UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

EFFET DE LA TENEUR EN CARBONE SUR LA RÉSISTANCE DU CA6NM À LA PROPAGATION DES FISSURES DE FATIGUE

AZIZ AKHIATE

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 2015

© Aziz Akhiate, 2015.

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé :

EFFET DE LA TENEUR EN CARBONE SUR LA RÉSISTANCE DU CA6NM À LA PROPAGATION DES FISSURES DE FATIGUE

présenté par : AKHIATE Aziz

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

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

M. BOUKHILI Rachid, Doctorat, président

M. TURENNE Sylvain. , Ph. D., membre et directeur de recherche

M. THERRIAULT Daniel, Ph. D., membre

REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé au sein du département de Mécanique de l'École Polytechnique de Montréal ainsi que le laboratoire de l'institut de recherche d'Hydro-Québec.

Ma gratitude et ma reconnaissance s'adressent tout d'abord à tout le personnel de Polytechnique qui a contribué de près ou de loin par son enthousiasme, et son goût passionné pour la recherche scientifique, ainsi que pour les conseils et la confiance qu'il m'a accordée tout au long de cette maitrise. Je remercie particulièrement les techniciens suivant : Josée Laviolette, Isabelle Nowlan et Bénédict Besner.

J'adresse mes sincères remerciements à tous les membres de l'institut de recherche d'Hydro-Québec qui m'ont accepté au sein de leur laboratoire et assuré la partie expérimentale de cette maitrise. Leurs discussions m'ont été indispensables et j'en suis extrêmement reconnaissant.

Je veux également remercier l'ensemble des membres d'Alstom qui m'ont assuré le soutien et l'aide matérielle, qui m'ont permis de mener à bien ce mémoire.

Je remercie vivement l'ensemble des membres du jury, en particulier M. Sylvain Turenne, ainsi que M. Rachid Boukhili et M. Daniel Therriault qui ont contribués à enrichir mon travail par leurs idées et leurs conseils.

Je remercie également toute ma famille en pensant plus particulièrement à mes parents, mes frères et mes sœurs, et mes amis pour leurs encouragements tout au long de mon mémoire.

Enfin, je tiens à remercier tout particulièrement ma femme pour son soutien, son écoute et sa patience.

RÉSUMÉ

L'amélioration des performances des roues de turbines hydrauliques a fait l'objet de plusieurs études. Dans ce mémoire, on s'est intéressé à l'effet de la teneur en carbone du matériau de base de type CA6NM des aubes de turbines sur la microstructure et les propriétés mécaniques en général et en particulier sur le comportement en fatigue propagation.

De manière à bien atteindre cet objectif, on a choisi trois différentes nuances d'acier à faible 0.018% C, moyenne 0.033% C et élevée 0.067% C teneurs en carbone. Le 0.018% C et 0.067% C ont été fabriqués par le même facturier et ils ont subi des traitements thermiques différents. De même, le 0.033% C a subi des traitements thermiques différents des deux autres après avoir été coulé par un autre fabricant.

Afin d'effacer l'historique des traitements thermiques préalablement effectués et d'avoir la même taille de grains parents austénitiques (GPA), on a austénitisé les trois nuances d'acier à la même température 1040°C, à différentes périodes suivant la teneur en carbone. Après avoir homogénéisé la GPA, on a entamé le revenu.

Le carbone a une influence sur la microstructure revenue notamment la quantité d'austénite de réversion ainsi que sur sa stabilité thermique et mécanique. Pour mettre en évidence l'effet de la teneur en carbone, on a trouvé raisonnable d'isoler les effets reliés à la température de revenu, en particulier la formation d'austénite de réversion. En effet, on a choisi deux températures de revenu. La première température est à 550°C pendant 2h imposée aux trois matériaux afin d'avoir une microstructure sans austénite de réversion. La deuxième température choisie est à 610°C pour avoir un maximum et une identique quantité d'austénite de réversion sans présence de martensite fraîche. À la lumière de ces deux microstructures, nous pouvons établir une relation entre les propriétés mécaniques du CA6NM et la teneur en carbone, ainsi qu'entre les effets de la présence ou non d'austénite de réversion sur les propriétés mécaniques.

Les résultats montrent que l'effet de la teneur en carbone est plus significatif sur les propriétés mécaniques monotones de traction et de résilience des alliages sans austénite de réversion. En effet, la limite d'élasticité, la résistance à la traction et la dureté augmentent avec la teneur en carbone par contre l'allongement diminue. D'autre part, l'augmentation de la température et de la durée de revenu diminuent leur dureté.

Dans une microstructure CA6NM revenue à 610°C pendant 8h, c'est l'effet de l'austénite de réversion qui est dominant, même si l'acier qui a la teneur en carbone la plus élevée a une plus grande dureté, indépendamment des conditions de revenu, l'alliage à 0.033% C qui a la quantité la plus élevée en austénite a fait l'exception puisque sa dureté est identique à celle de l'alliage à 0.067% C. De même sa limite élastique est plus haute que celle de l'alliage à 0.067% C. Ce comportement inattendu est expliqué par la quantité élevée en austénite de réversion.

Pour les essais de résilience, il est impossible de relier l'énergie d'impact à la teneur en carbone bien que l'augmentation de la température de revenu et la présence d'austénite améliorent la ténacité du matériau. Donc, on a conclu que la teneur en carbone et les conditions de revenu ne sont pas les seuls paramètres affectant la ténacité de ces aciers. On a proposé que l'énergie d'impact peut être améliorée en réduisant la teneur en azote et la précipitation de carbures aux joints des grains.

Les différents revenus effectués ont montré que la quantité en austénite de réversion au-dessous de Ms est affectée par la teneur de C. Par contre, au-dessus de Ms, sa quantité est affectée par la teneur de Ni. Donc, le Ni est un meilleur stabilisateur d'austénite que le carbone. La morphologie de l'austénite de réversion a révélé qu'il était majoritairement lamellaire pour les trois alliages et qu'elle se situait généralement à l'interface des lattes de martensite.

Bien qu'il y ait une différence de valeur de seuil de propagation des fissures au sein des trois alliages revenu à 550°C due probablement au phénomène de fermeture par rugosité, le comportement globale en fatigue propagation est identique. Cela montre que le carbone n'a pas d'effet sur la vitesse de propagation des fissures dans le régime de Paris. Mais le comportement en fatigue propagation d'un acier CA6NM en présence d'austénite de réversion est influencé principalement par la stabilité mécanique de l'austénite et non par la teneur en carbone. Par conséquent, la vitesse de propagation de fissure dans l'alliage sans austénite est plus grande que la vitesse de propagation avec austénite. La présence d'austénite permet aux mécanismes de fermeture par effet TRIP d'avoir lieu. Donc la présence d'austénite de réversion s'est avérée bénéfique pour la fatigue propagation.

Mots-clés : acier inoxydable martensitique, carbone, stabilité mécanique, austénite de réversion, fatigue propagation.

ABSTRACT

The improved performance of hydraulic turbine runners was the subject of several studies. In this paper we are interested in the effect of the carbon content of CA6NM type of base material turbine blades on the microstructure and mechanical properties in general and in particular on the fatigue propagation behavior. In order to achieve this well, we chose three different grades of steel low 0.018% C, 0.033% C average and 0.067% C high carbon content. The 0.018% C and
0.067% C were manufactured by the same factory and have undergone different heat treatments. Similarly, the 0.033% C has undergone different thermal treatments of the other two having been cast by another manufacturer.

To clear the history of thermal treatments previously performed and have the same size of the prior austenite grains (GPA) .We have three austenitized steel grade at the same temperature 1040°C at different period depending of the carbon quantity. After homogenizing the GPA, the tempering was started.

Carbon has an effect on the microstructure tempering including the amount of austenite reversion as well as its thermal and mechanical stability. To highlight the effect of the carbon content, we found reasonable to isolate the effects related to the tempering temperature, especially formation of austenite reversion. Indeed we chose two tempering temperatures: the first temperature to 550°C for 2 hours to three materials to have a microstructure without austenite reversion. The second selected temperature is tempering at 610°C for a maximum and the same amount of austenite reversion without the presence of fresh martensite. In light of these microstructures, we can establish a relationship between the mechanical properties of CA6NM and the carbon content and the effects of the presence or absence of austenite reversion on the mechanical properties.

The effect of carbon content is more significant on the monotonous mechanical properties of tensile strength and toughness of the alloys without reversion austenite. Indeed the limit of elasticity and the tensile strength and the hardness increases with carbon content against the elongation decreases. On the other hand, the increase in temperature and lasted income decreased hardness.

In CA6NM microstructure income at 610 ° C for 8 hours, it is the effect of the austenite reversion is dominant. Although steel at the highest carbon content has a higher hardness, irrespective of the conditions of tempering. The alloy to 0.033% C, which has the highest amount of austenite has been the exception since its hardness is identical to the alloy at 0.067% C.

Similarly its elastic limit is higher than that of the same alloy. This unexpected behavior is explained by the high amount of reversion austenite.

For impact tests, it is impossible to link the impact energy to the carbon content. Although the increase of the tempering temperature and the presence of austenite improve the toughness of the material. So it was concluded that the carbon content and the conditions of tempering are not the only parameters affecting the toughness of these steels. I suggested that the impact energy can be improved by reducing the amount of the nitrogen content and the precipitation of carbides at grain boundaries.

Different tempering performed show that the amount of austenite reversion below Ms is affected by the content of C. However above Ms, the amount is affected by the content of Ni present. Thus the Ni is an austenite stabilizer better than carbon. The morphology of the austenite reversion revealed that austenite reversion was predominantly lamellar for three alloys and it was generally at the interface of the martensite laths.

Although there is a threshold value of difference of the three alloys at 550 °C probably due to closure roughness phenomenon. The overall behavior of fatigue propagation is identical. This significantly shows that the carbon has no effect on the rate of crack propagation in the zone of Paris. But the fatigue propagation of CA6NM steel in the presence of reverted austenite is mainly due to the mechanical stability of the austenite and not to the carbon content. Therefore the crack propagation rate in the alloy without austenite is greater than the speed of propagation with austenite. The presence of austenite allows closing mechanisms by TRIP effect to take place. So the presence of austenite reversion proved beneficial for the fatigue propagation.

