . Ces courbes, tracées sur la Figure 3.14, représentent la vitesse de la propagation de fissure en fonction de ΔK mais en négligeant l'effet de la fermeture.

Cette représentation graphique montre que l'effet de fermeture influence le comportement en fatigue-propagation des trois températures de revenu, puisqu'en éliminant l'effet de fermeture, les vitesses de propagation des trois matériaux deviennent similaires, même à faibles ΔK . Cela indique que la fermeture est la principale cause de différence de comportement entre les trois températures de revenu. Ainsi, l'effet de fermeture aurait un rôle plus important que l'absorption d'énergie de transformation par effet TRIP. Cependant, les écarts observés à la Figure 3.12 entre les températures de 550°C et 600°C suggèrent que la fermeture n'est pas l'unique source d'influence. Il serait toutefois nécessaire de tracer la courbe da/dN - ΔK_{eff} pour la température de 550°C pour pouvoir affirmer cela. De plus, comme nous l'avons vu dans la section 2.4.3.3, la mesure des forces de fermeture présente des difficultés qui laissent place à une interprétation personnelle de l'expérimentateur. Ceci a pour conséquence que les valeurs absolues de ces forces de fermeture et du ΔK_{eff} sont à prendre avec précaution, mais grâce à la procédure rigoureuse présentée par la norme ASTM E647, les valeurs relatives, obtenues par un même expérimentateur, sont fiables.

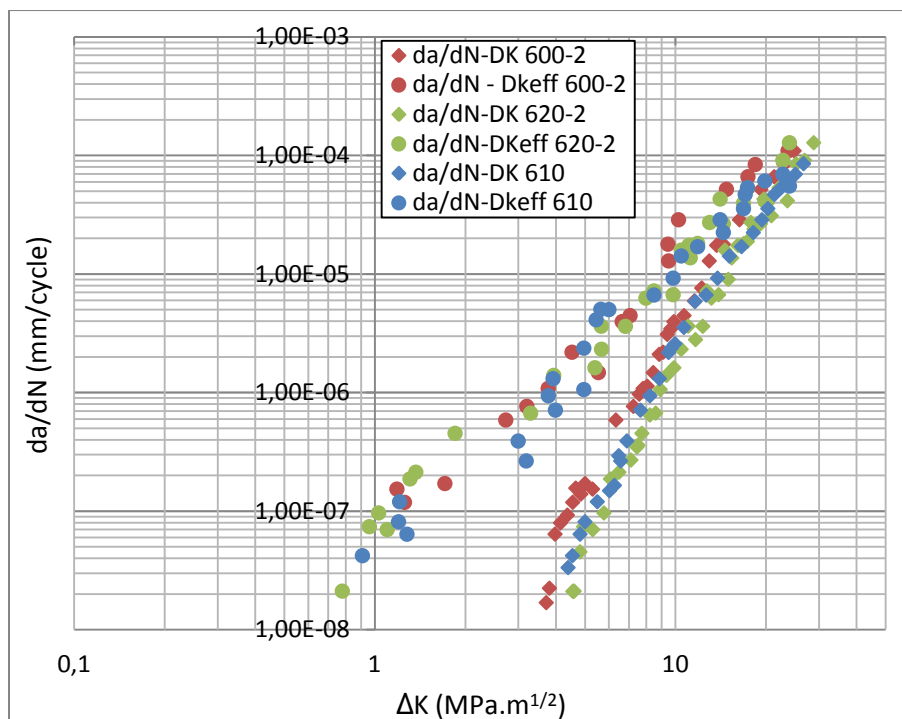


Figure 3.14: Courbes da/dN - ΔK_{eff}

3.6 Analyse fractographique

Afin de mieux comprendre les mécanismes mis en jeu lors des essais de fatigue-propagation et de mieux déterminer les causes des différences de comportement entre les différentes températures de revenu, nous avons effectué une analyse fractographique des éprouvettes CT.

Dans un premier temps, nous présenterons les taux d'austénite reformée remesurés après les essais, à des ΔK proche du seuil, à environ $10 \text{ MPa.m}^{1/2}$ et à environ $20 \text{ MPa.m}^{1/2}$. Nous analyserons ensuite le parcours suivi par la fissure et étudierons son profil pour les différents ΔK .

Enfin, nous étudierons le faciès de rupture, suite à une observation au microscope électronique à balayage.

3.6.1 Nouvelle mesure d'austénite reformée sur le faciès de rupture

Afin de confirmer la transformation de l'austénite reformée en martensite fraîche par effet TRIP, nous avons procédé à une nouvelle mesure du taux d'austénite reformée au niveau du faciès de rupture de fatigue-propagation après avoir définitivement rompu et séparé les parties supérieures et inférieures de l'éprouvette CT. Le Tableau 3.8 résume les moyennes des taux d'austénite

reformée obtenus avant l'essai de fatigue et après l'essai de fatigue pour chaque température de revenu.

Tableau 3.8: Taux d'austénite reformée dans le matériau avant et après les essais de fatigue-propagation

γ_{ref} (%) avant essai		γ_{ref} (%) après essai		
		seuil	$\Delta K=10 \text{ MPa.m}^{1/2}$	$\Delta K=20 \text{ MPa.m}^{1/2}$
600°C	2,5 - 4,5	1,5	1,0	2,6
610°C	12 - 17	2,0	0,9	1,4
620°C	12,5 - 16,5	2,4	2,6	1,9

On constate que pour les trois températures de revenu, le taux d'austénite reformée sur les faciès de rupture est quasiment nul. Il a donc été vérifié que l'austénite reformée initialement présente s'est transformée, y compris pour les matériaux contenant les plus grands taux d'austénite reformée.

3.6.2 Parcours de fissure

Ayant poli et attaqué les éprouvettes CT avant de faire propager la fissure, nous avons pu observer directement le parcours de fissure au microscope optique. Nous avons cartographié la propagation de fissure à des grossissements de X50 et de X200, afin d'analyser comment se propageait la fissure en fonction du ΔK .

En observant le cheminement de la fissure, nous avons pu différencier plusieurs zones de ΔK ayant des caractéristiques distinctes:

- le seuil,
- la plage de ΔK comprise entre 5 et $8 \text{ MPa.m}^{1/2}$,
- la plage de ΔK comprise entre 8 et $16 \text{ MPa.m}^{1/2}$,
- les $\Delta K > 16 \text{ MPa.m}^{1/2}$.

3.6.2.1 Profil de fissure dans la région du seuil

Dans la région du seuil, on observe que la fissure se propage macroscopiquement en mode I mais présente une micro rugosité. La Figure 3.15 présente le profil observé à un grossissement X50 et à un grossissement X200 pour le matériau revenu à 600°C pour un ΔK correspondant au seuil. Les Figures 3.16 et 3.17 montrent que le même phénomène est observable pour les matériaux revenus à 610°C et 620°C.

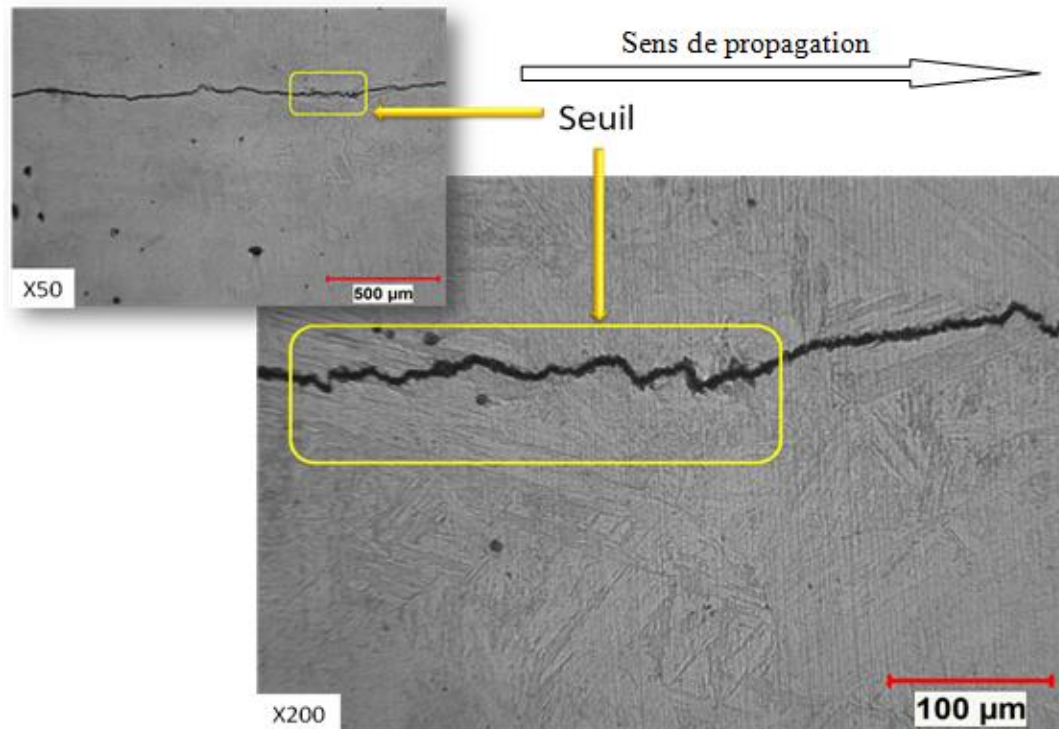


Figure 3.15: Profil de fissure au seuil ($\Delta K=3,6 \text{ MPa.m}^{1/2}$) pour le matériau revenu à 600°C

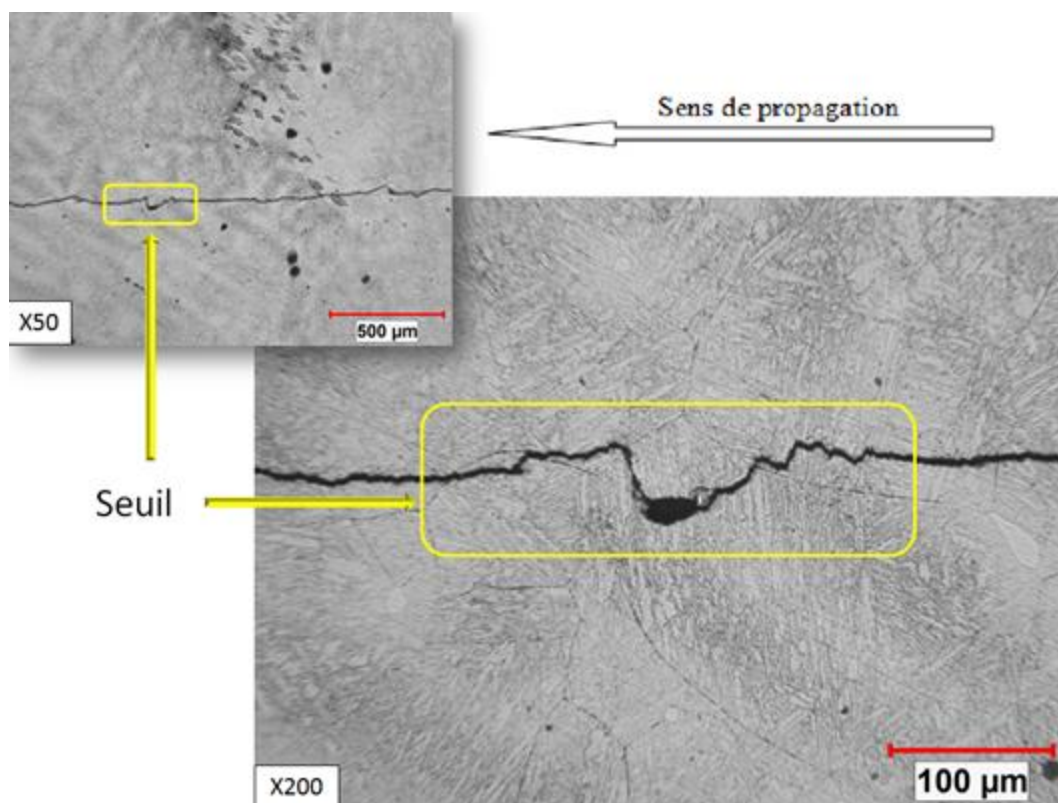


Figure 3.16: Profil de fissure au seuil ($\Delta K=4,4 \text{ MPa.m}^{1/2}$) pour le matériau revenu à 610°C

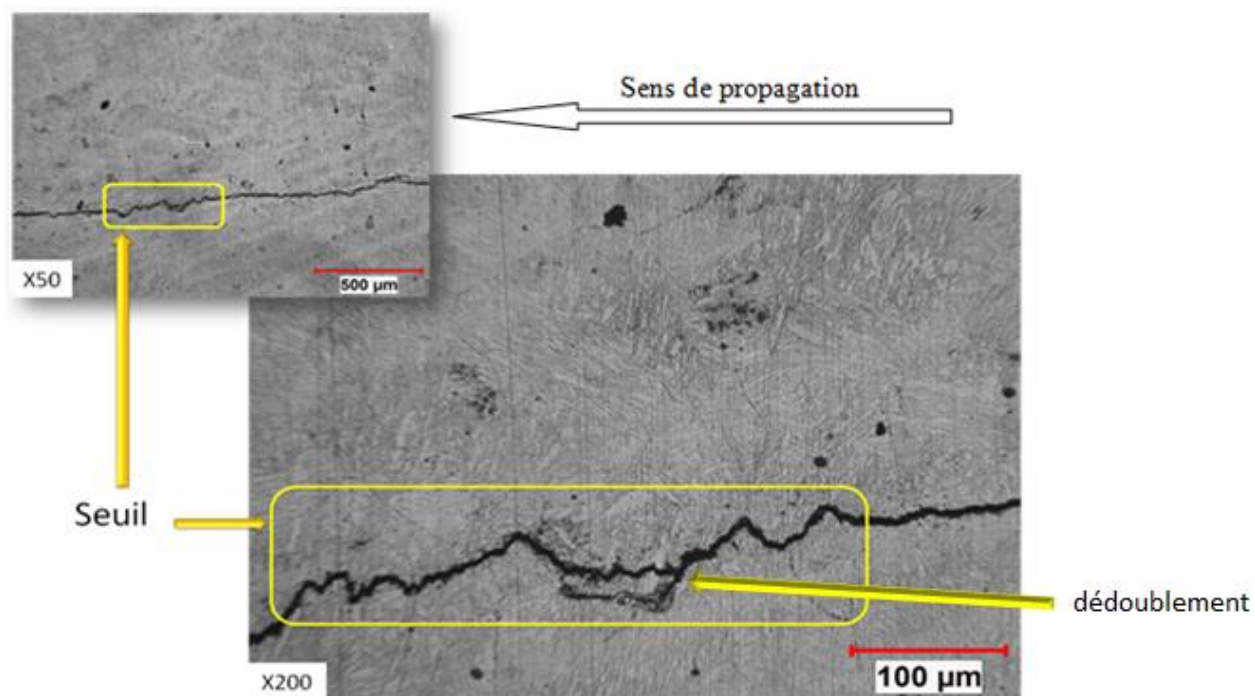


Figure 3.17: Profil de fissure au seuil ($\Delta K=4,6 \text{ MPa.m}^{1/2}$) pour le matériau revenu à 620°C

On observe sur ces figures que la zone correspondant au seuil sur les photos à plus faible grossissement présente une trajectoire de fissure légèrement plus tortueuse que dans les zones adjacentes, dont le ΔK est plus élevé. On observe également sur les photos à plus gros grossissement que cette tortuosité est due au fait que la fissure, bien que la rupture soit transgranulaire, semble suivre la direction des lattes de martensite lorsque celles-ci sont orientées dans une direction proche de la direction de propagation, ce qui fait dévier un peu la fissure [24]. On voit même, dans la figure relative au revenu à 620°C que la fissure s'est dédoublée et que la ramification du bas, avait commencé à suivre la direction des lattes de martensite.