Keywords: martensitic stainless steel, carbon, mechanical stability, reversion austenite, fatigue propagation.

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS III

RÉSUMÉ IV

ABSTRACT VI

TABLE DES MATIÈRES VIII

LISTE DES TABLEAUX XII

LISTE DES FIGURES XIV

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS XIX

LISTE DES ANNEXES XXI

INTRODUCTION 1

CHAPITRE 1 ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE 4

1.1 L'acier CA6NM 4

1.1.1 Composition chimique du CA6NM d'après la norme ASTM A-743 4

1.1.2 Procédé de fabrication 5

1.1.3 Formation d'inclusions 6

1.2 Effet des traitements thermiques sur la microstructure des aciers CA6NM 6

1.2.1 Évolution des phases à l'équilibre 7

1.2.2 Traitement thermique d'austénitisation et de trempe 9

1.2.3 Microstructure martensitique 12

1.2.4 Traitement thermique de revenu 14

1.2.5 Effet du traitement thermique sur les propriétés mécaniques 17

1.3 Transformation induite par plasticité (effet TRIP) 20

1.4 La fatigue 24

1.4.1 Propagation de fissures longues par fatigue 26

1.4.2 Concept de fermeture des fissures 31

1.5 Conclusion 32

CHAPITRE 2 DÉMARCHE EXPÉRIMENTALE 35

2.1 Matériaux tels que reçus 35

2.2 Composition chimique des aciers 36

2.3 La microstructure des aciers tels que reçus 36

2.4 Traitements thermiques 38

2.4.1 Austénitisation 38

2.4.2 Trempe 39

2.4.3 Revenu 40

2.4.4 Détermination des températures de transformation de phase 40

2.4.5 Mesure de la quantité d'austénite de réversion 41

2.5 Macrodureté 42

2.6 Microdureté 42

2.7 Enrobage, polissage et attaque chimique 42

2.8 Mesure de la taille des grains 43

2.9 Essais de traction 45

2.10 Essais de résilience 46

2.11 Caractérisation microstructurale des inclusions 46

2.11.1 Analyse par microscopie optique 46

2.11.2 Analyse par microscopie électronique à balayage et EDX 47

2.12 Essais de fatigue propagation 47

2.12.1 Éprouvettes CT 47

2.12.2 Description du montage et des instruments 48

2.12.3 Préfissuration de l'éprouvette 49

2.12.4 Essais à ΔK variables (décroissant et croissant) 50

2.12.5 Méthode de la complaisance 51

2.12.6 Mesures de la fermeture des fissures 53

2.13 Analyses fractographiques 54

CHAPITRE 3 EFFET DES TRAITEMENTS THERMIQUES SUR LA MICROSTRUCTURE 55

3.1 Introduction 55

3.2 Effet du traitement thermique sur la microstructure 55

3.3 Effet de la température d'austénitisation sur la taille des grains 56

3.4 Effet du temps de maintien sur la taille des grains 58

3.5 Relation entre la taille des grains et la taille des paquets 60

3.6 Tests de macrodureté et de microdureté 61

3.7 Conclusion 64

CHAPITRE 4 L'INFLUENCE DES TRAITEMENTS THERMIQUES SUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES 66

4.1 Généralités 66

4.2 Taille des grains 66

4.3 Les phases en présence 67

4.3.1 Teneur en austénite de réversion 67

4.3.2 Teneur en ferrite delta 71

4.4 Caractérisation des précipités 72

4.5 Les inclusions en surfaces polies 73

4.6 Microdureté/Macrodureté 74

4.7 Essai de traction 76

4.8 Essai de résilience (Charpy) 80

4.9 Caractérisation des inclusions aux faciès Charpy 88

4.10 Conclusion 92

CHAPITRE 5 EFFET DES TRAITEMENTS THERMIQUES ET DE LA MICROSTRUCTURE SUR LA PROPAGATION DE FISSURE 94

5.1 Introduction aux essais de fatigue-propagation 94

5.2 Courbes longueur de fissure en fonction du nombre de cycles 94

5.3 Courbes fatigue propagation da/dN-ΔK 96

5.4 Analyse fractographique 103

5.4.1 Parcours de fissure de propagation 103

5.4.2 La zone de ΔK au seuil 104

5.4.3 La zone de ΔK trans et intergranulaire 107

5.4.4 La zone de ΔK intergranulaire 108

5.4.5 La zone de ΔK transgranulaire 108

5.4.6 Faciès de rupture 109

5.5 Fermeture de fissure 112

5.5.1 Courbes da/dN - ΔK_{eff} 112

5.5.2 Évolution du niveau de fermeture relatif K_f/K_{max} en fonction de ΔK 113

5.6 Conclusion et discussion 114

CONCLUSION GÉNÉRALE 122

BIBLIOGRAPHIE 125

ANNEXES 139

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1 : Composition chimique typique en % massique du CA6NM [2]. 5

Tableau 1.2 : Comparaison des propriétés mécaniques des différents aciers CA6NM [41, 67,68]. 18

Tableau 1.3 : Comparaison des limites d'endurance des différents aciers CA6NM. 25

Tableau 1.4 : Valeurs des constantes de la relation de Paris correspondant aux courbes de la Figure 1-14 [50, 70, 71, 75]. 28

Tableau 1.5 : Influence de l'environnement et du rapport de charge sur le seuil de propagation ΔK_{th}. 30

Tableau 2.1 : Composition chimique des alliages, % massique des éléments. 36

Tableau 2.2 : La taille des grains, la quantité et la microdureté des phases en présence dans les trois lots tels que reçus. 37

Tableau 2.3 : Température de transformation de phase des aciers testés 41

Tableau 2.4 : Moyennes de tailles de grains obtenues selon la teneur en carbone et le nombre de grains pris en compte. 45

Tableau 2.5 : Différentes étapes de préfissuration. 50

Tableau 4.1 : Résultats des mesures de tailles de grain [102]. 67

Tableau 4.2 : Effet de la température de revenu et du temps de maintien sur la teneur en austénite de réversion. 69

Tableau 4.3 : Détails des résultats de micro et macro duretés en fonction de la température de revenu. 76

Tableau 4.4 : Récapitulatif des résultats des essais de traction aux différentes CA6NM. 77

Tableau 4.5 : Tableau récapitulatif des résultats des essais Charpy en fonction de la température de revenu. 80

Tableau 4.6 : Teneur en oxygène des trois nuances d'acier. 83

Tableau 4.7 : Pourcentage de rupture ductile calculé à partir des faciès.....85

Tableau 5.1 : Propriétés en fatigue du CA6NM pour différentes températures de revenu. 103

Tableau 5.2 : Calculs de la taille de la zone plastique pour différents ΔK et différents alliages et températures de revenu.....106

Tableau 5.3 : Variation de rupture transgranulaire et intergranulaire en fonction de la teneur en carbone et de la température de revenu. 112

Tableau 5.4 : Récapitulatif des résultats expérimentaux pour différentes nuances d'acier à différentes températures de revenu.....117

LISTE DES FIGURES

Figure 1-1 : Pourcentage de chrome et de nickel selon la nomenclature ACI pour les aciers de fonderie [1]. 4

Figure 1-2 : Diagramme de phase en fonction d'un acier martensitique contenant 4%Ni et 13%Cr montrant la température du début et de la fin de chaque zone [6]. 7

Figure 1-3 : Influence de la teneur en C et N sur le domaine austénitique Fe-Cr [19]. 8

Figure 1-4 : Influence de la teneur en Ni sur le domaine austénitique Fe-Cr à 0.05% C [19]. 8

Figure 1-5 : Système ternaire Fe-Cr-C, un isoplète à 13 % de chrome, C_1 carbure de type $(Cr,Fe)_{23}C_6$ et C_2 carbure de type $(Cr,Fe)_7C_3$ [18]. 9

Figure 1-6 : Diagramme de structures pour les aciers moulés au Chrome-Nickel selon Zingg et Geiger. 12

Figure 1-7 : Structure de martensite en lattes. 13

Figure 1-8 : Variation de la teneur en austénite de réversion en fonction de la température de revenu [45-47]. 16

Figure 1-9 : Impact de la teneur en carbone des aciers sur la résilience [13]. 20

Figure 1-10 : Transformation de l'austénite résiduelle en martensite le long d'une fissure de fatigue propagation [62]. 21

Figure 1-11 : Courbes de déformation cyclique pour trois différentes concentrations de carbone d'un acier inoxydable austénitique AISI301 [62]. 23

Figure 1-12 : Influence de la taille des grains sur la fatigue en flexion [61]. 25

Figure 1-13 : Forme typique de la courbe reliant la vitesse de propagation d'une fissure (da/dN) à la variation du facteur d'intensité de contrainte ΔK [72]. 27

Figure 1-14 : Courbe da/dN-ΔK dans la zone de Paris pour différents alliages CA6NM [50, 70, 71, 75]. 28

Figure 1-15 : Influence de la taille des grains sur le seuil de propagation [77]. 29

Figure 1-16 : Graphe représentant le concept de fermeture des fissures. 31

Figure 1-17 : Différents types de fermeture dans un acier CA6NM [84]. 32

Figure 2-1 : Les blocs d'aciers étudiés résultant du découpage des aubes effectuées par plasmas ou à l'arc-air. 35

Figure 2-2 : Microstructure du 0.018% C (traitement tel que reçu, 100X). 36

Figure 2-3 : Microstructure du 0.033% C (traitement tel que reçu, 100X). 37

Figure 2-4 : Microstructure du 0.067% C (traitement tel que reçu, 50X). 37

Figure 2-5 : Schéma récapitulatif des traitements thermiques de la première partie d'étude. 39

Figure 2-6 : Schéma récapitulatif des traitements thermiques de la deuxième partie d'étude. ... 39

Figure 2-7 : Photo de grains mesurés à l'aide du logiciel Clemex x200 pour un acier 0.033% C. 44

Figure 2-8 : Photo de la machine de fatigue utilisée pour les essais de fatigue propagation. 48

Figure 2-9 : Graphique COD-P pour un 0.033% C revenu à 550°C/8h à ΔK = 5.8 MPa.m$^{1/2}$.... 52