3.6.2.2 Profil de fissure pour des ΔK compris entre 5 MPa.m^{1/2} et 8 MPa.m^{1/2}

Dans cette plage de ΔK , la propagation de fissure est toujours transgranulaire, mais elle a un aspect plus "lisse" et dévie moins significativement pour suivre l'orientation des lattes de martensite. Les Figures 3.18 à 3.20 illustrent ces observations pour les trois températures de revenu.

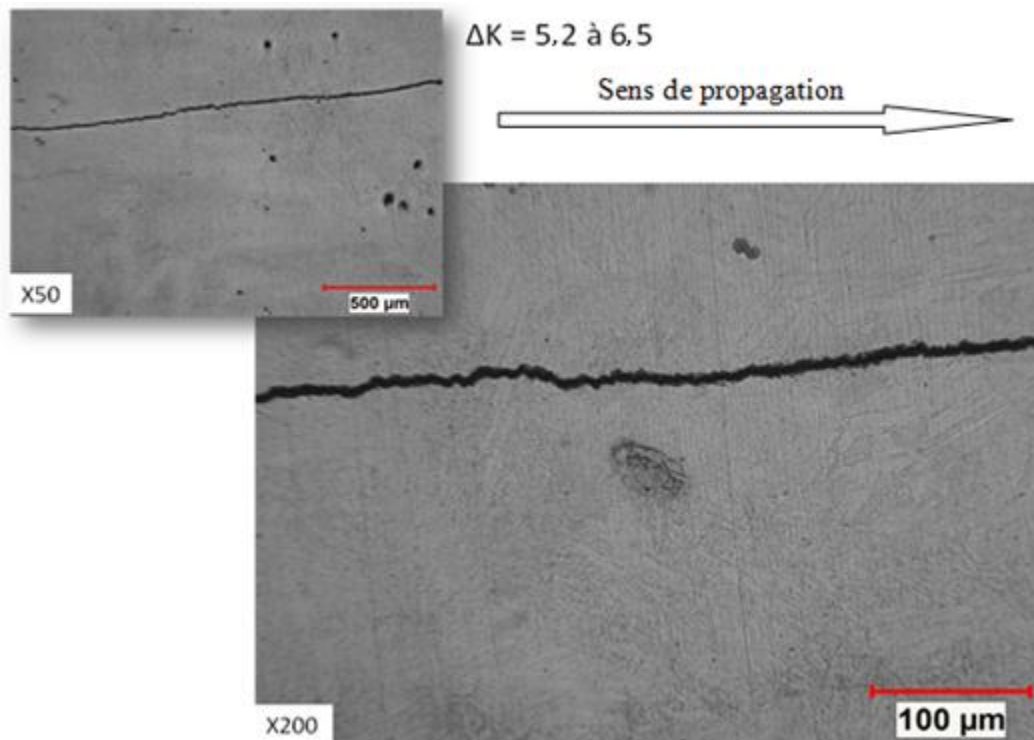


Figure 3.18: Profil de fissure à $\Delta K = 5,2$ à $6,5$ MPa.m^{1/2} pour le matériau revenu à 600°C

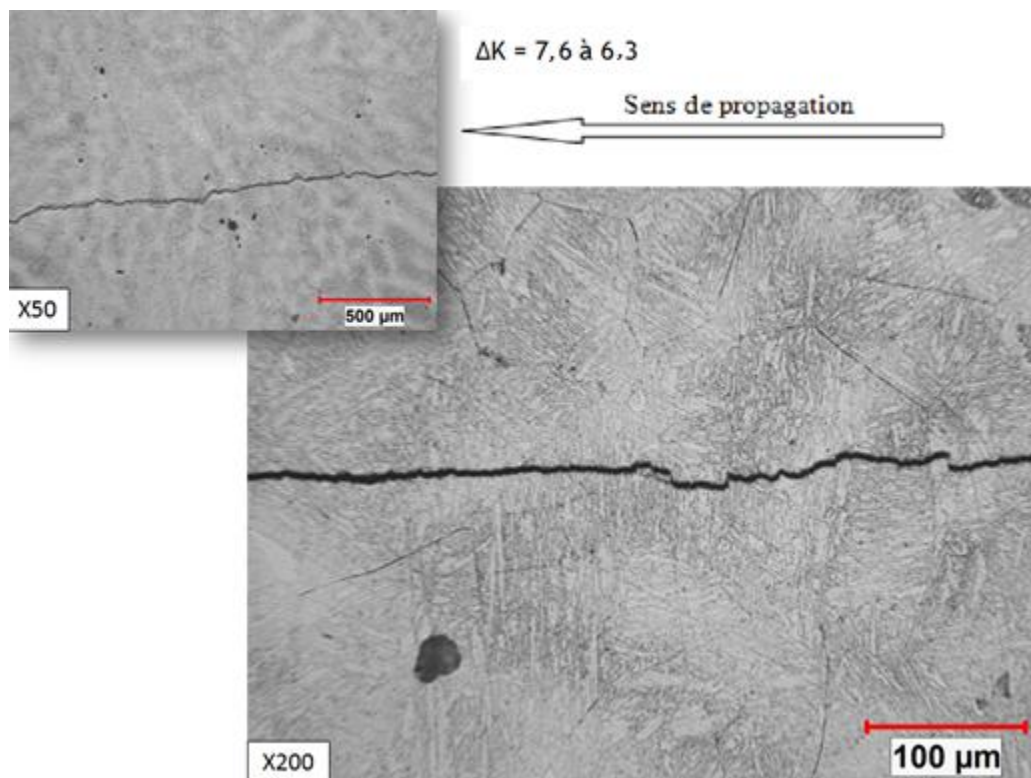


Figure 3.19: Profil de fissure à $\Delta K = 6,3 \text{ à } 7,6 \text{ MPa.m}^{1/2}$ pour le matériau revenu à 610°C

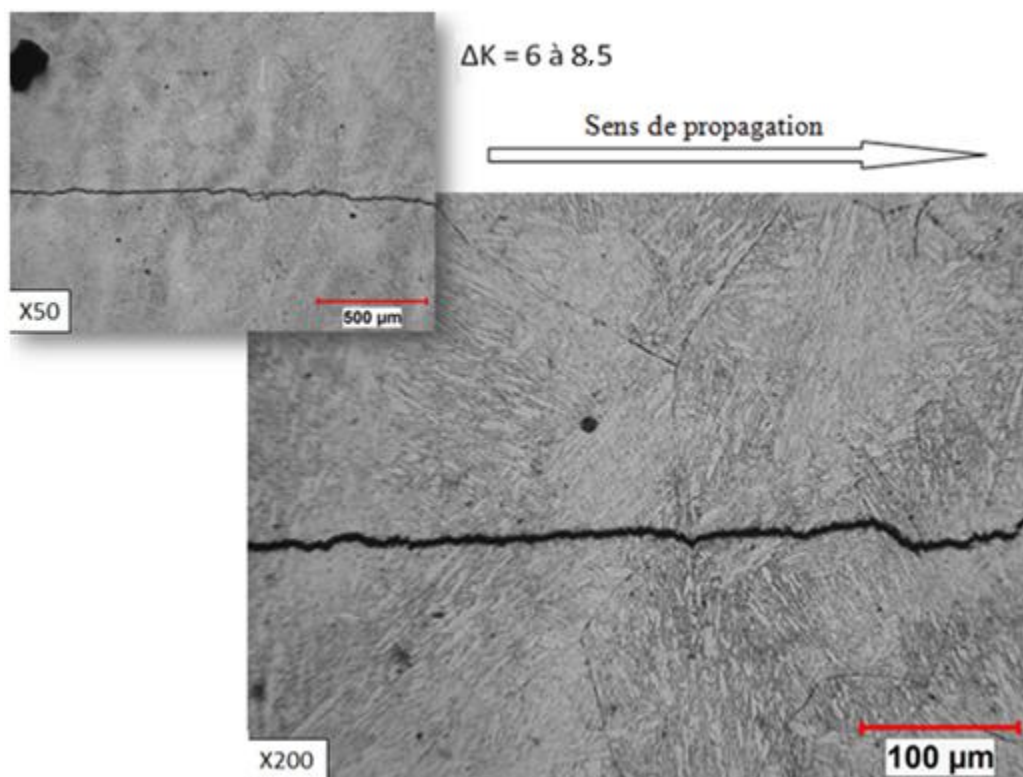


Figure 3.20 : Profil de fissure à $\Delta K=6 \text{ à } 8,5 \text{ MPa.m}^{1/2}$ pour le matériau revenu à 620°C

3.6.2.3 Profil de fissure pour des ΔK compris entre $8 \text{ MPa.m}^{1/2}$ et $14 \text{ MPa.m}^{1/2}$

Dans cette plage de ΔK , la fissure devient nettement plus tortueuse. En effet, on distingue sur les photos à plus fort grossissement (Figures 3.21 et 3.22), et notamment pour un revenu de 600°C , que la rupture devient de plus en plus intergranulaire jusqu'à un ΔK de $14 \text{ MPa.m}^{1/2}$, puis redevient peu à peu transgranulaire, au fur et à mesure que le ΔK continue d'augmenter. Le phénomène semble plus présent pour le matériau revenu à 600°C . Cette observation sera confirmée par les photographies prises sur les faciès de rupture au MEB dans la partie suivante.

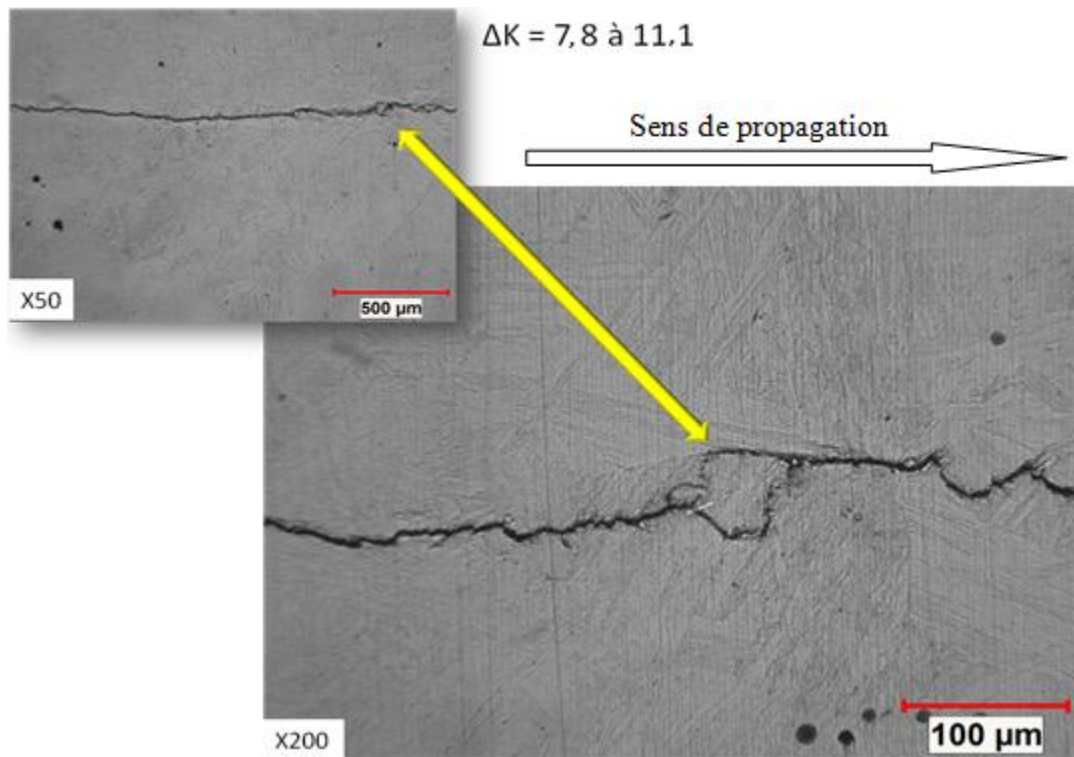


Figure 3.21: Profil de fissure à $\Delta K = 7,8 \text{ à } 11,1 \text{ MPa.m}^{1/2}$ pour le matériau revenu à 600°C

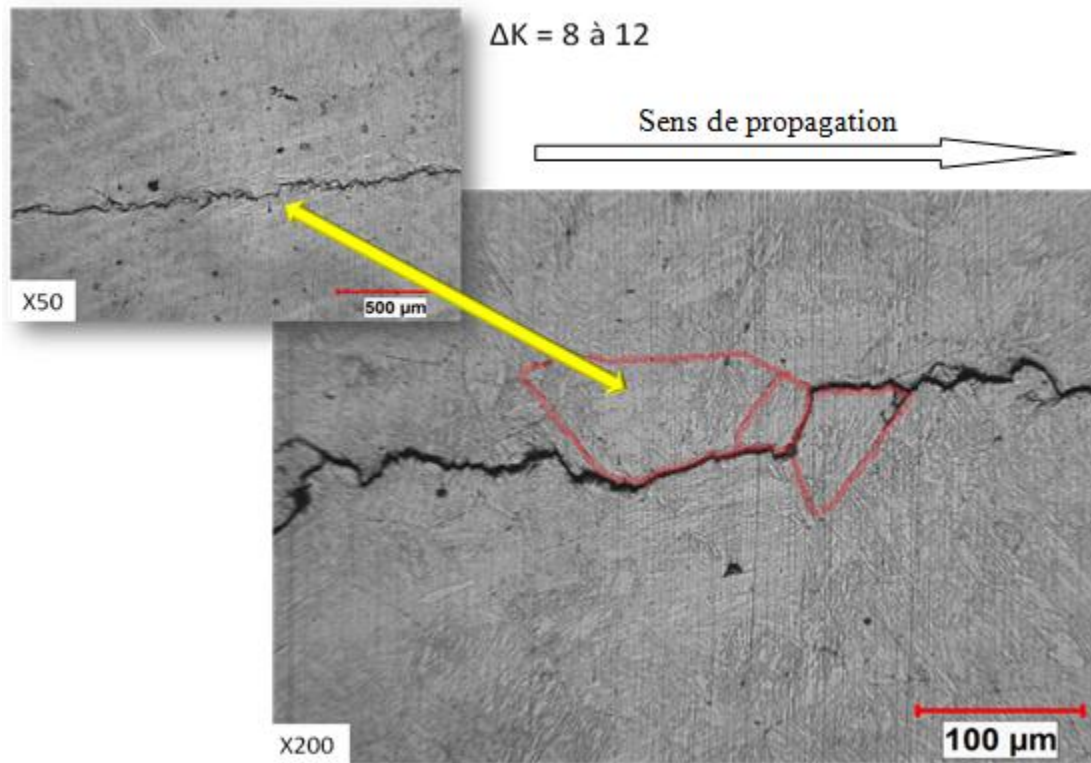


Figure 3.22: Profil de fissure à $\Delta K = 8$ à $12 \text{ MPa.m}^{1/2}$ pour le matériau revenu à 620°C

3.6.2.4 Profil de fissure pour des ΔK supérieurs à $16 \text{ MPa.m}^{1/2}$

À partir d'un ΔK de $16 \text{ MPa.m}^{1/2}$, la rupture est de nouveau majoritairement transgranulaire, mais on voit nettement apparaître l'effet de la déformation plastique et, aux plus forts ΔK , on voit apparaître les bandes de glissement aux alentours de la fissure (Figures 3.23 à 3.25). Ce phénomène sera également confirmé dans la prochaine partie par les observations effectuées au MEB sur les faciès de rupture.