Figure 2-10 : Calcul de la force d'ouverture d'un acier à 0.018% C revenu à 610°C. 54

Figure 3-1 : La quantification des composants d'une structure martensitique en grains parent austénitique, paquets et blocs. 56

Figure 3-2 : Évolution de la taille moyenne des grains austénitiques en fonction de la température d'austénitisation (1 h). 57

Figure 3-3 : Effet de ré-austénitisation sur la taille des grains parents austénitiques pour un acier a 0.018% C, a) acier tel que reçu, b) acier austénitisé à 950°C/1h. 58

Figure 3-4 : Croissance des grains austénitiques en fonction du temps pour une température d'austénitisation de 1040°C. 59

Figure 3-5 : Variation de la taille des grains parents austénitiques en fonction de la taille des paquets. 61

Figure 3-6 : Macrodureté HRC en fonction de la température de revenu pour les trois aciers étudiés. 63

Figure 3-7 : Microdureté HV a une force de 100 gf en fonction de la température de revenu pour les trois aciers étudiés.....64

Figure 4-1 : Des images MEB d'austénite de réversion et de carbures dans les aciers revenus à 610°C pendant 8 h prises par l'IREQ [130]. 70

Figure 4-2 : Microstructure d'un acier CA6NM à 0.033% C austenitisé à 1040°C et revenu à 550°C.....71

Figure 4-3 : Inclusions observées dans le 0.018% C revenu à 610°C pendant 8h [127]. 74

Figure 4-4 : Courbes de traction moyennes pour les trois échantillons revenus à 550°C/2h.....76

Figure 4-5 : Courbes de traction moyennes pour les trois échantillons revenus à 610°C/8h.....77

Figure 4-6 : Diagramme présentant les résultats des essais Charpy.....82

Figure 4-7 : Faciès Charpy des différents échantillons à la température ambiante, (a), (b), (c), Pour les alliages 0.018% C, 0.033% C et 0.067% C revenus à 550°C/2h respectivement et (d), (e), (f), pour les alliages 0.018% C, 0.033% C et 0.067% C revenus à 610°C/8h respectivement [127]. 84

Figure 4-8 : Faciès Charpy des différents échantillons à la température ambiante (a), (b), (c), détails des faciès de rupture au MEB pour les aciers 0.018% C, 0.033% C et 0.067% C revenus à 550°C/2h respectivement; (d), (e), (f), détails des faciès de rupture au MEB pour les aciers 0.018% C, 0.033% C et 0.067% C revenus à 610°C/8h respectivement.....87

Figure 4-9 : a) Inclusion brisée dans le 0.033% C revenu à 550°C pendant 2h et les résultats de son analyse par EDX b) à f). 89

Figure 4-10 Inclusion dans les faciès Charpy a) échantillons 0.018% C et b) échantillons 0.033% C. 89

Figure 4-11 : a) Spectre d'analyse d'une inclusion dans le 0.033% C et résultats de son analyse EDX : b) à g). 90

Figure 5-1 : Courbe *a-N* pour un essai à ΔK décroissant obtenue par mesure visuelle pour l'acier 0.018% C revenu à 610°C/8h. 95

Figure 5-2 : Courbe *a-N* pour un essai à *ΔK* croissant obtenue par mesure visuelle pour l'acier 0.018% C revenu à 610°C/8h. 96

Figure 5-3 : Comparaison des courbes *da/dN-ΔK* de descente et de montée d'un acier a 0.018% C revenu à 550°C pendant 2 heures. 97

Figure 5-4 : Les courbes *da/dN-ΔK* pour les trois aciers revenus à 550°C pendant 2 heures. 98

Figure 5-5 : Courbes *da/dN-ΔK* à *ΔK* croissants pour les deux alliages à 0.018% C et 0.067% C revenus à 610°C pendant 8 h. 99

Figure 5-6 : Comparaison des courbes *da/dN-ΔK* pour le 0.067% C revenu à 550°C pendant 2h et revenu à 610°C pendant 8h. 101

Figure 5-7 : Comparaison des courbes *da/dN-ΔK* pour le 0.018% C revenu à 550°C pendant 2h et revenu à 610°C pendant 8h. 102

Figure 5-8 : Profil d'une fissure au seuil (ΔK=3.7 MPa.m$^{1/2}$) pour le matériau 0.018% C revenu à 550°C. 106

Figure 5-9 : Profil d'une fissure entre ΔK = 5 MPa.m$^{1/2}$ et ΔK = 8 MPa.m$^{1/2}$ pour le matériau à 0.018% C revenu à 550°C. 107

Figure 5-10 : Profil d'une fissure entre ΔK = 8 MPa.m$^{1/2}$ et ΔK = 20 MPa.m$^{1/2}$ pour le matériau a 0.018% C revenu à 550°C. 108

Figure 5-11 : Profil de fissure au seuil (ΔK=4.6 MPa.m$^{1/2}$) pour le matériau revenu à 550°C. 109

Figure 5-12 : Faciès de rupture observés au microscope pour le 0.067% C revenu à 610°C pendant 8h. 109

Figure 5-13 : Faciès de rupture observés au microscope pour 0.067% C revenu à 550°C pendant 2h. 110

Figure 5-14 : Faciès de rupture observés au microscope pour 0.018% C revenu à 610°C pendant 8h. 110

Figure 5-15 : Faciès de rupture observés au microscope pour 0.018% C revenu à 550°C pendant 2h. 111

Figure 5-16 : Courbe de da/dN-ΔK_{eff} pour les deux nuances d'aciers revenus à 550°C et 610°C. 113

Figure 5-17 : Graphique K_f/K_{max} en fonction de ΔK pour les deux nuances d'aciers.....114

Figure 5-18 : Variation de ΔK_{th} en fonction de la température de revenu pour un acier à 0.018% C. 120

Figure 5-19 : Variation de ΔK_{th} en fonction de la teneur en austénite de réversion [34, 75,128]. 121

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

AISI American Iron and Steel Institute

ASTM American Society for Testing and Materials

CFC Cubique à Faces Centrées

CC Cubique Centré

DRX Diffraction des Rayons-X

EAS Emission Atomic Spectrometer

HRC Hardness Rockwell C

LTT Low Temperature Transformation

MEB Microscopie Électronique à Balayage

MET Microscopie Électronique en Transmission

TMA Thermo Mechanical Analyser

TRIP TRansformation Induced Plasticity

UNS Unified Numbering System

Ac1 Température de début de la transformation de la martensite en austénite lors du chauffage

Ac3 Température de fin de la transformation de la martensite en austénite lors du chauffage

f^S_T Stabilité de l'austénite de réversion

K_{IC} Facteur d'intensité de contrainte critique en mode I (MPa.m ½)

M1 Martensite formée lors d'un premier revenu

Md Température de transformation de l'austénite en martensite sous déformation

Mf Température de fin de la transformation de l'austénite en martensite lors du refroidissement

Ms Température de début de la transformation de l'austénite en martensite lors du refroidissement

$a_o\gamma$ Paramètre de maille de l'austénite

K_{th} Seuil de propagation

T Température

T_0 Température d'équilibre martensite et austénite

α Ferrite

α' Martensite formée par déformation mécanique

γ Austénite

ΔK Variation du facteur d'intensité de contrainte (MPa.m ½)

LISTE DES ANNEXES

Annexe A - Dilatométrie 139

Annexe B - Dessin des éprouvettes utilisées 140

INTRODUCTION

Les turbines hydrauliques dans les barrages sont un moyen pour exploiter l'énergie cinétique créée par l'écoulement d'eau dans les rivières et la convertir en énergie mécanique et par la suite en énergie électrique. L'amélioration des performances des turbines, ne serait-ce que de 0.1 %, impose des développements importants qui sont justifiés économiquement. La turbine Francis, entre autres utilisées par Hydro-Québec, peut générer environ 800 MW, ce qui est élevé par rapport à d'autres types de turbines hydrauliques. Cette industrie est considérée à la pointe de la technologie où le souhait en énergie augmente toujours, et dont on cherche l'amélioration courante de ses pratiques. Dans cette perspective, la performance des roues de turbines hydrauliques est toujours nécessaire. Donc l'étude des procédés de fabrication et de rénovation ainsi que des matériaux de construction est nécessaire. La construction des composants (la couronne, des ailettes et des aubes distributrices) des turbines hydrauliques utilise des aciers inoxydables martensitiques. Lorsqu'elle est fabriquée avec ce type d'acier, la forme finale désirée de la turbine hydraulique est constituée par des lingots coulés sous forme d'ailettes, par la suite usinés et finalement soudés avec une couronne.

Des investigations nous ont conduits à restreindre le champ de nos recherches car certains résultats ont montré l'importance de se concentrer sur l'effet des traitements thermiques, et sur la composition chimique du matériau de base [4-6]. Des travaux préliminaires sur les aciers inoxydables à faible teneur en carbone ont abouti à des données dont l'exploitation butait invariablement sur l'incompréhension des modifications microstructurales mises en évidence. Par ailleurs, ayant mené l'examen des travaux antérieurs relatifs à ces aciers et aux nuances proches, nous avons constaté que, aussi intéressants qu'ils soient, les résultats n'aidaient guère l'interprétation de l'effet de traitement thermique, et de la composition chimique sur les propriétés mécaniques. Il s'agit de travaux souvent limités à l'étude soit de la microstructure, soit des traitements thermiques de ces alliages, mais dans lesquels les aspects de leur composition chimique (teneur en carbone en particulier) et leurs propriétés mécaniques étaient rarement abordés conjointement.

Même si le CA6NM a une grande résistance, on a constaté qu'une fissure peut se propager dans ce type de matériau sous l'effet d'une contrainte cyclique (fatigue). Cette fissure s'amorce à partir de petits défauts présents au joint de soudure et qui se propagent au cours du temps dans le matériau de base.

C'est pourquoi nos travaux sont portés sur l'étude de trois nuances d'aciers ayant différentes teneurs en carbone et auxquels on a fait subir différents traitements thermiques. Ensuite, on les a amenés à subir des essais en sollicitation monotone et cyclique. Les résultats produits étant différents de ceux attendus, une analyse plus détaillée des relations entre la microstructure et les propriétés mécaniques a été réalisée. Le but de ce mémoire est de déterminer l'effet de la teneur en carbone sur les propriétés mécaniques de l'acier inoxydable martensitique.