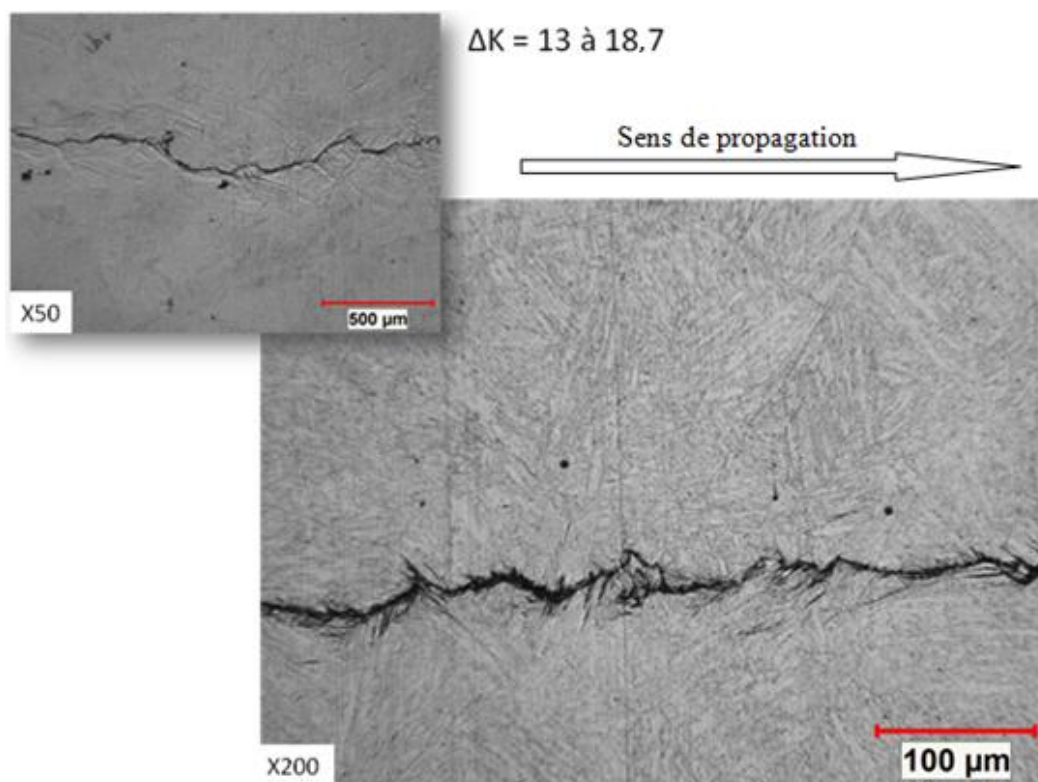


Figure 3.23: Profil de fissure à $\Delta K = 13 \text{ à } 18,7 \text{ MPa.m}^{1/2}$ pour le matériau revenu à 600°C

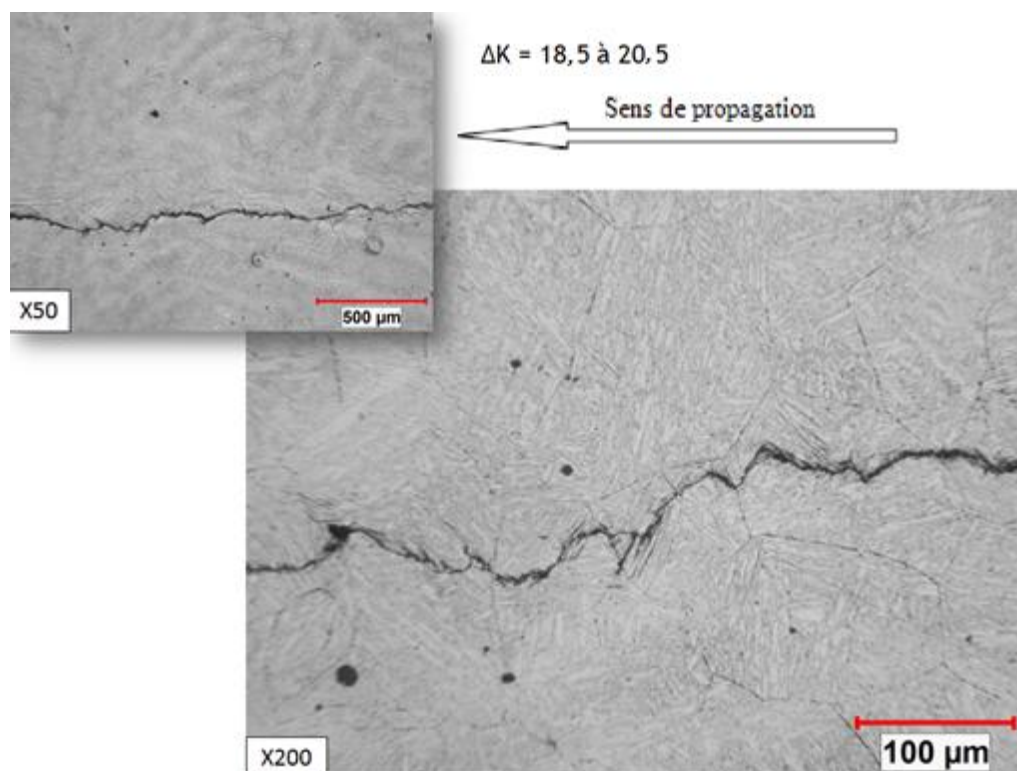


Figure 3.24: Profil de fissure à $\Delta K = 18,5 \text{ à } 20,5 \text{ MPa.m}^{1/2}$ pour le matériau revenu à 620°C

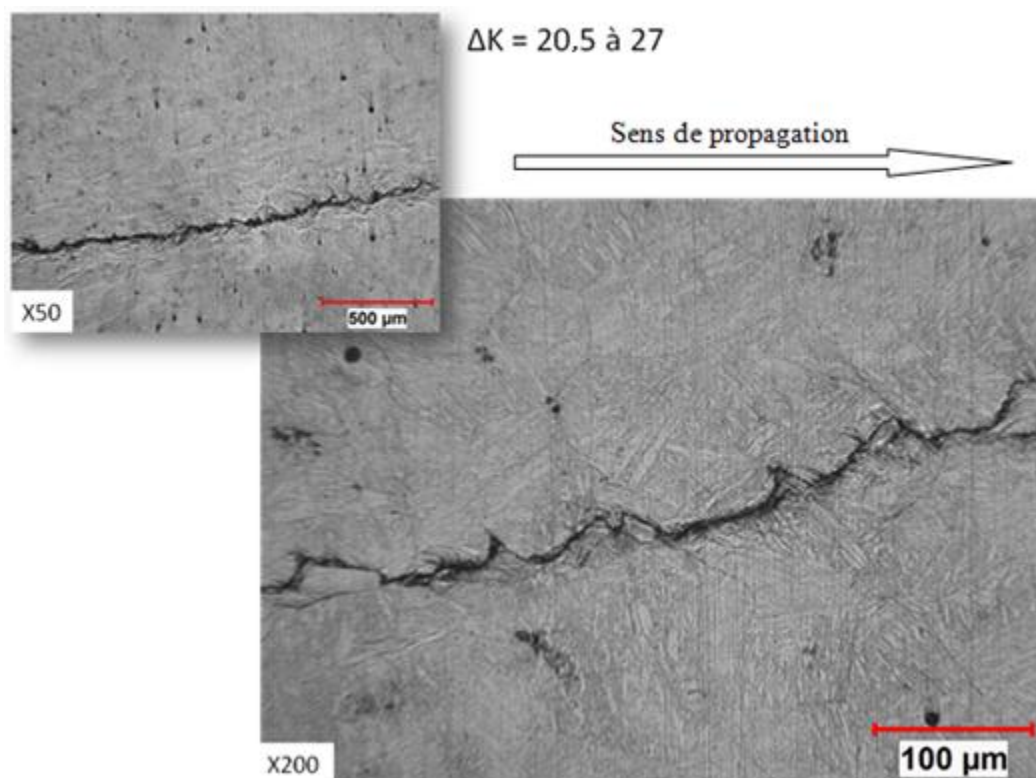


Figure 3.25: Profil de fissure à $\Delta K = 20,5$ à $27 \text{ MPa.m}^{1/2}$ pour le matériau revenu à 620°C

3.6.2.5 Comparaison des profils de fissure

À première vue, les longueurs de chaque étape semblent comparables pour les trois températures. Cependant cette évaluation est un peu délicate puisque les deux faces d'une même éprouvette n'évoluent pas parfaitement symétriquement et qu'il existe une certaine marge d'erreur lorsque l'on relie visuellement les ΔK à l'évolution de la fissure.

De plus, la rupture intergranulaire semblerait plus présente pour le matériau revenu à 600°C que pour les matériaux revenus à 610°C ou 620°C . Mais les conditions de déformation plane n'étant pas respectées sur les surfaces de l'éprouvette CT, il sera préférable de prendre en considération les résultats obtenus au cœur de l'éprouvette, sur le faciès de rupture, grâce au MEB.

D'autre part, le fait que la rugosité de la fissure soit légèrement plus importante au niveau du seuil qu'à un ΔK légèrement supérieur nous a amené à étudier plus en détail cette rugosité et à la comparer entre deux températures de revenu afin de déterminer si elle pouvait expliquer le fait que le seuil était plus élevé pour le matériau revenu à 620°C . En effet, si la fissure était plus tortueuse pour ce matériau, elle aurait plus de chemin à parcourir pour évoluer d'une même

distance nominale qu'une fissure se propageant en ligne droite. Le Tableau 3.9 présente la distance réelle parcourue par la fissure en prenant en compte la tortuosité pour les matériaux revenus à 600°C et 620°C, qui sont les matériaux présentant le plus grand écart de comportement. Les valeurs ont été mesurées sur un intervalle linéaire de 400 μm au niveau du seuil à l'aide d'un logiciel d'analyse d'images. Les valeurs indiquées sont les valeurs moyennes des deux côtés de la fissure.

Tableau 3.9: Distance réellement parcourue par la fissure pour progresser de 400 μm

	600°C-1	600°C-2	600°C- moyenne	610°C	620°C-1	620°C-2	620°C- moyenne
Distance réelle parcourue (μm)	441	455	448	452	476	442	459

On constate que les résultats sont assez proches pour les deux conditions. L'écart semble trop faible pour pouvoir conclure que l'explication de la meilleure résistance en fatigue et du rehaussement du seuil pour la température de 620°C vient d'une plus grande tortuosité au seuil. Cependant, le profil de fissure ne fournit des informations que sur les surfaces de l'éprouvette. Les observations sur le faciès de rupture grâce au microscope électronique à balayage nous donneront plus d'informations sur ces différents questionnements.

3.6.3 Observation des faciès de rupture

Suite aux observations faites au microscope optique concernant le profil de fissure, nous avons rompu les éprouvettes afin de pouvoir regarder plus précisément les faciès de rupture. Nous avons dans un premier temps pu observer les faciès de manière globale, au microscope optique et à faible grossissement. La Figure 3.26 illustre les observations effectuées et permet de distinguer les différentes zones de rupture présentées précédemment.

Nous avons ensuite pu faire des observations à plus fort grossissement, au MEB. Le grossissement et la profondeur de champ offerts par cet appareil nous ont permis d'obtenir plus de précisions concernant la rupture par fatigue des éprouvettes. Les images obtenues sont présentées dans la Figure 3.27 pour le matériau revenu à 600°C, et sur la Figure 3.28 et la Figure 3.29 pour celles à 610°C et 620°C.

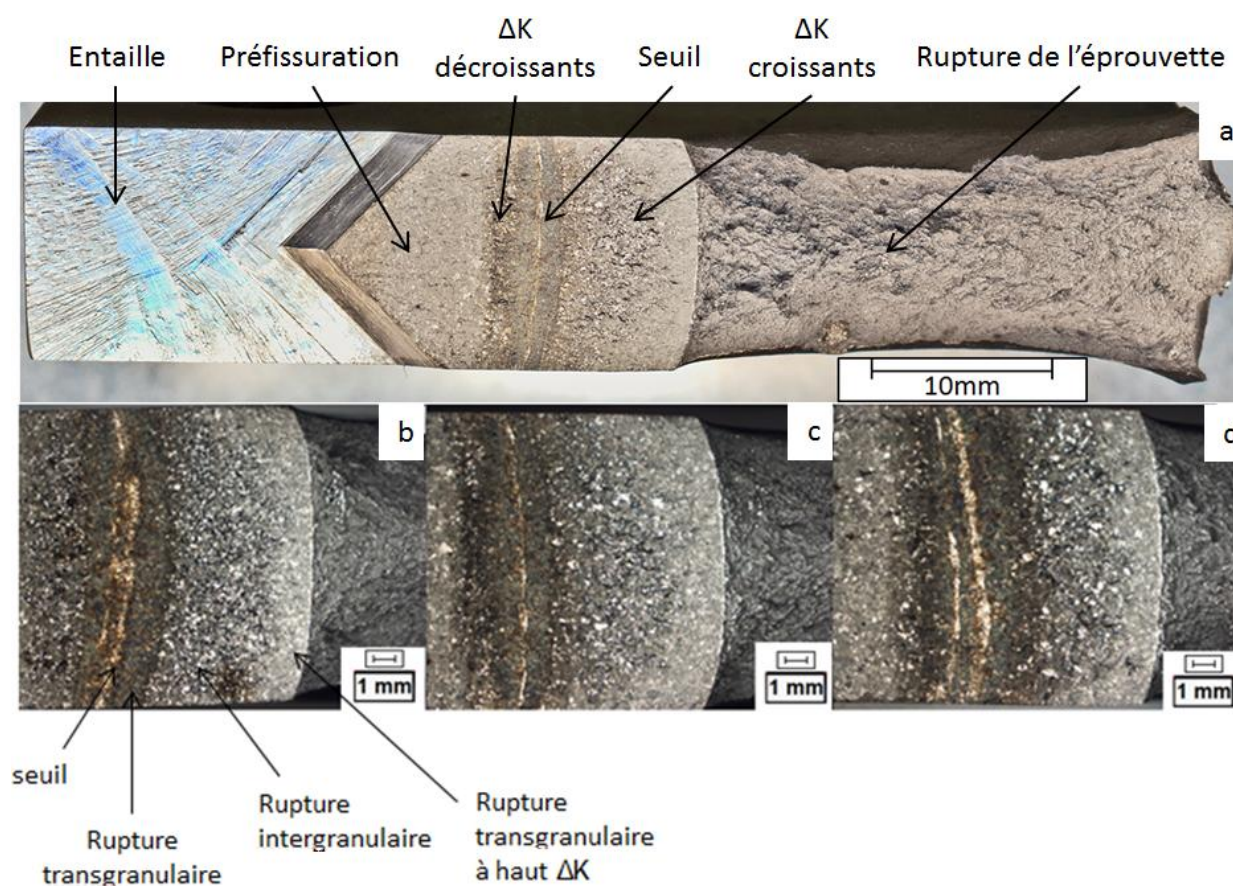
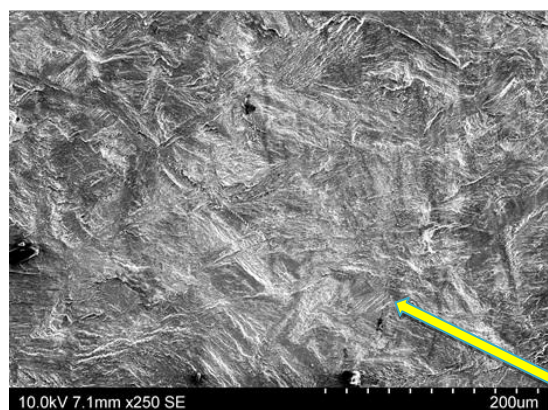


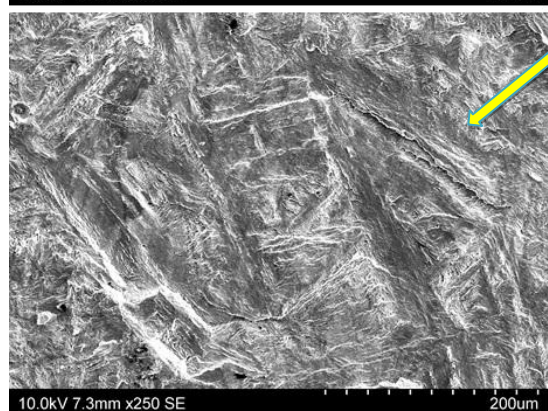
Figure 3.26: Faciès de rupture observés au microscope optique, a) 610°C/8h (x2,5), b) 600°C/2h (x3), c) 610°C/8h (x3), d) 620°C/8h (x3)

Les observations faites sur le profil de fissure sont confirmées ici. Ces images obtenues au MEB nous permettent de retracer toutes les étapes de l'évolution de fissure en fonction du ΔK . On peut voir, à faibles ΔK , que la rupture est bien transgranulaire. Sur les photos obtenues avec un grossissement de 2000, le faciès de rupture semble effectivement légèrement plus rugueux qu'à $\Delta K=6 \text{ MPa.m}^{1/2}$. À un ΔK de $8 \text{ MPa.m}^{1/2}$, on voit nettement apparaître la rupture intergranulaire, d'abord en petite proportion, puis à un taux de plus en plus élevé, jusqu'à atteindre quasiment 80%. On observe également qu'à $\Delta K=18 \text{ MPa.m}^{1/2}$, la rupture intergranulaire a quasiment disparu.