Pour comprendre le cheminement de l'étude, ce mémoire contient les chapitres suivants autres que l'introduction :

Le Chapitre 1 présente une étude bibliographique sur le sujet. Il contient un bilan des caractéristiques microstructurales et des propriétés mécaniques du CA6NM. L'influence de la teneur en carbone et des traitements thermiques sur la dureté et sur les propriétés mécaniques monotones de traction est d'abord traitée. Ensuite, une brève introduction de l'effet TRIP permet de présenter comment il influe sur le comportement en fatigue-propagation dans ces d'alliages. Par la suite, une présentation des essais de fatigue propagation au voisinage du seuil et dans le régime de Paris pour les aciers CA6NM. Enfin, le chapitre se termine par une conclusion et une présentation des objectifs de ce mémoire tirés de cette étude bibliographique menant au projet de recherche.

Le Chapitre 2 présente les techniques expérimentales adoptées pour réaliser les objectifs de recherche soit une description des dispositifs utilisés, et les protocoles expérimentaux notamment la préparation des éprouvettes, et la réalisation des essais et des observations.

Dans le Chapitre 3 présente l'impact des traitements thermiques sur l'évolution de la taille des grains et sur la microstructure ainsi que sur la durée sont présentés grâce à l'observation de la microstructure du matériau, après les différents traitements thermiques.

Le Chapitre 4 détaillera les traitements thermiques de trempe et de revenu choisis pour la suite de l'étude. On y décrit la microstructure et la taille des grains austénitiques. Ce chapitre se conclura par la présentation de l'influence de la microstructure (taille de grains, phase en

présence, inclusions) des trois alliages sur les essais mécaniques en traction monotone et les essais de résilience. Par la suite, une analyse fractographique des éprouvettes Charpy permet de comprendre l'influence de la température de revenu et de la teneur en austénite de réversion sur la résilience des alliages.

Le Chapitre 5 expliquera l’effet de la microstructure et de la température de revenu sur la résistance à la propagation des fissures de fatigue pour les trois alliages étudiés. Cette partie est complétée par l’observation du parcours des fissures servant à comprendre les différents mécanismes de rupture mis en jeu. Une analyse fractographique des éprouvettes de fatigue est ensuite présentée pour l’influence de la microstructure sur le comportement en fatigue propagation.

Le dernier Chapitre conclura le travail et proposera des voies de recherches futures.

CHAPITRE 1 ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Ce chapitre présente dans un premier temps une revue de littérature générale sur les aciers inoxydables martensitiques de type 13%Cr-4%Ni et en particulier les CA6NM. Il commence par présenter la composition chimique nominale et de son influence en particulier la teneur en carbone sur les traitements thermiques et la microstructure, et par conséquent, sur la dureté et les propriétés mécaniques. Par la suite, il présente une brève introduction de l'effet TRIP. Pour mieux comprendre l'approche prise dans cette étude, le chapitre présente l'effet de la microstructure sur le comportement en fatigue en général et en fatigue propagation en particulier. Une conclusion à la fin du chapitre dresse les éléments essentiels à l'analyse des résultats et mène au projet de recherche.

1.1 L'acier CA6NM

1.1.1 Composition chimique du CA6NM d'après la norme ASTM A-743

Les aciers inoxydables martensitiques de fonderie CA6NM à faible teneur en carbone sont largement utilisés pour la fabrication des roues de turbines hydrauliques. La notation du CA6NM est faite selon la norme ACI (American Concrete Institute).

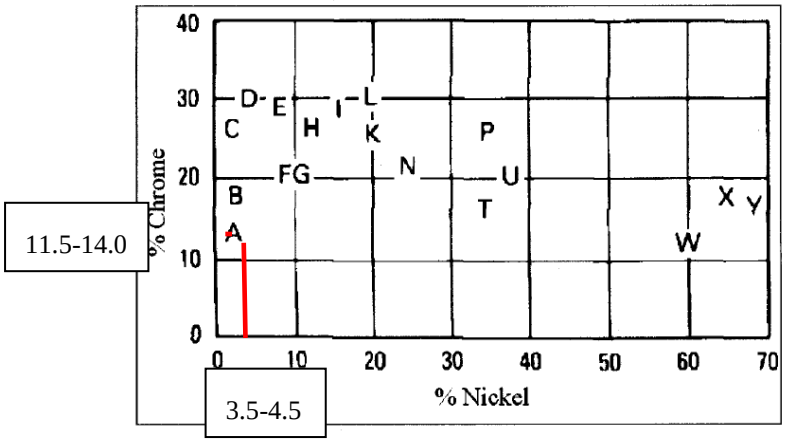


Figure 1-1 : Pourcentage de chrome et de nickel selon la nomenclature ACI pour les aciers de fonderie [1].

La lettre C montre que c'est un acier résistant à la corrosion. Pour le pourcentage de nickel et de chrome selon la norme ACI c'est la lettre A qui l'indique (Figure 1-1). Le chiffre 6 représente le pourcentage de carbone maintenu en dessous de 0.06%. Enfin les deux dernières lettres NM indiquent la présence de nickel et de molybdène.

La composition nominale du CA6NM d'après la norme ASTM A-743 est présentée au Tableau 1.1.

Tableau 1.1 : Composition chimique typique en % massique du CA6NM [2].

Grade	Carbone	Manganèse	Silicium	Phosphore	Soufre	Chrome	Nickel	Molybdène
CA6NM	0.06 max	1.00 max	1.00 max	0.04 max	0.03 max	11.5–14.0	3.5-4.5	0.40–1.0

On notera que la teneur en carbone a une grande influence sur les principales caractéristiques de fonderie. En revanche, la faible teneur en carbone conduit à un intervalle de solidification restreint d'une vingtaine de degrés qui se traduit par un mode de solidification monophasé ainsi qu'en couches minces qui favorisent l'obtention d'une structure à grains fins [3]. En plus, cette faible teneur en carbone qui ne dépasse le 0.06% C assure une bonne soudabilité, une meilleure résistance à la corrosion ainsi qu'une ténacité accrue lorsque soudé [4, 5].

Le nickel est un élément gammagène qui permet d'agrandir le domaine austénitique et limite ainsi la formation de ferrite delta qui est considérée comme une phase indésirable des aciers martensitiques à bas carbone car elle diminue la résilience et la ténacité [6]. Le chrome qui est un élément alphagène, joue un rôle fondamental dans l'augmentation de la trempabilité [7] . Il forme des carbures du type M_7C_3 qui participent à la résistance et à la corrosion même sous tension dans des environnements de chlore et de H_2S [4, 5]. De plus, la température de début de transformation de l'austénite en martensite Ms diminue si le rapport Cr/Ni est faible, ce qui favorise la formation d'austénite à la température ambiante [6, 8].

1.1.2 Procédé de fabrication

Le développement et la fabrication des aciers CA6NM a commencé à partir de 1960. En général la fabrication d'un acier CA6NM passe par trois étapes principales : la fusion, l'affinage et la coulée. L'affinage de ces aciers inoxydables consiste à passer d'une teneur en carbone de l'ordre de 1.5 % à une valeur finale d'environ 0.06 %, voire 0.01 %. Dans les

années soixante, on utilisait le procédé Perrin en matière de décarburation et de désulfuration dans des fours à l'arc électrique.

Au début des années soixante-dix, on utilisait le procédé AOD (Argon Oxygen Decarburization) qui est basé sur l'abaissement de la pression partielle de CO en diluant le CO avec un autre gaz, principalement un gaz inerte. Dernièrement, à partir des années quatre-vingt, certains fabricants utilisent le procédé VOD (Vacuum Oxygen Decarburization), appelé aussi « affinage sous vide », l'opération de décarburation est effectuée sous pression réduite par création d'un vide.

Gysel et al. [9] ont effectué une étude comparative entre des propriétés mécaniques de deux aciers CA6NM élaborés par deux procédés différents. Le premier par un four à arc électrique, le second par AOD. Les résultats trouvés ont démontré que le second a des teneurs faibles en hydrogène, azote, oxygène et soufre, et résiste mieux à la corrosion. Sa résilience augmente et sa température de transition ductile fragile diminue [10].

1.1.3 Formation d'inclusions

Une inclusion est un corps étranger au métal [11], sa présence a un effet sur la détérioration des propriétés mécaniques des métaux notamment sur les aciers inoxydables martensitiques utilisés dans le domaine de fabrication des turbines hydrauliques [17]. L'inclusion est une combinaison de plusieurs métalloïdes ou plusieurs métaux d'une structure plus ou moins complexe et ayant une solubilité nulle ou très faible à l'état liquide. Alors, elle persiste après solidification du coulé. Nous pouvons même confirmer que sa présence est inévitable dans tous les métaux et aciers coulés grâce aux appareils optiques d'observation [12-14, 16].

1.2 Effet des traitements thermiques sur la microstructure des aciers CA6NM

Dans cette étude, notre préoccupation préliminaire est la connaissance de la nature et de la proportion des phases et des précipités en présence, après le traitement thermique pratiqué de trempe et de revenu. On cherche, en premier lieu, à établir la composition à l'équilibre de l'acier CA6NM, ensuite on se penchera sur la détermination de la microstructure de trempe puis sur celle engendrée par un traitement de revenu.

1.2.1 Évolution des phases à l'équilibre

Dans la bibliographie, quelques systèmes ternaires sont décrits dépendamment de la quantité en divers éléments (carbone, chrome, nickel…) et de la température d'équilibre. Pour l'acier CA6NM qui nous intéresse (13% Cr et 4% Ni), nous avons extrait le diagramme de phase de la Figure 1-2 d'un système Fe-C-Cr-Ni [6]. Il représente les phases existantes dans les conditions d'équilibre thermodynamique, en fonction de la température et de la teneur en nickel et chrome, pour une teneur constante en carbone de 0.05 %.