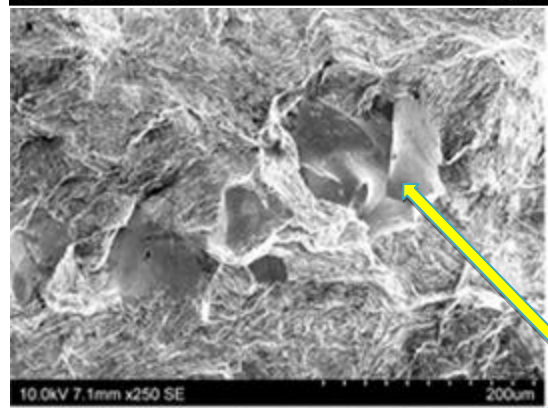
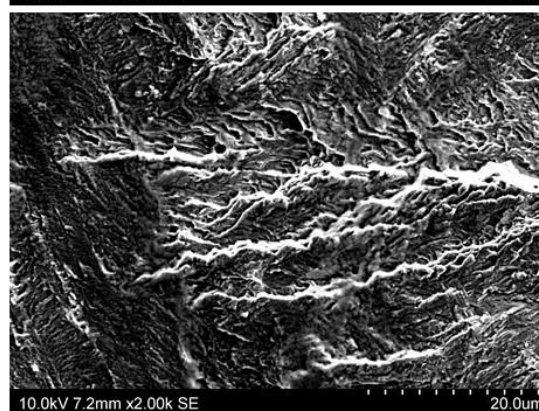
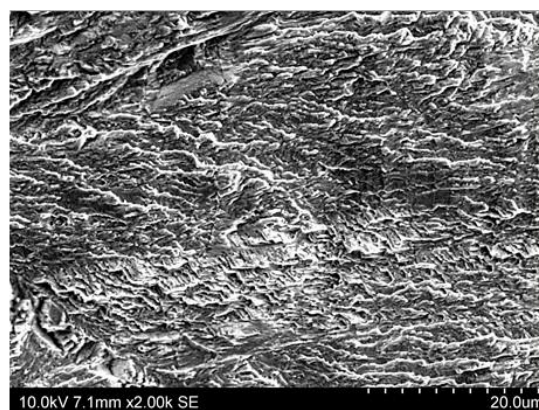


$\Delta K=3.6$
(seuil)

Rupture
transgranulaire

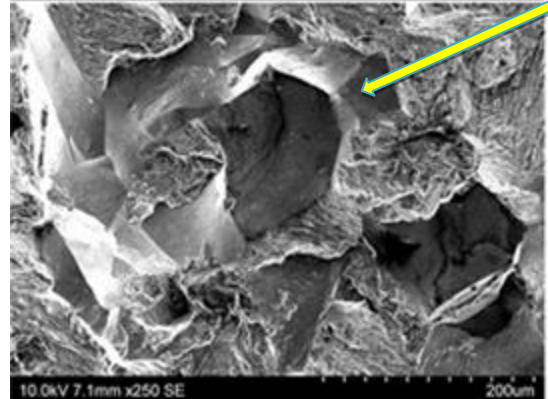
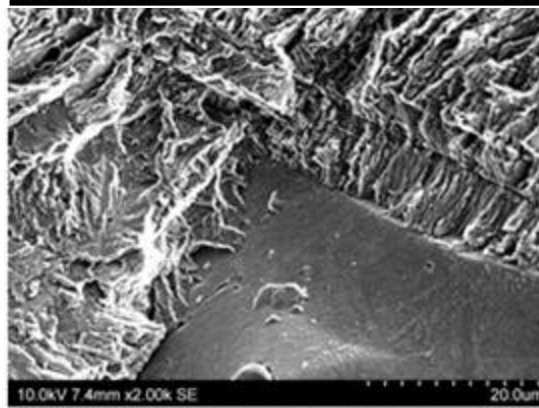


$\Delta K=6$

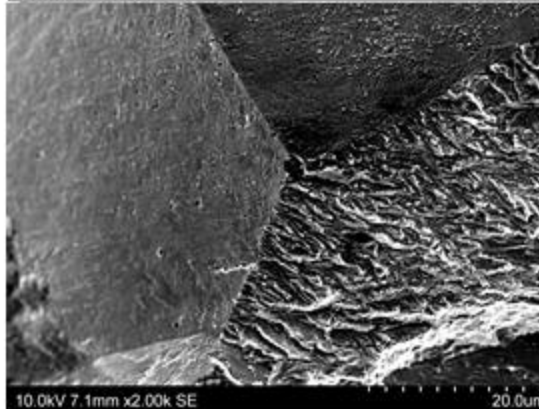


$\Delta K=8$

Rupture
intergranulaire



$\Delta K=10$



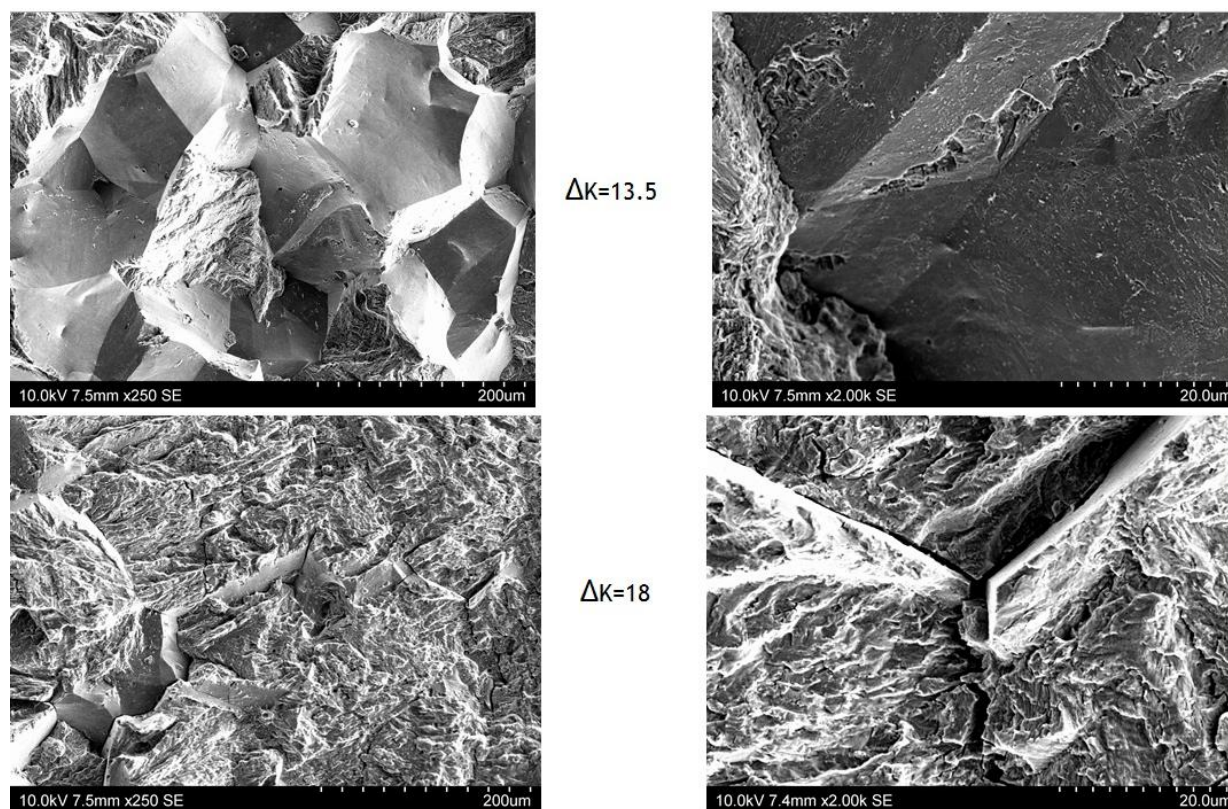
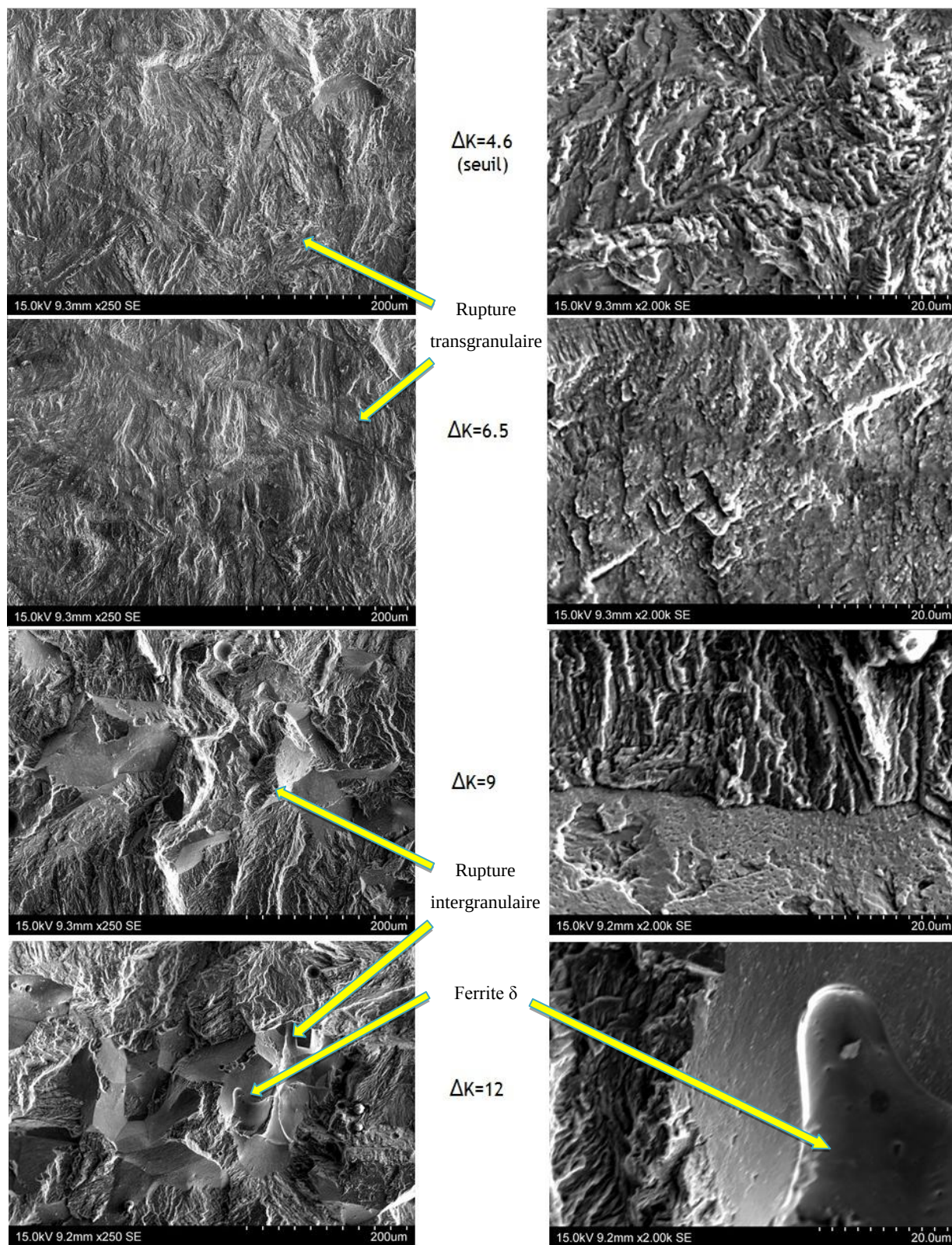


Figure 3.27: Faciès de rupture après essai de fatigue-propagation observés au MEB aux grossissements X250 et X2000 pour le matériau revenu à 600°C



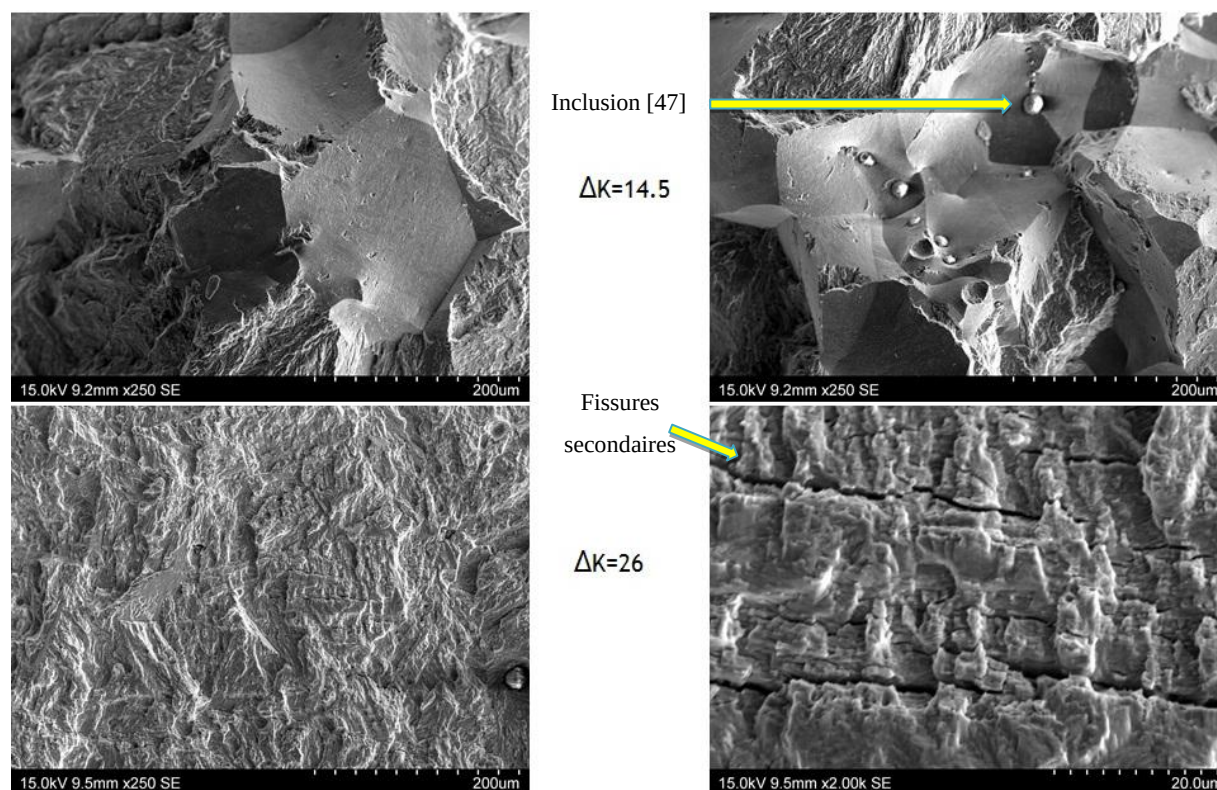
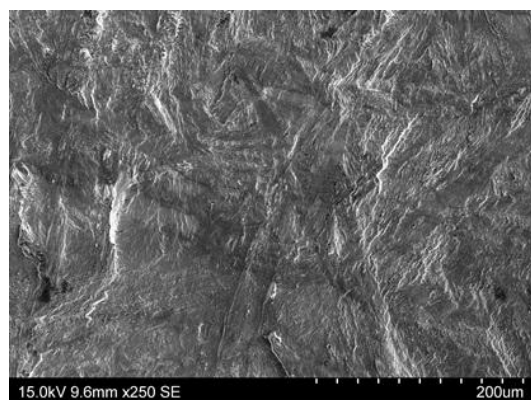