Pour un acier martensitique contenant 4% Ni et 13% Cr à 0.05% C, d'après ce diagramme, on distingue trois zones. Zone où la microstructure est ferritique (α), zone où la température est au-dessous de Ac1, zone marquant le début d'apparition de l'austénite (α+γ) à Ac1(620°C) jusqu'à ce que la microstructure soit 100 % austénitique correspondant à une température au-dessus de Ac3(720°C).

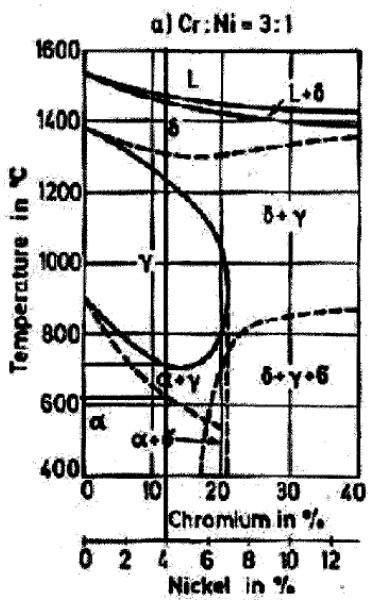


Figure 1-2 : Diagramme de phase en fonction d'un acier martensitique contenant 4%Ni et 13%Cr montrant la température du début et de la fin de chaque zone [6].

L'ajout de carbone dans le système Fe-Cr modifie de manière significative et complique l'équilibre de phase (Figure 1-3). En effet, de petites quantités de carbone élargissent spectaculairement la boucle gamma, permettant ainsi la stabilisation de l'austénite à des températures élevées pour des teneurs beaucoup plus élevées en Cr [18].

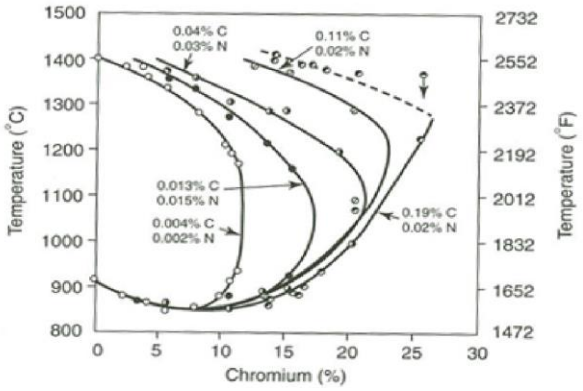


Figure 1-3 : Influence de la teneur en C et N sur le domaine austénitique Fe-Cr [19].

Une fois que l'effet du carbone est présenté, il est intéressant de décrire l'effet du nickel. Comme le nickel est un élément gammagène d'une teneur de 4% dans un acier à 13% de chrome, la structure obtenue est entièrement austénitique à haute température (supérieur à 800°C) même à 0% C [3] ce qui permet d'avoir des nuances martensitiques à bas carbone (Figure 1-4). En plus de cela, l'austénite devient plus stable à des températures inférieures [19].

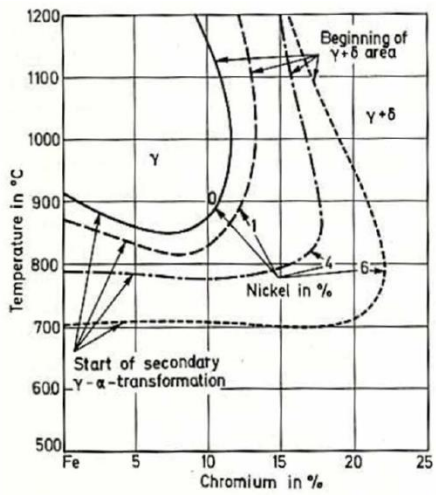


Figure 1-4 : Influence de la teneur en Ni sur le domaine austénitique Fe-Cr à 0.05% C [19].

La teneur en carbone a un rôle essentiel d'une part sur les phases d'équilibre en présence (Figure 1-2) et d'autre part sur la formation de carbures complexes (Figure 1-5). En effet, pour le cas des aciers CA6NM dont la teneur en carbone est comprise entre 0.02% C et 0.06%, d'après le diagramme d'équilibre de phase binaire de la Figure 1-5, si les températures sont comprises environ entre 600 et 860°C , alors les phases en présence sont une structure ferritique additionnée des carbures C1 (carbure de type $(Cr,Fe)_{23}C_6$). Ensuite, la structure devient

triphasée constituée d'un domaine mixte ferrite + austénite + carbure C1 si on augmente la température d'environ 20 à 30 degrés. Enfin, la structure redevient biphasée sans présence de carbures pour les températures comprises entre 890°C à environ 1240°C [18].

Puisque l'état structural final du matériau dépend dans une large mesure du comportement d'austénitisation, il est utile de connaitre les facteurs contrôlant la formation d'austénite et les phénomènes qui y sont associés [20].

Pour modifier les propriétés mécaniques selon l'usage désiré d'un alliage, il suffit de changer sa microstructure par des traitements thermiques. Les trois étapes de traitements thermiques des aciers inoxydables martensitiques sont : l'austénitisation, la trempe et le revenu [13]. L'austénitisation consiste à chauffer le matériau à une température où sa structure devient complètement austénitique. La trempe et le revenu auront pour objectif d'augmenter sa résistance mécanique en gardant une ductilité acceptable.

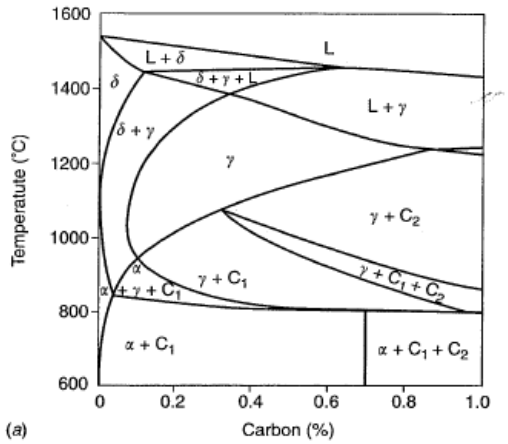


Figure 1-5 : Système ternaire Fe-Cr-C, un isoplète à 13 % de chrome, C_1 carbure de type $(Cr,Fe)_{23}C_6$ et C_2 carbure de type $(Cr,Fe)_7C_3$ [18].

1.2.2 Traitement thermique d'austénitisation et de trempe

L'austénitisation est une transition, mais une étape indispensable du traitement thermique des aciers afin d'améliorer leurs propriétés. En effet, pour les températures plus basses à 950°C, la mise en solution incomplète des carbures va limiter la teneur en carbone de l'austénite, donc de la martensite résultante après trempe. Pour des températures supérieures à 1150°C, la microstructure trempée peut contenir de la ferrite δ avec une teneur en carbone variable en

fonction de la composition ou à cause de la présence d'austénite résiduelle pour les nuances à fort carbone [19].

La taille des grains parents austénitiques est aussi affectée par la température d'austénitisation. Liu Yu-rong et al. [21] ont démontré que pour un acier inoxydable martensitique à 0.02% C dès que la température d'austénitisation dépasse 1000°C, la taille des grains parents austénitiques croît graduellement car les carbures insolubles qui épinglent les joints de grains austénitiques commencent à se dissoudre. Cette croissance des grains engendrera l'augmentation de la taille des paquets mais en aucun cas la largeur, ou la distribution de lattes [21]. Les aciers inoxydables martensitiques CA6NM ont une très grande trempabilité. Les éléments d'alliage, surtout le nickel, repoussent le nez perlitique du diagramme TTT (temps-température-transformation) vers les hautes températures et pour des temps de maintien longs. Par exemple, un refroidissement à l'air conduit à une structure entièrement martensitique même pour des épaisseurs supérieures à 400 mm [3]. Toutefois, la vitesse de refroidissement a également une importance , si elle est trop faible, elle favorisera la stabilité de l'austénite [22]. C'est pourquoi la teneur en austénite résiduelle de 9% diminuera à la température ambiante jusqu'à 3 %, si la vitesse de refroidissement est supérieur à 5°C/s [23].

Le choix du couple température d'austénitisation / temps de maintien est primordial au cours d'une austénitisation. Le maintien à une température d'austénitisation convenable permet une meilleure homogénéisation de l'austénite et la dissolution complète des carbures présents sans causer le grossissement de la taille des grains. La taille du grain austénitique n'est pas seulement dépendante de la température et du temps de maintien, mais aussi d'autres facteurs tels que la composition chimique par exemple.

Les carbures sont susceptibles de freiner le grossissement des grains d'austénite au cours de leur mise en solution. Leurs tailles et leurs réarrangements ont un effet considérable. Par exemple, les carbures et les nitrures fins et convenablement dispersés peuvent arrêter le grossissement de la taille des grains [24, 25].

La température d'austénitisation dépend du type des carbures formés aux joints des grains. Différents types de carbures peuvent s'y former suivant la composition chimique du matériau de base. Dans le cas du CA6NM, les types des carbures les plus rencontrés sont formés par la présence du molybdène et du carbone (M_7C_3) [7]. Ce qui aura, par conséquent, un effet sur Ms.

La martensite formée après trempe a une morphologie différente à l'examen métallographique suivant la teneur en carbone. Si la teneur en carbone est supérieure à 1%, elle peut apparaître sous forme de plaquettes ou lentilles (martensite dite aciculaire) ou sous forme de lattes (martensite dite lamellaire) si la teneur en carbone est au-dessous de 0.4% [25, 26]. La transformation martensitique est un mouvement coordonné d'un grand nombre d'atomes de l'austénite préliminaire, sans intervention de processus diffusionnel [19]. Le réseau cristallin formé après ce processus est un réseau quadratique centré. Le déplacement par cisaillement local des atomes produit une augmentation du volume de la maille. Les paramètres cristallins de la maille dépendent de la teneur en carbone de l'alliage puisque la martensite formée n'est qu'une phase ferritique α (cubique centrée) déformée par une sursaturation en atome de carbone dans les sites interstitiels [27]. D'après plusieurs auteurs [13, 25, 28]: $a = b = a_0 - 0.015$ (% C) et $c = a_0 + 0.115$ (% C), où a_0 représente le paramètre de la maille cubique centrée du fer α , (% C) le pourcentage en teneur en carbone et les paramètres c et de la maille martensitique. À faible teneur en carbone, cette structure est identique à une structure ferrite α. Les paramètres de mailles vont donc évoluer en fonction du taux de carbone et la transformation martensitique entrainera une expansion volumique de l'ordre de 1 à 2% [29].