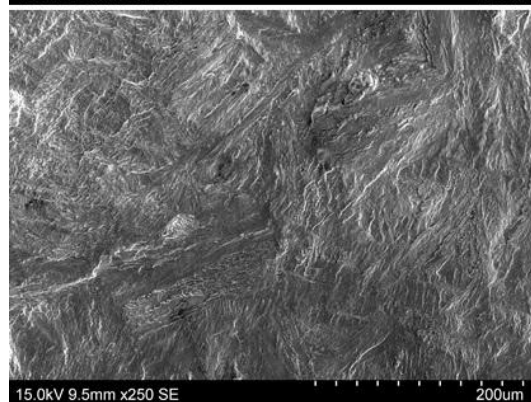
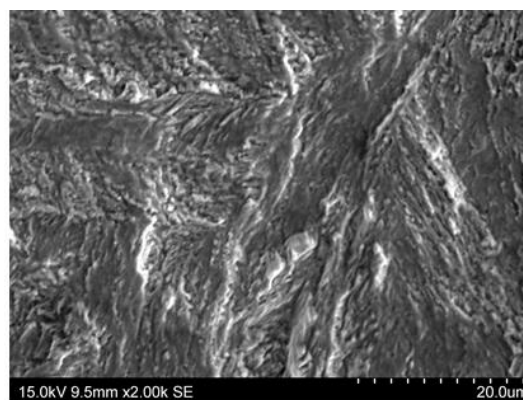
Figure 3.28: Faciès de rupture après essai de fatigue-propagation observés au MEB aux grossissements X250 et X2000 pour le matériau revenu à 610°C

Pour le matériau revenu à 610°C, les mêmes phénomènes qu'à 600°C sont observables. Cependant, il semblerait que la plage de ΔK pour laquelle on observe de la rupture intergranulaire soit décalée vers les plus hauts ΔK et que cette proportion de rupture intergranulaire soit légèrement moins importante. Dans la partie où la rupture est intergranulaire, on voit apparaître ce qui semble être des inclusions, présentes aux joints de grain. Des analyses EDX, présentées à la Figure 3.32 nous ont permis de déterminer la nature de ces inclusions. Les inclusions semblent être des oxydes de silicium et de molybdène et sont présentes pour les trois températures de revenu.

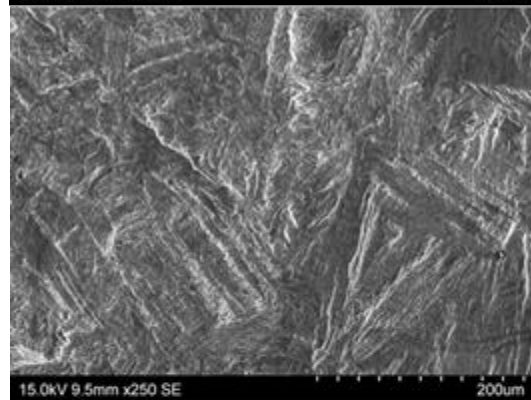
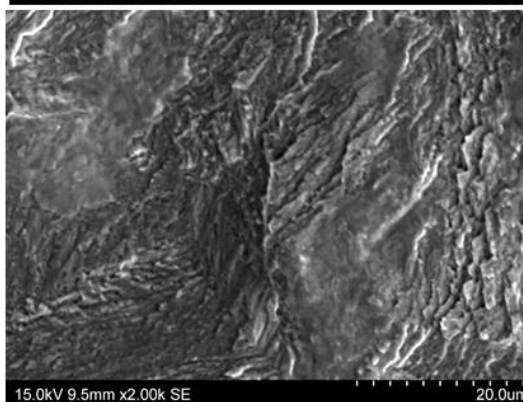
Le faciès de rupture à 620°C, bien que globalement semblable aux deux autres températures de revenu, présente également des variations au niveau de la plage et du taux de rupture intergranulaire. D'autre part, les fissures secondaires sont moins visibles que pour les autres températures de revenu.



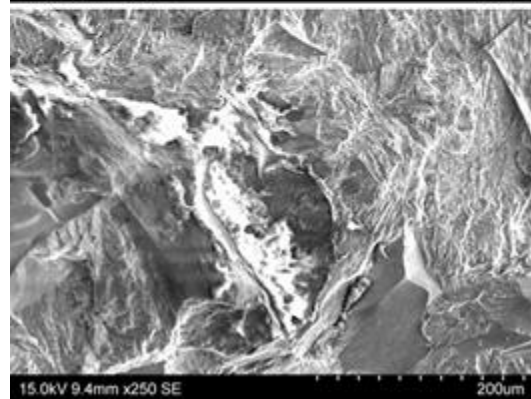
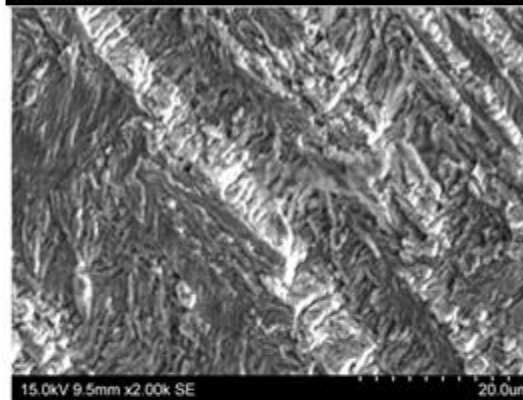
$\Delta K=4.6$
(seuil)



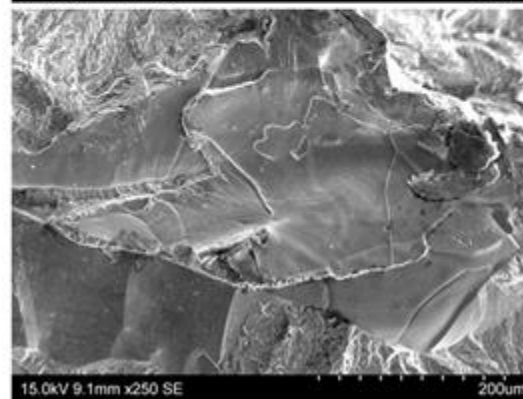
$\Delta K=7.5$



$\Delta K=9$



$\Delta K=12,5$



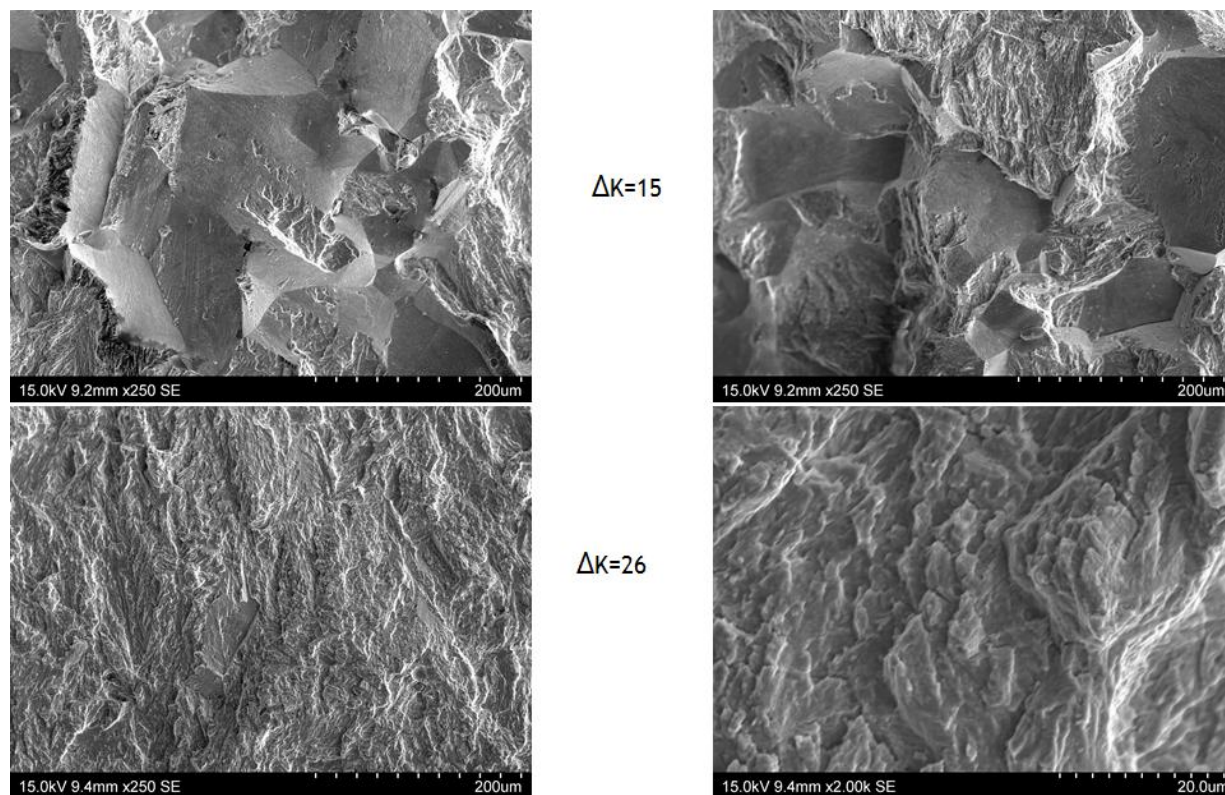


Figure 3.29: Faciès de rupture après essai de fatigue-propagation observés au MEB aux grossissements X250 et X2000 pour le matériau revenu à 620°C

De manière à mieux visualiser les écarts observés au niveau de la rupture intergranulaire, nous avons mesuré son taux à l'aide d'un logiciel d'analyse d'images, puis nous l'avons tracé, en fonction de ΔK , sur la Figure 3.30.

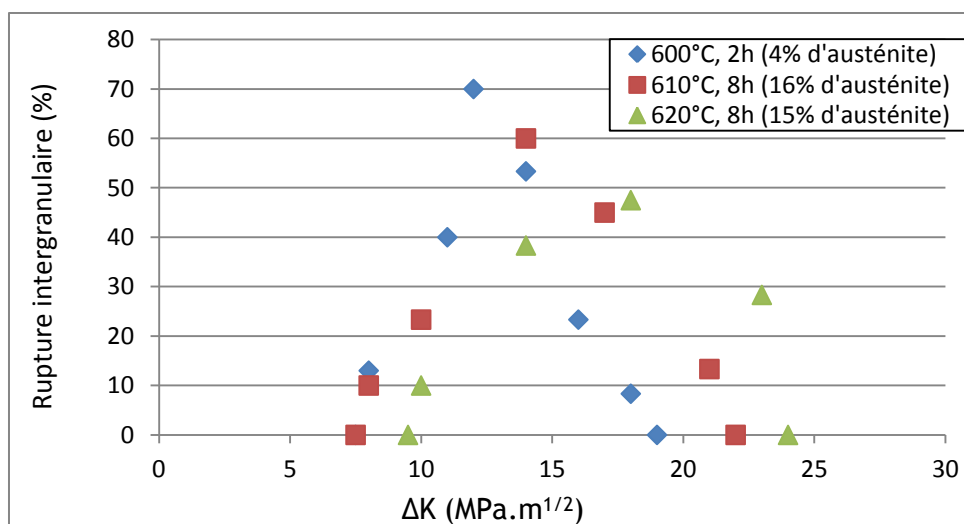


Figure 3.30: Taux de rupture intergranulaire en fonction du ΔK

En traçant le taux de rupture intergranulaire en fonction de la vitesse de propagation de la fissure (Figure 3.31), on remarque que les courbes sont beaucoup plus alignées. Cela indique que la rupture intergranulaire est fonction de la vitesse de propagation et non du ΔK .

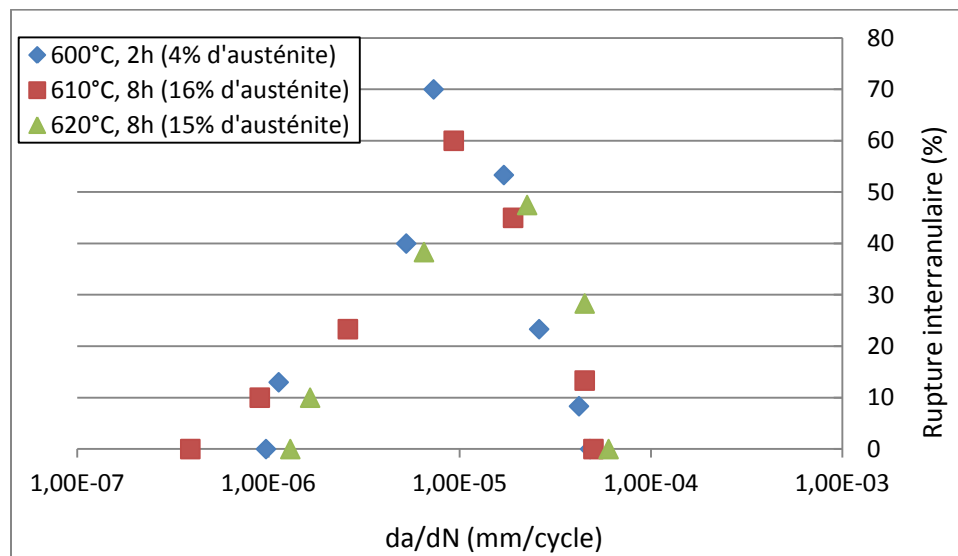


Figure 3.31: Taux de rupture intergranulaire en fonction de da/dN

Suite à cette observation, nous avons approfondi les investigations dans les régions de rupture intergranulaire. Nous avons pu observer, pour le matériau revenu à 600°C (Figure 3.32), des zones présentant des cavités. Ces cavités pourraient correspondre à la présence d'hydrogène dans le matériau, due au procédé d'obtention du matériau, qui est coulé [50]. Cependant, ces cavités n'ont pas été observées pour les températures de revenu de 610°C et 620°C, mais de très fins précipités sont présents dans les joints de grains (Figure 3.33 et Figure 3.34). Cependant, ces précipités étant trop fins, nous n'avons pas pu les analyser par EDX. Pour le matériau revenu à 600°C, nous avons également observé des zones riches en oxygène.