Un autre moyen simple et rapide est utilisé pour prédire les phases que contiendra la microstructure d'un acier CA6NM à partir de sa composition chimique. Le calcul du Cr équivalent (Cr_{eq}) et du Ni équivalent (Ni_{eq}) varie avec la composition en éléments gammagènes et alphagènes. En effet, les éléments gammagènes (nickel, carbone, manganèse, azote, cobalt et cuivre) augmentent la teneur en Ni_{eq} et rendent l'austénite stable chimiquement. Par contre, les éléments alphagènes (chrome, molybdène, silicium, aluminium, titane, vanadium) favorisent la formation de la ferrite. Dans la littérature, différentes équations permettent de calculer Cr_{eq} et Ni_{eq} selon le procédé de fabrication (soudage, moulage, laminage…). Pour des aciers moulés au chrome-nickel, Zingg et Geiger [30] proposent les équations suivantes :

$$Cr_{eq} = Cr + 2\,Si + 1.5\,Mo + 0.5\,Nb \qquad 1.1$$

$$Ni_{eq} = Ni + Co + 0.5\,Mn + 30\,C + 7.5\,N \qquad 1.2$$

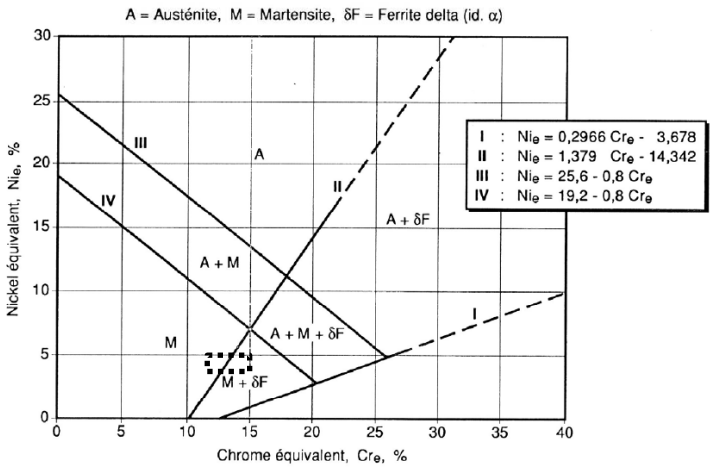


Figure 1-6 : Diagramme de structures pour les aciers moulés au Chrome-Nickel selon Zingg et Geiger.

Cependant, la martensite brute de trempe a des propriétés mécaniques qui ne permettent pas son utilisation. Il faut alors effectuer un traitement de revenu après trempe pour améliorer ces propriétés.

1.2.3 Microstructure martensitique

Pour changer les propriétés mécaniques d'un matériau, il suffit de jouer sur sa microstructure qui est une caractéristique extrinsèque modifiable par opposition aux propriétés intrinsèques qui sont difficilement modifiables. La taille des grains est une caractéristique extrinsèque qui a une influence sur les propriétés mécaniques d'un matériau métallique. Ce dernier est constitué d'un ensemble de grains d'orientations cristallines différentes séparées par une frontière que l'on nomme joint de grains. La taille des grains dépend du type de matériau, des procédés d'élaboration et des traitements thermiques subis. Parmi les structures les plus connues pour un grain parent austénitique est la structure martensitique.

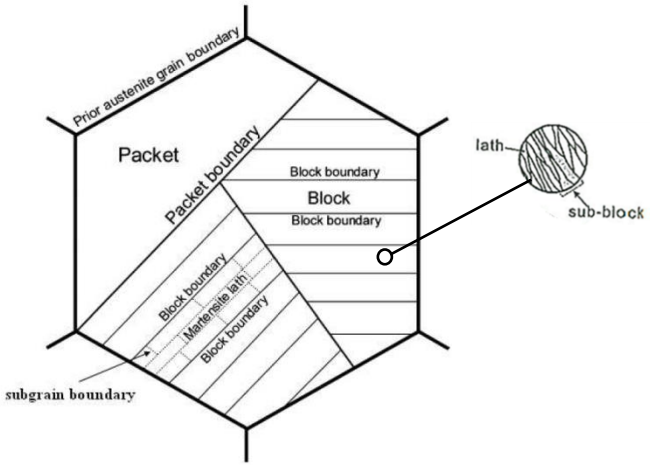


Figure 1-7 : Structure de martensite en lattes.

La structure martensitique est l'une des plus importantes dans les aciers, c'est pourquoi plusieurs études s'y intéressent. La structure martensitique (Figure 1-7) en latte est une structure complexe constituée par plusieurs éléments. La partie élémentaire d'une structure martensitique est la latte. Un groupe de lattes avec la même orientation cristalline forme un bloc. Un ensemble de blocs forme ce qu'on appelle un paquet. Et enfin, l'ensemble de paquets forme un grain parent austénitique (GPA). Les limites des blocs et des paquets ont des frontières à grands angles, que des auteurs les ont considérés comme des grains effectifs [31, 32]. Une étude récente de Morito et al. [33] a suggéré que les blocs aussi sont subdivisés en sous-blocs. Il est connu que la largeur du bloc, et la taille des paquets sont proportionnelles à la taille des grains parents d'austénite [32, 33]. La taille des paquets et des blocs influencent la ténacité et la résistance des aciers martensitiques en lattes [32]. De même, la taille des grains parents austénitiques, des paquets et des blocs a un effet sur la vitesse de propagation. En effet, Trudel et al. [34] dans leur étude ont confirmé que l'avancement d'une fissure dans une microstructure fine est plus rapide que dans une structure grossière.

Morito et al. [33] ont étudié l'effet de l'ajout de Mn sur un acier à 0.2% C. Ils ont trouvé que cette addition ne présente pas d'effet sur la taille du paquet, par contre elle subdivise les paquets en fins blocs. Ce qui explique que l'ajout d'éléments d'addition a aussi un effet sur la microstructure martensitique.

1.2.4 Traitement thermique de revenu

1.2.4.1 Effet de la température

Les propriétés mécaniques d'une structure martensitique après trempe ne sont pas à grand intérêt. C'est pourquoi un traitement de revenu à des températures de l'ordre de 565°C à 620°C est imposé par la norme ASTM A743 [2] pour aboutir aux caractéristiques mécaniques souhaitées. Ainsi le matériau augmentera sa plasticité et sa ductilité, en dépit d'une diminution de la dureté. Ce procédé est un retour partiel à une structure d'équilibre. La martensite préalablement formée deviendra une martensite revenue qui est plus ductile. En plus, la température de revenu n'aura pas un effet significatif sur la taille des grains parents austénitiques [35].

Après le revenu à une température au-dessous mais proche de Ac1, la martensite trempée à forte densité de dislocation devient une martensite revenue plus molle. Alors les microstructures observées au microscope sont des précipités fins de carbures $M_{23}C_6$, MX et Cr_2N [36, 37]. Or, dans une matrice martensitique revenue à une température au-dessus de Ac1, des lamelles d'austénite de réversion sont formées et amélioreront la ténacité de la martensite [6, 13, 18].

L'austénite de réversion est localisée le long des frontières des grains parents austénitiques, ainsi qu'aux limites et à l'intérieur des lattes de martensite. [38-41]. Pour Liu et al. [42], la nucléation de l'austénite de réversion est plus favorable dans des sites d'austénite résiduelle, tandis que pour Song et al. [39], les sites favorables à la formation de l'austénite de réversion dépendent de la température de revenu et des carbures en présence. En effet, puisque les carbures sont localisés aux joints des lattes, l'austénite pour des températures avoisinantes de Ac1 se formera dans cette partie. Toutefois, si les températures de revenu sont d'environ 30°C au-dessus de Ac1, le Ni diffuserait pour former de l'austénite sur tout l'échantillon. L'austénite formée emprisonne les impuretés (l'hydrogène ou le soufre) et diminue leur présence aux joints de grains, ainsi la rupture intergranulaire diminuera et la ténacité à basse température augmentera [43].

L'austénite de réversion a une bonne ténacité et une excellente stabilité thermique, mais une très faible stabilité mécanique. En effet, cette austénite ne se transformera pas en martensite,

même à très basses températures. Cependant, une fois que la déformation plastique est produite, l'austénite de réversion va absorber l'énergie de déformation et se transformera partiellement en martensite. Par conséquent, la plasticité et la ténacité du matériau à basse température peuvent être améliorées [37, 39].

Nakada et al. [41] ont confirmé dans leur étude sur un acier 13%Cr-6%Ni que la forme des lamelles d'austénite dépend aussi de la température de revenu. Ils précisent que l'austénite a une forme aciculaire pour une température inférieure à 640°C, ou une forme granulaire si la température de revenu est supérieure à 680°C, ce qui est confirmé par Thibault et al.[44] sur des aciers 13Cr-4Ni. En conséquence, ils ont démontré que l'austénite de réversion a une forme aciculaire d'une largeur très fine comprise entre 50-500 nm. L'équilibre entre les éléments gammagènes et alphagènes ainsi que la température de revenu (Figure 1-8) ont un effet sur la quantité en austénite de réversion et sur la croissance des grains d'austénite [21].

Plusieurs études [45-48] faites sur des aciers inoxydables martensitiques à faible teneur en carbone ont démontré que l'allure de la courbe formée en quantité d'austénite à la température ambiante en fonction de la température de revenu a une forme en cloche (Figure 1-8). Au-dessous de la température correspondant au pic de la courbe, la structure sera composée de martensite revenue et d'une certaine quantité d'austénite de réversion. Par contre, au-dessus de la température du pic, le matériau sera composé de martensite revenue, d'austénite de réversion mais également de martensite fraîche formée par transformation de l'austénite instable chimiquement. En effet, avec l'augmentation de la température de revenu, la taille d'austénite de réversion est tellement grande que la teneur des éléments gammagènes dans une partie des lamelles d'austénite est faible. Ainsi la température de transformation martensitique Ms locale augmente au-dessus de la température ambiante. Alors cette austénite se transforme en martensite. Ainsi la température de revenu varie-t-elle dépendamment de la composition chimique, de la morphologie martensitique et de la taille des grains parents austénitiques [45-47].

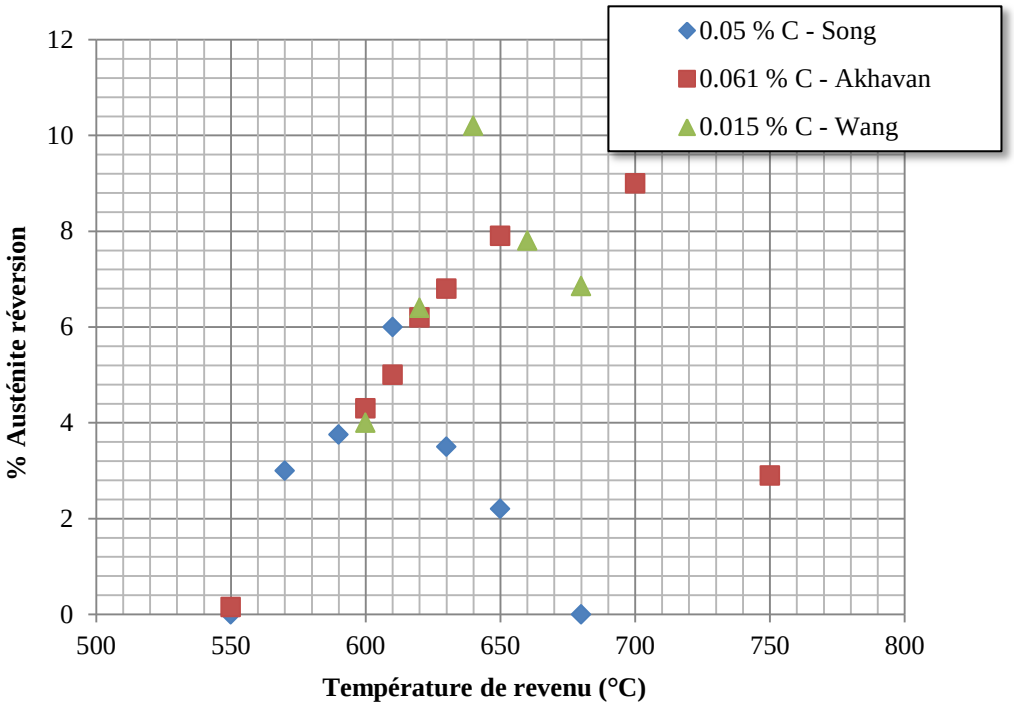


Figure 1-8 : Variation de la teneur en austénite de réversion en fonction de la température de revenu [45-47].

1.2.4.2 Effet du temps de maintien

Plusieurs études ont montré que le temps de maintien du revenu influence la quantité d'austénite qui se formera. Par exemple, Robichaud dans son étude des aciers 13%Cr-4%Ni [48] montre que la teneur en austénite de réversion après 8 heures de revenu à 625°C est de 17% tandis que pour une durée d'une heure à la même température de revenu la teneur en austénite n'est que de 10%. Alors il stipule que la diffusion augmente avec le temps de maintien; ce qui lui permet d'obtenir plus d'austénite de réversion. Dans le même ordre d'idées, Zou et al. [43] ont montré que pour le même acier, un revenu à 600 °C durant 3 heures formera 11.5% d'austénite par contre un revenu à la même température pendant 12 heures formera 14% d'austénite. De même, Song et al. [45] ont démontré que dans un intervalle de température de revenu entre 560°C et 680°C, un maintien de 5 minutes forme moins d'austénite qu'un maintien de 30 minutes. Ils suggèrent que la formation de l'austénite de réversion se fait par diffusion, et dépend du temps de maintien au-dessous d'une température seuil. Enfin, ils ont conclu que la formation de l'austénite de réversion dépend du temps de maintien, de la température de revenu et de la vitesse de diffusion des éléments gammagènes. Pour une étude

de Kim et al. [49] sur un acier TRIP à 5.5 Ni et 4-8% Mn, ces derniers ont démontré que l'austénite formée à un revenu à 670°C/1h contient moins d'éléments gammagènes (Ni et Mn) que celle formée à 600°C/100h. Cependant, le fait d'avoir plus d'austénite provoquerait un enrichissement moindre en éléments gammagènes. Donc, l'austénite obtenue à des températures plus élevées ou pour des temps plus courts serait plus pauvre en éléments gammagènes et donc moins stable à cause de la plus grande proportion de phase qui doit se partager la quantité nominale d'éléments.

1.2.5 Effet du traitement thermique sur les propriétés mécaniques

1.2.5.1 Résistance à la traction et l'allongement à la rupture

Les propriétés minimales spécifiées par la norme ASTM A743 [2] pour un acier CA6NM sont résumées dans le Tableau 1.2. D'après les résultats trouvés dans la littérature, les propriétés mécaniques diffèrent d'un auteur à l'autre. Ceci est dû à plusieurs facteurs tels que la microstructure et les traitements thermiques.

L'effet de la taille des grains sur la résistance à la traction est mis en évidence par la formule de Hall-Petch. Elle démontre que, plus la taille des grains est fine, plus la limite élastique et la résistance à la traction sont élevées car l'affinage des grains augmente le nombre des joints de grains qui empêchent le mouvement des dislocations.

La relation de Hall-Petch fait le lien entre la taille des grains et la limite d'élasticité conventionnelle dans un acier :

$$Re_{0.2} = \sigma_0 + K_d * d^{-1/2}$$

où $Re_{0.2}$ est la limite d'élasticité conventionnelle, σ_0 la constante dont les dimensions sont celles d'une contrainte, K_d le coefficient de Petch propre au matériau et d la taille moyenne des grains [13]. Ainsi, la résistance et la ténacité des aciers martensitiques en lattes sont fortement liées à la taille des paquets et du bloc [32]. Morito et al. [33] ont suggéré que la diminution de la taille des paquets contenus dans les grains parents austénitiques, pour un alliage Fe-0.2C, fait augmenter la limite d'élasticité.

Liu Yu-rong et al. [21] ont trouvé que cette formule est applicable également aux lattes martensitiques, car elles ont un grand angle de joints entre elles. Ainsi la résistance à la traction

varie-t-elle inversement au diamètre de lattes de martensite. Par conséquent, plus la latte de martensite est petite, plus l'effet de renforcement sera grand, ce qui indique que la microstructure et les propriétés de l'acier testé ont une forte corrélation. Donc, la formule de Hall-Petch modifiée s'écrit comme suit :

$$R_e = \sigma_i + K_y D_m^{-1}$$

avec

$$D_m = \frac{2}{\pi}\left\{ w \ln\left[tan\left[\frac{arccos\left[\frac{w}{d_p}\right]}{2} \right] + \frac{\pi}{4} \right] + \frac{\pi}{2} d_p - d_p arccos\left[\frac{w}{d_p}\right] \right\}$$

D_m : le diamètre du faisceau de lattes de martensite
d_p : la longueur de la latte ;
w : la largeur de la latte.

D'autres auteurs ont montré dans un alliage Fe-0.2C que la contrainte d'écoulement augmente quand la taille des paquets diminue conformément à la relation Hall-Petch [33].

Tableau 1.2 : Comparaison des propriétés mécaniques des différents aciers CA6NM [41, 67,68].

Grade	**Limite d'elasticité (MPa)**	**Résistance maximale à la traction (MPa)**	**Allongement (%)**	**Dureté Vickers (HV)**
ASTM A-743 CA-6NM	550 min	755 min	15 min	
Lokomo(A)	836.7	763.2	27	272
Altona(B)	791.2	626.0	27.8	289
Natsume (C)	600	830	----	280
IREQ 2010	763	836	27	----
Hayashi 2011	586	819	20	----

Pour les traitements thermiques, on a montré [51] que la résistance à la traction des échantillons diminue fortement lorsque la température d'austénitisation est comprise entre 1010°C à 1050°C, tandis que la résistance à la traction des échantillons diminue légèrement lorsque la température d'austénitisation est comprise entre 1050°C à 1100°C et que l'allongement et la dureté d'aciers affichent la valeur maximale lorsque la température d'austénitisation est de 1050°C. De même, plusieurs auteurs [45-47, 50] ont démontré que si la température de revenu

augmente entre 550°C et 620°C, la limite d'élasticité et la résistance à la traction diminue, par contre la ductilité augmente à cause de la présence d'austénite de réversion. En plus de la température d'austénitisation, la variation de la composition chimique entre les aciers CA6NM est un autre facteur affectant la variation des propriétés mécaniques de traction (Tableau 1.2) puisque ces aciers ont différentes compositions chimiques.

1.2.5.2 Effet sur la dureté

La diminution de la dureté avec l'augmentation de la température de revenu est indiquée par plusieurs auteurs [45, 46]. De la courbe de revenu d'un acier CA6NM, il est clair que la dureté chute à 300 HV pour un revenu à 620°C à partir d'une valeur de 400 HV à l'état trempé. Quant à Balan et al. [51], pour un acier 16Cr-2Ni, ils ont expliqué que la baisse de la dureté est due à la précipitation du M_3C qui provoque le ramollissement de la martensite en raison de l'épuisement en carbone.

1.2.5.3 Essai de résilience Charpy

La résistance au choc est une autre propriété importante qui est directement influencée par la microstructure et la teneur en carbone de l'acier. Le test normalisé au choc Charpy à entaille en V est recommandé pour la détermination de cette propriété. Dans les nuances d'aciers martensitiques, une transition de la rupture ductile-fragile est importante lorsque la température des tests diminue. Cette transition est affectée par le niveau d'énergie absorbée et aussi sur l'aspect de fracture. Les résultats des tests d'impact sont présentés dans la Figure 1-9, où la quantité d'énergie absorbée par le matériau lors de l'impact est tracée en fonction de la température d'essai. Le niveau d'énergie indique la capacité du matériau à absorber la déformation plastique au cours du processus de rupture. Il est à noter que les aciers CA6NM [70] présentent un comportement ductile à une température supérieure à 0°C. Il peut être constaté que le niveau d'énergie reste au niveau compris entre 95J à 155J. Ces aciers sont donc très résilients.