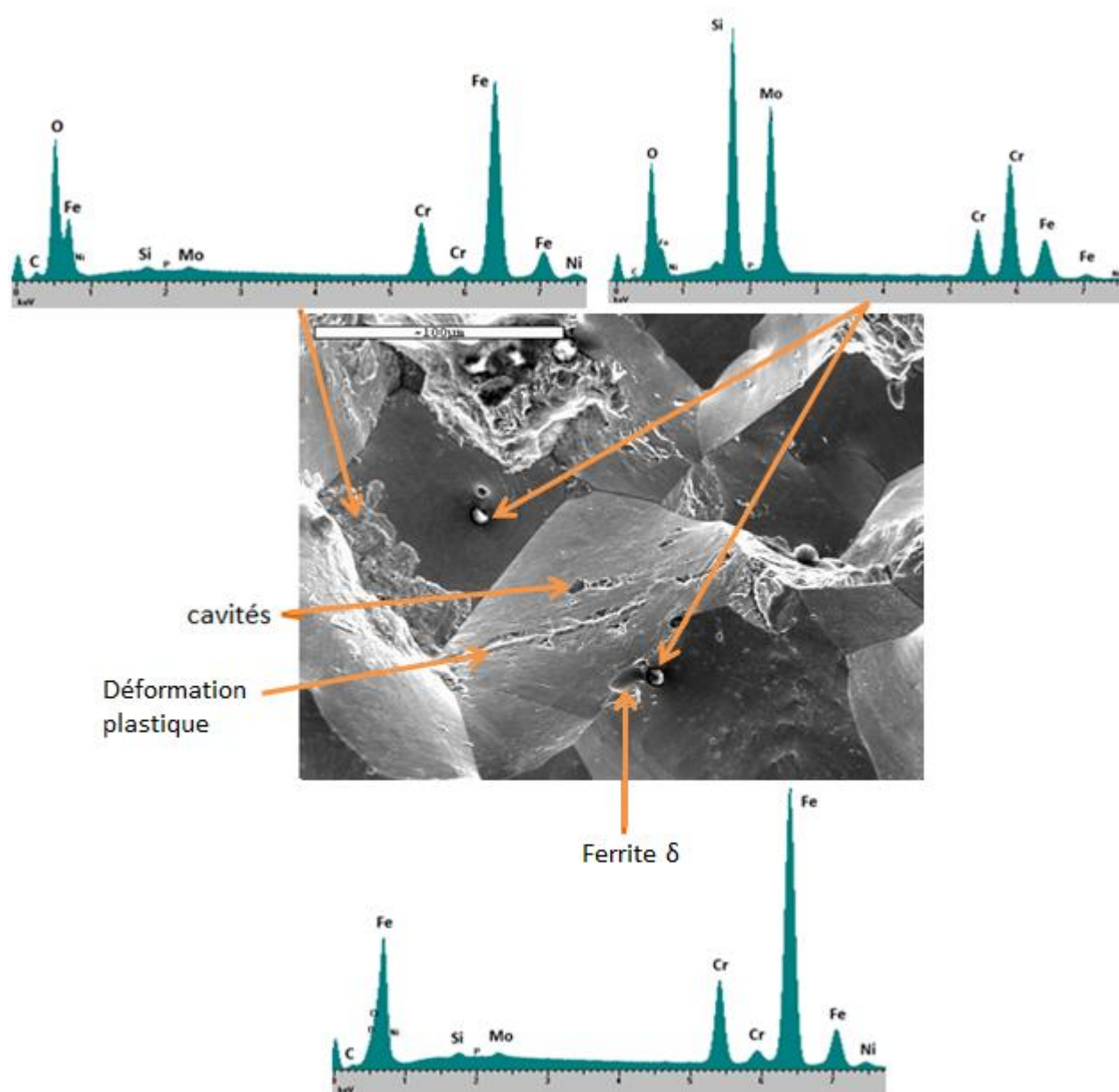


Figure 3.32: Analyse de la rupture intergranulaire du matériau revenu à 600°C/2h (x500)

D'autre part, des stries de fatigue ont pu être observées sur tous les faciès de rupture pour des ΔK supérieurs à $20 \text{ MPa.m}^{1/2}$, comme en témoigne la Figure 3.35. Ces stries illustrent la progression de la fissure à chaque cycle.

Suite à tous les résultats présentés dans cette partie, nous pouvons maintenant dégager de cette étude l'influence des différents paramètres mis en jeu sur la propagation des fissures de fatigues dans le CA6NM.

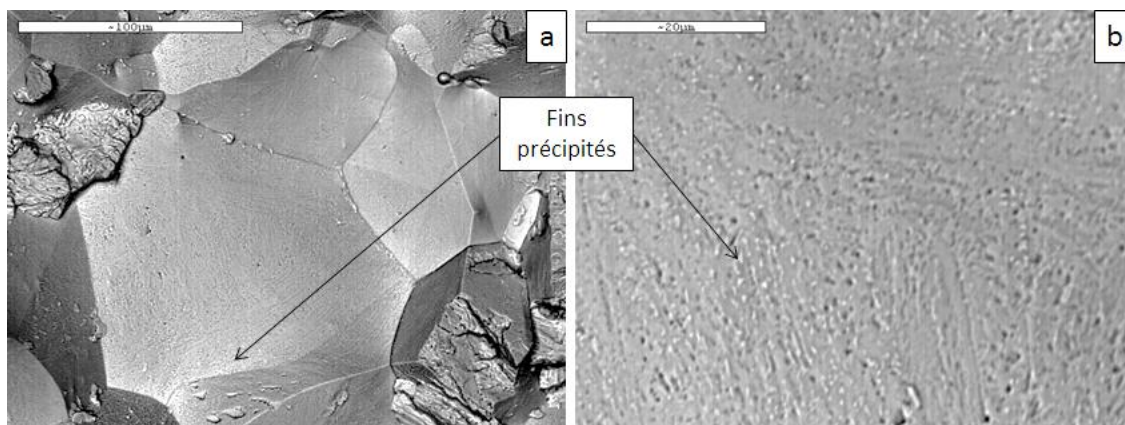


Figure 3.33: Précipités dans les joints de grains sur le faciès de rupture du matériau revenu à 610°C pendant 8h observés en électrons rétrodiffusés, a) x500, b) x2000

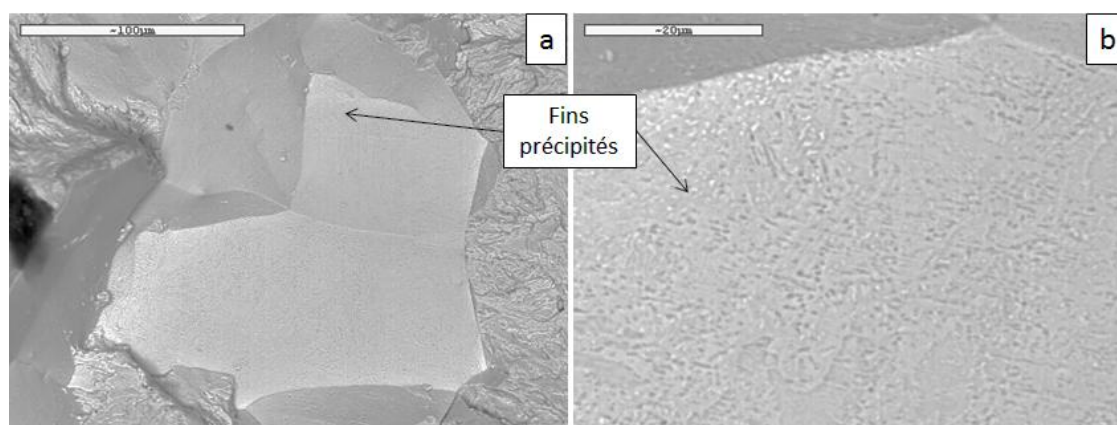


Figure 3.34: Précipités dans les joints de grains sur le faciès de rupture du matériau revenu à 620°C pendant 8h observés en électrons rétrodiffusés, a) x500, b) x2000

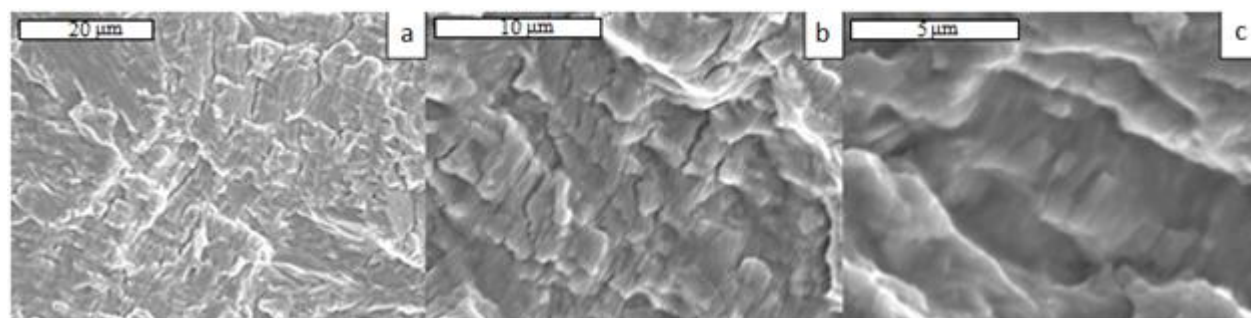


Figure 3.35: Stries de fatigue observées à haut ΔK ($\geq 20 \text{ MPa.m}^{1/2}$) au MEB pour différentes conditions de revenu, a) 600°C/2h (x2000), b) 610°C/8h (x5000), c) 620°C/8h (x10000)

CHAPITRE 4 DISCUSSION

Les températures de revenu étudiées ont été choisies grâce à des essais préliminaires, de manière à pouvoir isoler les effets des différents paramètres microstructuraux évoluant durant le revenu et pouvant avoir une influence sur le comportement en fatigue-propagation du CA6NM.

À la lumière des résultats obtenus, nous proposons, dans ce chapitre, des hypothèses pouvant expliquer les observations faites dans la section précédente. Nous essayerons ainsi d'établir des relations entre la résistance à la fatigue-propagation du CA6NM et le taux d'austénite reformée, le niveau de revenu de la martensite, et l'existence de la martensite fraîche.

4.1 Influence de l'austénite reformée

Le CA6NM est un matériau coulé qui, après austénitisation, se transforme principalement en martensite. Généralement, la microstructure est constituée, en plus de la martensite, de ferrite δ (en dessous de 2%) qui est conservée de la solidification, et d'austénite. Les températures de transformation du matériau ont été déterminées à partir d'un essai de dilatométrie réalisé sur le matériau tel que reçu [46]. Cet essai a été effectué à l'aide d'un appareil TMA Q400 de TA Instruments. Le taux de chauffage et de refroidissement utilisé a été de $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ sur une plage de températures allant de 21°C à 900°C . Les températures A_{c1} , A_{c3} , M_s et M_f obtenues sont données dans le Tableau 4.1.

Tableau 4.1: Températures A_{c1} et M_s du matériau étudié

A_{c1} ($^{\circ}\text{C}$)	A_{c3} ($^{\circ}\text{C}$)	M_s ($^{\circ}\text{C}$)	M_f ($^{\circ}\text{C}$)
602	780	311	40

Comme nous l'avons vu, le CA6NM ayant subi des revenus à 550°C et 600°C , ne contient quasiment pas d'austénite reformée, tandis que le matériau revenu à 610°C et 620°C en comporte une quantité significative (respectivement 16% et 15% en moyenne). Ainsi, en comparant les résultats obtenus pour ces différents échantillons, on peut espérer mettre en évidence l'influence du taux d'austénite reformée sur la résistance à la propagation de fissure dans le CA6NM.

Les essais de dureté nous ont montré que le taux d'austénite reformée ne semblait pas avoir d'influence directe sur la dureté du matériau. En effet, le fait que la dureté décroisse de manière

assez linéaire avec la température de revenu, malgré une variation importante du taux d'austénite reformée, indique que cette propriété y est peu sensible, bien que des observations contraires aient déjà été observées dans la littérature [25]. La réduction de la dureté en fonction de la température de revenu serait donc due à la l'adoucissement de la martensite. Cet adoucissement augmente avec la température et la durée du revenu et la formation d'austénite reformée. Cependant, il semblerait que la dureté, elle, joue un rôle sur la stabilité de l'austénite reformée. Cette influence sur la stabilité mécanique de l'austénite reformée sera étudiée plus profondément dans le paragraphe 4.2.

D'autre part, l'austénite reformée semble avoir une influence directe sur la propagation des fissures de fatigue dans le CA6NM.

Tableau 4.2: Récapitulatif des résultats expérimentaux

	γ_{ref} (%)	Dureté (HRC)	ΔK_{seuil} (MPa.m ^{1/2})	K_f/K_{max} à $\Delta K=7$ MPa.m ^{1/2}
550°C 2h	1 - 3,5	27	3,75	
600°C 2h	2,5 - 4,5	22	3,64	0,58
610°C 8h	12 - 17	20	4,40	0,65
620°C 8h	12,5 - 16,5	19	4,56	0,74

Tableau 4.3: Vitesses de propagation pour différents ΔK

		ΔK (MPa.m ^{1/2})			
		5	10	14	18
da/dN (mm/cycle)	550°C/2h	3.10^{-7}	4.10^{-6}	2.10^{-5}	$2,7.10^{-5}$
	600°C/2h	$1,5.10^{-7}$	$3,5.10^{-6}$	$1,5.10^{-5}$	$3,7.10^{-5}$
	610°C/8h	8.10^{-8}	$2,5.10^{-6}$	$9,5.10^{-6}$	$2,7.10^{-5}$
	620°C/8h	$5,5.10^{-8}$	$1,7.10^{-6}$	8.10^{-6}	$3,8.10^{-5}$

Le Tableau 4.2 et le Tableau 4.3 résument les principaux résultats obtenus grâce aux essais de fatigue-propagation, et nous ont permis d'établir nos hypothèses. Ces résultats indiquent une différence de comportement entre les différentes températures de revenu puisque pour des ΔK allant de 5 MPa.m^{1/2} à 14 MPa.m^{1/2}, la fissure se propage environ 2,5 fois plus vite pour le

matériau revenu à 550°C pendant 2h que pour celui à 620°C pendant 8h. Ces résultats selon lesquels la résistance à la propagation augmenterait avec la température de revenu sont en accord avec la comparaison des résultats vus dans la littérature, donnée dans le Tableau 1.3.

On observe également un écart du ΔK_{seuil} pour les températures de revenu de 610°C et 620°C par rapport aux températures de 550°C et 600°C. Le seuil étant très proche entre les températures de 550°C et 600°C, pour une même durée de revenu, il est logique de penser que ce serait effectivement l'austénite reformée qui aurait la plus grande influence sur le ΔK_{seuil} et non l'adoucissement de la martensite. Or, une étude récente [36] a montré que le ΔK_{seuil} influençait fortement la durée de vie des turbines hydrauliques, comme l'illustre la Figure 4.1. P_f indique la probabilité de rupture.

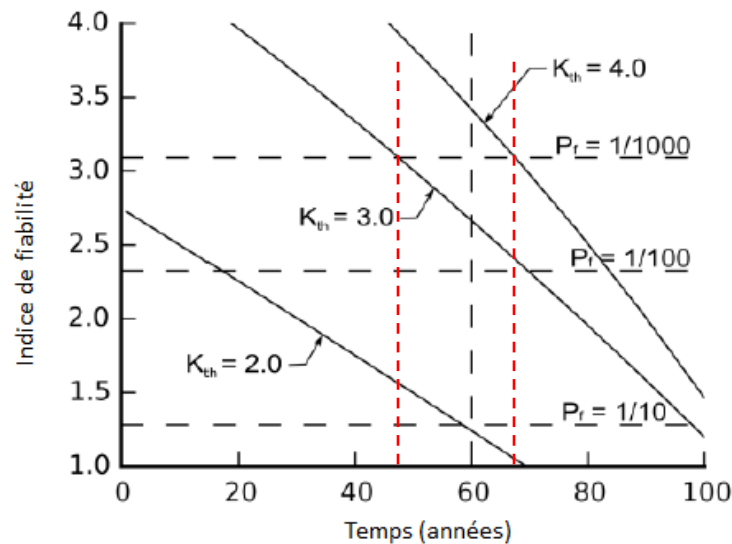


Figure 4.1: Évolution de l'indice de fiabilité des turbines hydrauliques en fonction du temps pour différents ΔK_{th} , inspiré de Thibault et al. [36]

Il apparaît que pour une probabilité de rupture de 1/1000, la durée de vie pour un ΔK_{seuil} de 3 MPa.m^{1/2} sera d'environ 47 ans, tandis que pour un ΔK_{seuil} de 4 MPa.m^{1/2}, elle sera de 67 ans, soit une différence de 20 ans. Ainsi, une augmentation du seuil de 1 MPa.m^{1/2} a une forte influence sur la durée de vie des turbines hydrauliques.

Comme nous l'avons suggéré dans la partie 3.5.3, il semblerait que la fermeture soit la principale cause de variation du ΔK_{seuil} et que des mécanismes de fermeture autres que celui de la fermeture induite par la plasticité soient mis en jeu, tels que des mécanismes de fermeture induite par l'effet

TRIP, ou par la rugosité. Cependant, nous avons vu sur les faciès de rupture que pour des ΔK compris entre le seuil et $8 \text{ MPa.m}^{1/2}$, la rugosité était faible alors que le niveau de fermeture augmentait. La fermeture ne semble donc pas principalement due à la rugosité. De plus, la différence de fermeture ne semble pas plus grande entre les matériaux revenus à 610°C et 620°C pendant une même durée de 8h qu'entre les matériaux revenus à 600°C et 610°C alors que la différence de température est la même mais que la durée de revenu est bien différente entre ces deux matériaux. On serait alors amené à penser que la fermeture pourrait être en grande partie induite par l'effet TRIP. De plus, le fait que la fermeture jouerait un rôle majeur sur la différence de comportement en fatigue du matériau, comme le suggère la représentation de la vitesse de propagation en fonction de ΔK_{eff} (Figure 3.14), laisse supposer que l'absorption d'énergie de transformation par effet TRIP n'a qu'une influence mineure.

On remarque également, dans le Tableau 4.2, que la vitesse de propagation de fissure du matériau revenu à 620°C est légèrement plus faible que celle du matériau revenu à 610°C pour un même ΔK , bien qu'il contienne autant d'austénite reformée. Il en est de même pour son ΔK_{seuil} . Ce phénomène s'explique lorsque l'on examine le taux de fermeture de chaque matériau. Il a été observé que le niveau de fermeture du matériau revenu à 620°C était plus élevé que celui du matériau revenu à 610°C (Tableau 3.7). La diminution de l'effet de fermeture du matériau revenu à 610°C par rapport à celui revenu à 620°C pourrait s'expliquer par l'hypothèse d'une plus faible stabilité mécanique, présentée dans le paragraphe 4.2. L'austénite reformée pour ce traitement thermique se transformerait ainsi plus loin du fond de fissure. Les contraintes internes de compression alors induites auraient le temps de se relâcher sous le chargement cyclique que subit l'éprouvette et auraient moins d'impact.

Au niveau des faciès de rupture, nous avons également pu observer une diminution du taux maximal de rupture intergranulaire pour les matériaux contenant plus d'austénite. Ceci pourrait s'expliquer par le fait que l'austénite, qui se situe majoritairement entre les lattes de martensite, pourrait permettre d'absorber les impuretés telles que le soufre et l'hydrogène [12], ce qui réduirait leur concentration au niveau des joints de grains et donc la probabilité de rupture intergranulaire. La diffusion de ces impuretés vers la martensite augmenterait avec la température de revenu, ce qui expliquerait que le matériau revenu à 620°C présente moins de rupture intergranulaire, que le matériau revenu à 600°C . Cette diminution de la rupture intergranulaire est

accompagnée par une diminution de la vitesse de propagation puisque celle-ci est inférieure pour le matériau revenu à 620°C que pour celui revenu à 600°C.

Cette étude a ainsi montré que l'austénite reformée avait un effet non négligeable sur la résistance en fatigue du CA6NM. Cependant, nous avons également vu que son effet était intimement lié à sa stabilité mécanique, elle-même fonction de la dureté de la matrice martensitique et donc de l'adoucissement de la martensite.

4.2 Influence de l'adoucissement de la martensite

L'adoucissement de la martensite agit sur plusieurs propriétés du matériau.

Dans un premier temps, les essais de dureté nous ont montré, comme on pouvait s'y attendre, que grâce à l'adoucissement de la martensite, la température de revenu a un impact direct sur la dureté du matériau. De même, la température et la durée de revenu agissent sur la résistance à la traction. On retrouve bien le fait qu'un matériau moins revenu, et donc plus dur, aura une limite d'élasticité plus élevée, une contrainte maximale avant rupture plus élevée et un allongement à la rupture plus faible. Nous avons également remarqué, que pour le matériau revenu à 620°C, la limite d'élasticité pouvait se rapprocher fortement de la limite inférieure des tolérances de la norme ASTM A743. Les résultats obtenus sont résumés dans le Tableau 4.4.

Tableau 4.4: Résultats des essais de traction

	600°C (2h)	610°C (8h)	620°C (8h)	550°C (2h) [46]
Re (MPa)	701	596	552	830
Rm (MPa)	819	777	767	889
Allongement à la rupture (%)	21,1	21,6	20,8	17
Coefficient de striction (%)	69	70	71	

D'autre part, on observe que, bien que la durée de revenu soit la même et que l'écart de température de revenu ne soit que de 10°C, la limite d'élasticité aux températures de revenu de 610°C et 620°C présente un écart de 44 MPa (environ 7,6%), tandis que la contrainte maximale avant rupture ne présente une différence que de 10 MPa (environ 1,3%). Cela nous amène à émettre l'hypothèse que la stabilité mécanique de l'austénite reformée présente pour les deux

températures de revenu pourrait amplifier légèrement l'écart de comportement entre les températures de 610°C et 620°C. En raison du fait que les températures étudiées sont proches de la température A_{c1} (de 602°C), l'austénite reformée se forme principalement entre les lattes de martensite [27]. La dureté, et donc le revenu, de la matrice martensitique avoisinante pourrait ainsi influencer les efforts transmis aux particules d'austénite reformée [14] et donc, leur capacité à se transformer en martensite fraîche par effet TRIP. En effet, la dureté de la matrice avoisinante et la géométrie des particules d'austénite reformée seraient les principaux facteurs déterminant la stabilité mécanique de l'austénite de réversion [25]. Ainsi, une matrice martensitique plus dure transmettrait plus directement les efforts aux particules d'austénite reformée et diminuerait sa stabilité mécanique, tandis qu'une matrice moins dure augmenterait sa stabilité mécanique [38]. La transformation interviendrait alors à plus faible contrainte dans le matériau revenu à 610°C, dans la partie élastique de la courbe de traction, augmentant l'écart de limite d'élasticité. La transformation interviendrait plutôt dans la partie plastique, à contrainte plus élevée, pour le matériau revenu à 620°C, dont l'austénite reformée serait plus stable, augmentant ainsi sa contrainte maximale avant rupture. De plus, les résultats des essais oligocycliques que l'on peut trouver dans la littérature pour le CA6NM [1, 25] montrent que, lors de ces essais, l'austénite de réversion est en grande partie transformée dès le premier cycle et que son taux de transformation lors de ce cycle dépend de sa stabilité mécanique. Ce phénomène soutiendrait notre hypothèse.

Cette hypothèse de l'influence de l'adoucissement de la martensite sur la stabilité de l'austénite reformée pourrait par ailleurs expliquer le fait que, pour une même quantité d'austénite de réversion, la vitesse de propagation serait légèrement plus rapide pour le matériau revenu à 610°C que pour celui revenu à 620°C.

L'adoucissement de la martensite aurait donc un effet direct sur la dureté et la résistance à la traction mais pourrait également avoir un effet sur la propagation des fissures, notamment à travers la stabilité mécanique de l'austénite reformée.

4.3 Influence de la martensite fraîche

Dans le cadre de ce projet, nous avons choisi des températures de revenu permises par la norme ASTM A743. La température maximale adoptée a donc été de 620°C. Les résultats des mesures du taux d'austénite reformée dans les échantillons, présentés dans le tableau 2.3, indiquent qu'il y

a en moyenne 16% d'austénite reformée dans le matériau revenu à 610°C et 15% dans le matériau revenu à 620°C. Théoriquement, il pourrait donc y avoir un faible pourcentage de martensite fraîche formée à cause de l'instabilité thermique de l'austénite reformée, puisque la température de 620°C serait située après le maximum d'austénite reformée. Cependant, la faible différence de taux d'austénite reformée et l'erreur sur les mesures par diffraction des rayons X ne nous permettent pas d'affirmer cela. De plus, les divers résultats ne laissent pas paraître de comportement qui pourrait être lié à la présence de cette martensite fraîche. Cette étude ne permet donc pas de conclure sur ce point. Pour cela, il serait nécessaire d'étudier des conditions de revenu qui seraient hors norme.

En outre, nous avons constaté, dans l'analyse fractographique, une certaine proportion de rupture intergranulaire pour chaque condition de revenu. La Figure 3.30 a montré que le taux de rupture intergranulaire en fonction du ΔK suit une fonction en forme de « cloche ».

Ce phénomène de présence de rupture intergranulaire à des ΔK intermédiaires puis de sa disparition à des ΔK plus élevés ont déjà été observés dans la littérature sur différents types d'acier [6, 51, 52]. Une des explications de ce phénomène est que la rupture intergranulaire apparaît lorsque la taille de la zone plastique est proche de la taille moyenne des grains. La taille de la zone plastique en déformation plane cyclique $r_{y,c}$ se calcule à partir de l'équation (10) où σ_y est la limite d'élasticité du matériau.

$$r_{y,c} = (1/3\pi)(\Delta K/2\sigma_y)^2 \quad (10)$$

Les résultats du calcul de taille de zone plastique sont donnés dans le Tableau 4.5 pour différents ΔK .

Dans notre cas, il ne semble pas y avoir de corrélation entre la taille de la zone plastique cyclique et la taille moyenne des grains de la phase mère austénitique, pour le domaine de ΔK compris entre 8 MPa.m^{1/2} et 16 MPa.m^{1/2} (Figure 3.22), où la rupture est intergranulaire. Rappelons que la taille moyenne des grains mesurée est de 100 µm.

Cette absence de corrélation a été mentionnée plusieurs fois dans la littérature [6, 53, 54].

Tableau 4.5: Calculs de la taille de zone plastique pour différents ΔK

ΔK (MPa.m ^{1/2})	$r_{y,c}$ (600°C) (μm)	$r_{y,c}$ (620°C) (μm)	γ_{ref} après essai (%)
5	1,35	2,36	2
8	3,46	6,04	1,5
14	10,61	18,5	1,7
20	21,65	37,77	1,9
25	33,83	59,02	1,6

Une autre cause de la présence de rupture intergranulaire pourrait être la fragilisation par l'hydrogène [55, 56]. Cependant, les essais ont été réalisés à l'air, même si l'humidité du laboratoire a pu atteindre 53%. Une autre hypothèse serait que l'hydrogène aurait été déjà présent dans le matériau et aurait ainsi fragilisé le fond de fissure. En effet, les cavités observées au niveau des joints de grains dans la zone de rupture intergranulaire du matériau revenu à 600°C au microscope électronique à balayage nous laissent penser qu'elles pourraient être dues à la présence d'hydrogène dans la pièce à cause du procédé de fonderie. À ΔK moyen, cet hydrogène serait activé et la fragilisation aurait lieu. À plus haut ΔK , la fissure se propage tellement vite que la diffusion de l'hydrogène n'aurait pas le temps de s'effectuer en fond de fissure et donc le taux de rupture intergranulaire diminuerait. À faible ΔK , l'énergie de déformation ne serait pas assez grande pour activer l'hydrogène en fond de fissure.

La valeur maximale ainsi que la position du maximum de cette courbe (Figure 3.30) varient pour les trois températures de revenu étudiées. Les images prises au MEB indiquent que pour le matériau revenu à 600°C, la rupture intergranulaire pourrait être due à la présence d'hydrogène dans le matériau. Le taux de rupture intergranulaire est plus faible pour le matériau revenu à 610°C et 620°C et on n'observe pas cette présence d'hydrogène au niveau des joints de grain. Deux hypothèses pourraient expliquer cela. D'une part, la présence d'austénite reformée entre les lattes de martensite pourrait absorber les impuretés [12], et ainsi diminuer leur concentration aux joints de grains. D'autre part, l'austénite reformée se transformerait en martensite fraîche, et donc fragile. La fissure suivrait donc préférentiellement cette martensite fragile située entre les lattes de martensite, plutôt que les joints de grains.

Cependant, étant donné que l'on n'observe pas de variation du taux de propagation sur une même courbe dans la plage de ΔK où la rupture intergranulaire est observée, nous sommes amenés à penser que la rupture intergranulaire n'influence pas significativement la propagation des fissures. Il se pourrait que l'augmentation de la rugosité, due à la rupture intergranulaire, soit à l'origine du palier de fermeture observé dans cette plage de ΔK , qui compenserait l'effet de la fragilisation. En effet, comme le montre la Figure 4.2, qui rassemble le taux de rupture intergranulaire et le niveau de fermeture en fonction du ΔK , on peut voir une certaine correspondance entre les paliers de fermeture et le taux de rupture intergranulaire. Ainsi, les paliers de fermeture apparaîtraient lorsque le taux de rupture intergranulaire atteint environ 35%. La fragilisation serait donc compensée par une augmentation de la fermeture, annulant l'effet de la rupture intergranulaire sur la vitesse de propagation. Le fait qu'une rupture intergranulaire n'influence pas la vitesse de propagation des fissures par fatigue dans les aciers a été observé dans d'autres études [1, 57].

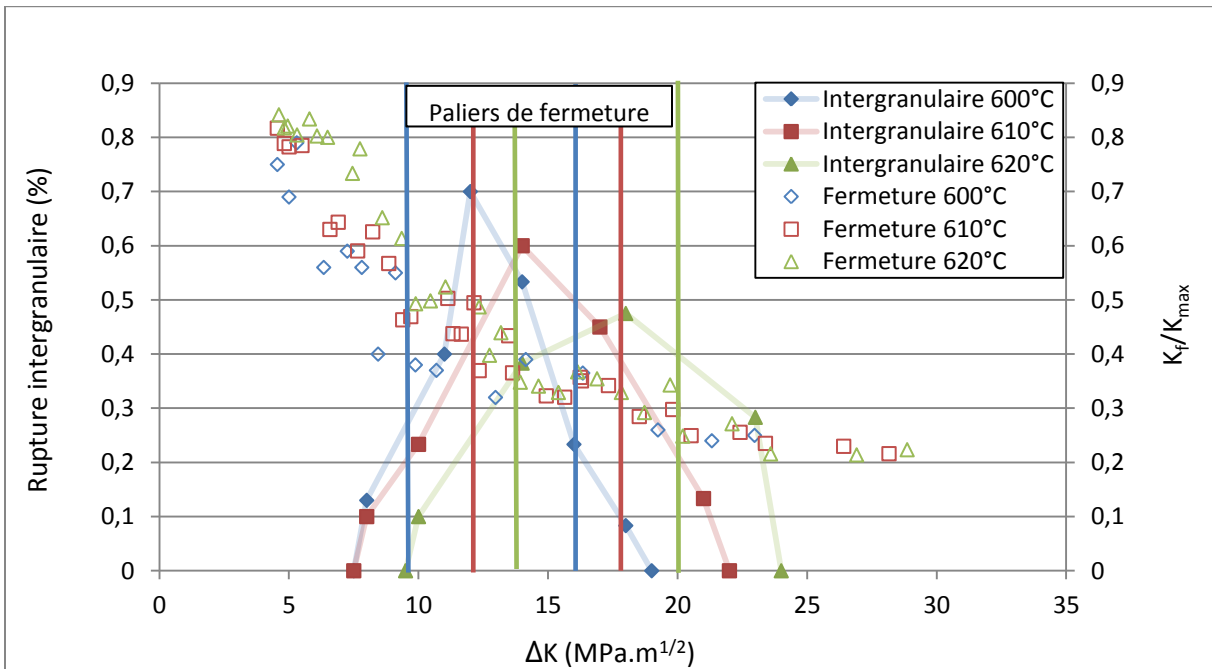


Figure 4.2: Rupture intergranulaire et fermeture en fonction de ΔK

CONCLUSION

La température de revenu, à travers différents facteurs, influence la résistance en fatigue du CA6NM. Dans le cadre de cette étude, nous avons vu que les facteurs prépondérants étaient l'effet de fermeture, provoqué par les contraintes internes de fermeture induites par la transformation de l'austénite reformée à travers l'effet TRIP et l'adoucissement de la martensite, qui a non seulement un impact direct sur certaines propriétés mécaniques mais joue également un rôle important en influençant indirectement la stabilité mécanique de l'austénite reformée. De plus, l'énergie absorbée par la transformation de phase ne semble jouer qu'un rôle secondaire sur la fatigue propagation.

Conclusions principales

Les principales conclusions tirées à partir de ces travaux sont :

1. **L'austénite reformée a une influence sur le comportement en fatigue-propagation du CA6NM.** Dans cette étude, nous avons observé une augmentation du seuil et une réduction de la vitesse de propagation pour les températures de revenu permettant la formation d'austénite reformée. Ces différences de comportement en fatigue semblent principalement dues à une augmentation du taux de fermeture qui serait causée par l'induction de contraintes internes de compression par effet TRIP.
2. **La stabilité de l'austénite reformée semble jouer un rôle sur la propagation des fissures de fatigue.** Nous avons observé que la résistance à la propagation et la fermeture étaient légèrement plus importantes pour le matériau revenu à 620°C que pour celui revenu à 610°C alors que le taux d'austénite reformée est quasiment identique. Ceci nous a amené à penser qu'une austénite reformée supposée plus stable aurait contribué à augmenter la résistance à la propagation. Comme une austénite moins stable se transformerait plus loin du fond de fissure, il est logique de penser que les contraintes de compression générées seraient alors plus susceptibles de se relâcher sous l'effet de la contrainte cyclique subie par le matériau avant que la fissure n'arrive dans cette zone, diminuant alors les effets de fermeture. Au contraire une austénite plus stable générerait plus de fermeture car les contraintes de compression seraient plus importantes. Cette variation de stabilité mécanique pourrait

s'expliquer par la différence de dureté de la matrice martensitique entourant les zones de formation d'austénite reformée.

3. **Le revenu de la martensite semble jouer un léger rôle sur la vitesse de propagation des fissures.** Dans cette étude, deux températures de revenu différentes, 550°C et 600°C, et ne générant pas d'austénite reformée, ont montré une légère différence de comportement, bien que le seuil soit similaire. Cela laisse donc penser que l'adoucissement de la martensite influence la propagation des fissures de fatigue. Le revenu de la martensite, et notamment sa dureté, influencerait également la stabilité de l'austénite reformée. Une matrice martensitique moins revenue, et donc plus dure, transmettrait des efforts plus directement à l'austénite reformée, facilitant sa transformation par effet TRIP.
4. **L'énergie de transformation de phase et la présence de martensite fraîche, provoquées par l'effet TRIP, ne joueraient pas un rôle prédominant dans la vitesse de propagation des fissures.** Dans cette étude, les résultats aux essais de fatigue-propagation ont montré que l'effet de fermeture jouait un rôle prédominant sur l'absorption d'énergie par transformation de phase. En « filtrant » l'effet de fermeture grâce au ΔK_{eff} , nous avons constaté que le comportement des matériaux, revenus à différentes températures, et certains contenant de l'austénite reformée et d'autres non, était très proche, même à faibles ΔK . Ainsi, l'absorption d'énergie de transformation de phase jouerait un rôle négligeable. De plus, la martensite fraîche qui pourrait s'être formée en avant de la fissure pour le matériau revenu à 610°C a pu jouer un rôle sur le taux de rupture intergranulaire du matériau, mais ne semble pas influencer la vitesse de propagation.

Remarques supplémentaires

Au cours de cette étude, nous avons pu voir qu'une augmentation du seuil peut aboutir à une augmentation significative de la durée de vie des turbines. Une récente étude a montré qu'une augmentation du seuil de propagation de $1 \text{ MPa.m}^{1/2}$ pourrait allonger la durée de vie des turbines hydrauliques de plusieurs années [36]. Une telle conséquence pourrait aboutir à une modification de la conception des pièces de turbines hydrauliques.

En marge de la mise en évidence de l'influence des différents facteurs mis en jeu sur le comportement en fatigue-propagation du CA6NM, cette étude a montré l'influence qu'avait la température de revenu sur la dureté et sur la résistance à la traction. Ainsi, nous avons pu voir

qu'un revenu à température plus élevée pouvait aboutir à la présence d'une austénite reformée stable, pouvant augmenter significativement la résistance en fatigue-propagation du matériau. Cependant, cette condition de revenu peut également diminuer la limite d'élasticité du matériau. Pour répondre à la question qui est à l'origine de cette étude, *oui, une température de revenu mieux adaptée peut améliorer la résistance à la propagation des fissures de fatigue dans le CA6NM*. Il est toutefois important de garder à l'esprit toutes les caractéristiques que l'on souhaite conférer au matériau car la température de revenu influence aussi la limite d'élasticité, la dureté du matériau et potentiellement la ténacité, qui est une propriété importante pour la conception des roues.

Recommandations de travaux futurs

Certaines pistes pourraient être intéressantes à investiguer afin d'élargir les connaissances sur les effets de la température de revenu. Des essais de fatigue-propagation pourraient être effectués sur des éprouvettes revenues à une température supérieure à 620°C. Bien que hors normes, de tels essais pourraient mettre en évidence l'effet de la martensite fraîche créée par les limites de la stabilité thermique de l'austénite reformée. De plus, à plus haute température, de l'austénite reformée pourrait se former à l'intérieur des lattes de martensite et non entre celles-ci. Ceci pourrait être intéressant puisqu'alors, une augmentation de la dureté de la matrice martensitique pourrait « protéger » l'austénite reformée présente à l'intérieur des lattes et donc augmenter sa stabilité mécanique. Le matériau pourrait ainsi disposer d'une austénite reformée interlattes moins stable et d'une austénite reformée intralattes plus stable, tirant ainsi des bénéfices sur plusieurs propriétés. Dans le même esprit, l'influence d'un double revenu pourrait être étudiée.

De plus, le mécanisme le plus influent sur la propagation des fissures semble être la fermeture. Il serait donc intéressant d'effectuer des essais de fatigue-propagation à des rapports de charges plus élevés, par exemple à $R=0,7$.

En outre, des mesures d'austénite reformée à différents stades d'un essai de traction sur un matériau revenu à différentes températures susceptibles de former de l'austénite plus ou moins stable permettraient de mettre en évidence l'efficacité de l'effet TRIP et l'influence de la stabilité de l'austénite de réversion.

Pour finir, une étude de l'influence de la durée du revenu pourrait apporter de nouvelles pistes puisque cela pourrait aboutir à un plus grand taux d'austénite reformée mais à une plus faible

stabilité mécanique de celle-ci. Il serait alors possible de voir lequel de ces deux paramètres est le plus influent.

RÉFÉRENCES

- [1] D. Thibault et al., "Reformed austenite transformation during fatigue crack propagation of 13%Cr-4%Ni stainless steel," vol. 528, n^o. 21, p. 6519-6526, 2011.
- [2] A. S. M. I. H. Committee, "ASM Handbook, Volume 06 - Welding, Brazing, and Soldering," éd: ASM International, 1993.
- [3] *ASTM International A743/A743M-13a, Standard Specification for Castings, Iron-Chromium, Iron-Chromium-Nickel, Corrosion Resistant, for General Application*, 2013.
- [4] E. Braud, "Rapport de stage élève-ingénieur: Effet de la teneur en carbone sur la résistance du CA6NM à la propagation des fissures de fatigue," 2013.
- [5] J.-P. Baïlon et al., *Des Matériaux*, 3^e éd. Montréal: Presses internationales Polytechnique, 2000.
- [6] A. Trudel et al., "Microstructural effects on the fatigue crack growth resistance of a stainless steel CA6NM welds," vol. 112, 2013.
- [7] N. E. Dowling et al., *Mechanical behavior of materials: engineering methods for deformation, fracture, and fatigue*, 4^e éd. Blacksburg: prentice Hall Upper Saddle River NJ, 1999.
- [8] M. Brochu, "Comportement en fatigue de l'aluminium 357 coulé par gravité et rhéocoulé," École Polytechnique de Montréal, 2010.
- [9] A. Rajasekhar et al., "Influence of austenitizing temperature on microstructure and mechanical properties of AISI 431 martensitic stainless steel electron beam welds," vol. 30, n^o. 5, p. 1612-1624, 2009.
- [10] D. A. Porter et K. E. Easterling, *Phase transformations in metals and alloys*: CRC press, 1992.
- [11] K.P.Cooper et H. N. J. III, "Phase transformation-induced grain refinement in rapidly solidified ultra-high-carbon steels," vol. 33A, p. 2789-2799, September 2002 2002.
- [12] P. D. Bilmes et al., "Characteristics and effects of austenite resulting from tempering of 13Cr–NiMo martensitic steel weld metals," vol. 46, n^o. 4, p. 285-296, 2001.

- [13] P. Robichaud, "Stabilité de l'austénite résiduelle de l'acier inoxydable 415 soumis à la fatigue oligocyclique," École de technologie supérieure, 2007.
- [14] Y. Song et al., "Formation of the reversed austenite during intercritical tempering in a Fe–13% Cr–4% Ni–Mo martensitic stainless steel," vol. 64, n^o. 13, p. 1411-1414, 2010.
- [15] L. Liu et al., "Effect of retained austenite on austenite memory of a 13% Cr–5% Ni martensitic steel," vol. 577, p. S654-S660, 2013.
- [16] Y. Iwabuchi, "Factors affecting on mechanical properties of soft martensitic stainless steel castings," vol. 46, n^o. 3, p. 441-446, 2003.
- [17] G. N. Haidemenopoulos, "Dispersed-phase transformation toughening in ultrahigh-strength steels," Massachusetts Institute of Technology, 1988.
- [18] P. Bilmes et al., "Toughness and microstructure of 13Cr4NiMo high-strength steel welds," J. of Materi Eng and Perform, vol. 9, n^o. 6, p. 609-615, 2000/12/01 2000.
- [19] P. Bristiel, "Modélisation magnétothermique, métallurgique et mécanique de la trempe superficielle après chauffage par induction appliquée aux vilebrequins," Arts et Métiers ParisTech, 2001.
- [20] *ASTM International E647-13a, Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates*, 2013.
- [21] W. J. P. Casas et al., "Fracture toughness of CA6NM alloy, quenched and tempered, and of its welded joint without PWHT," vol. 23, n^o. 3, p. 166-172, 2009.
- [22] J. Chen, "Fracture toughness of 13Cr4NiMo high-strength steels used in hydraulic turbine runners," vol. 1, n^o. 2013, p. 702-711, 2013.
- [23] J. Lantaigne et al. The characteristics of the steels used in hydraulic turbine runners, [En ligne].
- [24] A. Trudel, "Étude expérimentale de la propagation de fissures de fatigue dans la zone affectée thermiquement de joints soudés de roues de turbines hydrauliques," École Polytechnique de Montréal, 2013.

- [25] S. Godin, "Effet d'un enrichissement en nickel sur la stabilité mécanique de l'austénite de réversion lorsque soumise à de la fatigue oligocyclique," École de Technologie Supérieure, 2014.
- [26] R. W. Hertzberg, *Deformation and fracture mechanics of engineering materials* vol. 89: Wiley New York, 1996.
- [27] M. Eskandari et al., "An investigation into the mechanical behavior of a new transformation-twinning induced plasticity steel," vol. 39, n°. 0, p. 279-284, 2012.
- [28] X. Cheng et al., "Fatigue crack growth in TRIP steel under positive R -ratios," vol. 75, n°. 3, p. 739-749, 2008.
- [29] J. Ramirez, "Weldability evaluation of supermartensitic stainless pipe steels," vol. 86, n°. 5, p. 125s-134s, 2007.
- [30] "Dilatométrie," dans *Techniques de l'ingénieur* [En ligne], 1981.
- [31] E. Folkhard et al., *Welding metallurgy of stainless steels*, 2^e éd. vol. 98. Kapfenberg: Springer-Verlag New York, 1988.
- [32] T. Poirié, "Influence de l'effet TRIP sur la propagation de fissure dans les aciers inoxydables martensitiques," Revue de littérature, Génie métallurgique, École Polytechnique de Montréal, 2013.
- [33] I. Tamura, "Deformation-induced martensitic transformation and transformation-induced plasticity in steels," vol. 16, n°. 5, p. 245-253, 1982.
- [34] W. Z. Zhuang et G. R. Halford, "Investigation of residual stress relaxation under cyclic load," vol. 23, Supplement 1, n°. 0, p. 31-37, // 2001.
- [35] B. Fultz et J. Morris, "The mechanical stability of precipitated austenite in 9Ni steel," vol. 16, n°. 12, p. 2251-2256, 1985.
- [36] D. Thibault, "Bridging the gap between metallurgy and fatigue reliability of hydraulic turbine runners," 2014.
- [37] P. Jacques et al., "On the influence of interactions between phases on the mechanical stability of retained austenite in transformation-induced plasticity multiphase steels," vol. 32, n°. 11, p. 2759-2768, 2001.

- [38] I. Tsukatani et al., "Effects of Silicon and Manganese Addition on Mechanical Properties of High-strength Hot-rolled Sheet Steel Containing Retained Austenite," vol. 31, n°. 9, p. 992-1000, 1991.
- [39] I. Souki et al., "Influence of heat treatment on the fracture toughness and crack propagation in 5% Cr martensitic steel," vol. 10, n°. 0, p. 631-637, 2011.
- [40] M. Brochu et al., "High cycle fatigue strength of permanent mold and rheocast aluminum 357 alloy," vol. 32, n°. 8, p. 1233-1242, 2010.
- [41] S. Robertson et al., "Mechanical fatigue and fracture of Nitinol," vol. 57, n°. 1, p. 1-37, 2012.
- [42] M. Janssen et X. Cheng, "Fatigue Crack Growth Rate, Crack Paths and Microstructure Changes in TRIP Steel."
- [43] *ASTM International E112-12, Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*, 2012.
- [44] *ASTM International E18-14, Standard Test Methods for Rockwell Hardness of Metallic Materials* 2014.
- [45] *ASTM International E8/E8M-13a, Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials*, 2013.
- [46] A. Akhiate, "Effet de la teneur en carbone sur la résistance du CA6NM à la propagation des fissures de fatigue," École Polytechnique de Montréal, Montréal, En cours de rédaction.
- [47] C. Escaich, "Effet des inclusions et des précipités sur les propriétés mécaniques d'un CA-6NM," École Polytechnique de Montréal, 2014.
- [48] D. L. Davidson, "Plasticity induced fatigue crack closure," vol. 982, p. 44-61, 1988.
- [49] A. J. McEvily, "On crack closure in fatigue crack growth," vol. 982, p. 35-43, 1988.
- [50] J.-M. Masson, *Fonderie Moulage L'acier: Cas Pratiques*: Ed. Techniques Ingénieur, 2005.

- [51] K. S. Ravichandran et al., "Some considerations on the occurrence of intergranular fracture during fatigue crack growth in steels," vol. 83, n^o. 1, p. L11-L16, 1986.
- [52] M.-L. Zhu et F.-Z. Xuan, "Effect of microstructure on appearance of near-threshold fatigue fracture in Cr–Mo–V steel," vol. 159, n^o. 2, p. 111-120, 2009.
- [53] J. Frandsen et H. Marcus, "The correlation between grain size and plastic zone size for environmental hydrogen assisted fatigue crack propagation," vol. 9, n^o. 10, p. 1089-1094, 1975.
- [54] G. Clark, "Fatigue at low growth rates in a maraging steel," vol. 9, n^o. 2, p. 131-142, 1986.
- [55] R. O. Ritchie, "Effects of strength and grain size on near-threshold fatigue crack growth in ultra-high strength steel," 2010.
- [56] R. Cooke et al., "The slow fatigue crack growth and threshold behaviour of a medium carbon alloy steel in air and vacuum," vol. 7, n^o. 1, p. 69-77, 1975.
- [57] A. Macadre et al., "Effects of hydrogen pressure and test frequency on fatigue crack growth properties of Ni–Cr–Mo steel candidate for a storage cylinder of a 70MPa hydrogen filling station," vol. 78, n^o. 18, p. 3196-3211, 2011.

ANNEXE 2 – Éprouvettes CT