Le CA6NM est un acier à faible teneur en carbone (%C $\leq$ 0.06). Le carbone fragilise le matériau donc l'énergie requise pour entraîner la rupture sera plus importante aussi bien pour un acier à fort taux de carbone que pour un acier à faible taux de carbone (Figure 1-9). On constate également que les aciers à plus faible teneur en carbone ont une température de

transition fragile-ductile plus basse. Donc, ces aciers ont un domaine de ductilité plus important. En somme, la résistance à la propagation brutale de fissure augmente lorsque la teneur en carbone diminue. Ainsi, le CA6NM est caractérisé par une grande ductilité et une grande ténacité.

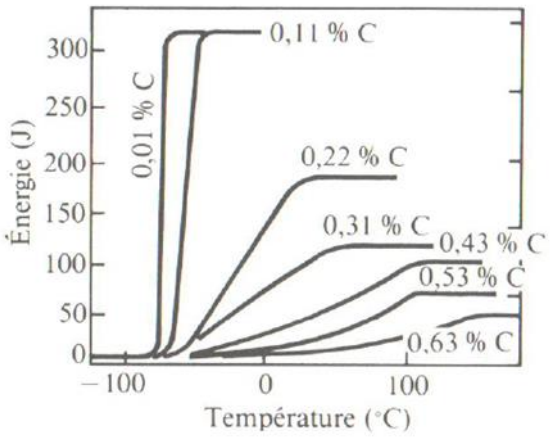


Figure 1-9 : Impact de la teneur en carbone des aciers sur la résilience [13].

En plus de la teneur en carbone, des auteurs ont constaté que la réduction de la taille des grains peut diminuer la température de transition ductile/fragile. Par exemple Roberts [52] a indiqué que la température de transition ductile-fragile diminue en affinant la taille des paquets pour un alliage Fe-Mn, ce qui implique que la température de transition ductile-fragile diminue si la largeur du bloc et la taille des grains parents d'austénitique diminuent car Morito [32, 33] a démontré que celles-ci sont proportionnelles à la taille des grains parents d'austénite.

1.3 Transformation induite par plasticité (effet TRIP)

L’effet TRIP (Transformation Induced Plasticity), où la transformation induite par la plasticité est la transformation d’une phase métastable à une autre phase plus stable induite par déformation à une température au-dessous de la température d'équilibre thermodynamique [53-55]. Cette nouvelle phase est accompagnée d'un changement de volume. Pour les aciers TRIP, Abareshi [56] a suggéré que l’effet TRIP est le facteur clé de l’optimisation de la ductilité de l’alliage. L’amélioration des propriétés mécaniques monotones par effet TRIP a fait l’objet de plusieurs études. Ces études ont démontré que la limite d'élasticité et la ténacité de ces types

d’alliages sont les plus élevées [57]. En effet, ce phénomène permet d'augmenter fortement la ténacité ainsi que la ductilité en retardant la striction.

De même pour des essais Charpy , Iwabuchi et al. [58] dans leur étude des aciers inoxydables martensitiques dont la teneur en Ni est comprise entre 1% et 6%, expliquent que la bonne résilience est associée à la température de revenu et à la quantité d’austénite de réversion formée, en d’autres mots, à l’effet TRIP puisqu’il y a une relation directe entre la présence d’austénite de réversion et l’effet TRIP comme on a expliqué précédemment.

Certaines études [59, 60] ont démontré que la sollicitation sous contrainte cyclique d’un acier inoxydable austénitique métastable implique un processus de déformation plastique, ce qui aboutit à une transformation en phase martensitique. Ils ont suggéré que la transformation de phase est principalement localisée au fond de fissure et qu’elle influence la vitesse de propagation car les contraintes de compression résultant de la transformation de l’austénite en martensite sont induites principalement lorsque le changement de volume est localisé, ce qui retarde la vitesse de croissance des fissures à la suite de la réduction de l'intensité de contrainte à la pointe de la fissure (Figure 1-10) [59]. D’autres études [43, 61] suggèrent que la concentration de contrainte diminue à cause de l’augmentation du rayon au fond de la fissure par émoussement induit de la transformation de l'austénite en martensite.

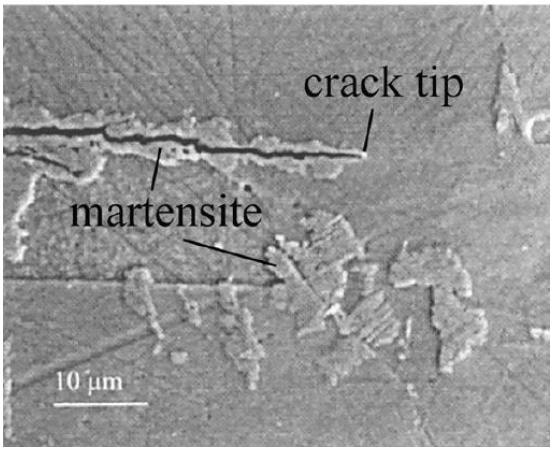


Figure 1-10 : Transformation de l'austénite résiduelle en martensite le long d'une fissure de fatigue propagation [62].

De même, la répartition des lattes d’austénite et leur quantité ont un effet sur la propagation de la fissure. Krupp et al. [62] ont démontré qu’une quantité plus élevée d’austénite de réversion

améliore la vie en fatigue des aciers inoxydables austénitiques AISI 301 dans le régime LCF (low-cycle fatigue) par contre elle est non bénéfique pour la vie en fatigue dans le cas du régime HCF (High-cycle fatigue). Ceci est expliqué par la formation de très fines particules de martensite dans la zone plastifiée adjacente à la fissure, ce qui bloque efficacement le mouvement de dislocation et rend la vitesse de propagation de fissure plus petite. D'autre part, Parker et al. [63] ont démontré que des particules fines dispersées d'austénite retardent la propagation des fissures par fatigue. En outre, la transformation de l'austénite en martensite lors de la déformation introduit une contrainte de compression qui est également considérée pour améliorer la résistance à la fatigue. De même, Godin [40] a trouvé que la taille de l'austénite serait le facteur le plus influent sur sa stabilité mécanique, indépendamment de sa stabilité thermique (composition chimique). Il a aussi suggéré qu'une matrice dure aurait contribué à limiter et à ralentir la transformation d'une austénite fine sous une contrainte cyclique.

Pour le même type d'acier, Khan et al. [64] ont montré que la transformation d'une austénite plus instable permet de diminuer la vitesse de propagation par rapport à celle d'un acier AISI 302 dont l'austénite est plus stable. La composition chimique de la phase métastable a un effet sur sa stabilité mécanique. Krupp et al. [62] ont démontré que la diminution de la concentration de carbone par décarburation à haute température favorise la transformation d'austénite en martensite et conduit à un renforcement cyclique prononcé pendant la déformation contrôlée pour des aciers inoxydables austénitiques AISI 301 (Figure 1-11). De même pour des aciers TRIP, Abareshi et al. [56, 65] ont suggéré que la teneur en carbone augmente la stabilité de l'austénite résiduelle. Cette stabilité élevée permet la transformation induite par déformation d'austénite sans changement brusque de durcissement conduisant ainsi à un allongement amélioré de l'alliage.

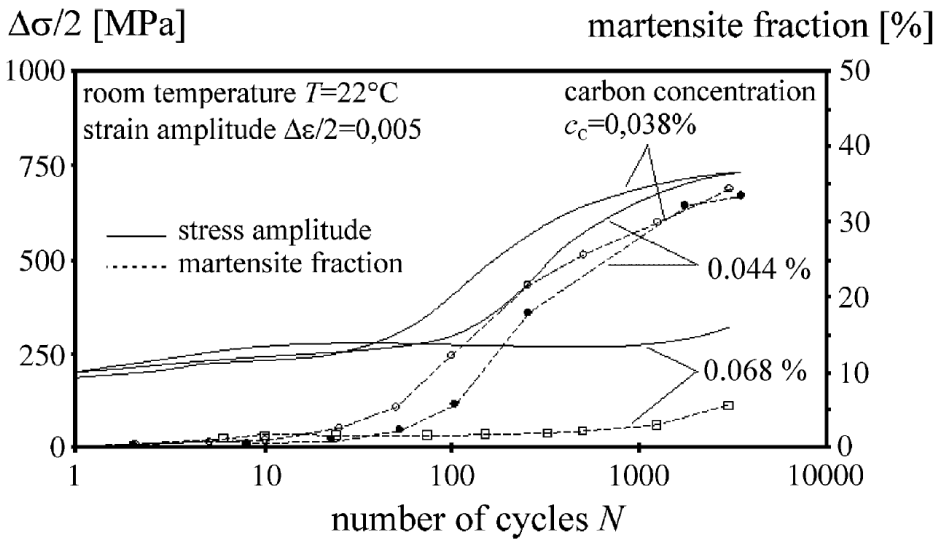


Figure 1-11 : Courbes de déformation cyclique pour trois différentes concentrations de carbone d'un acier inoxydable austénitique AISI301 [62].

Cette transformation TRIP, d'après Chanani et Antolovich [57], n'est pas toujours réalisable sauf si on dépasse une valeur seuil d'amplitude de déformation plastique. Selon Scheil [66], la transformation martensitique peut commencer à une contrainte inférieure à la limite d'élasticité de l'austénite, en particulier en présence de ferrite. Timokhina et al. [67] ont observé ce phénomène dans les aciers TRIP, où les grains épais d'austénite résiduelle située entre les grains de ferrite ont été facilement transformés lors de la déformation axiale. Dans le cas des aciers CA6NM, c'est l'austénite de réversion, une phase métastable à la température de l'essai, qui se transformera en martensite quand une contrainte de déformation est appliquée.

Pour des essais de fatigue propagation de ces aciers, jusqu'à cette date aucune étude n'a pu démontrer l'influence de l'effet TRIP sur la vitesse de propagation. Mais une étude menée par Thibault et al. [44] a montré que la zone plastique en fond de fissure d'un acier CA6NM ne contenait plus d'austénite de réversion après environ 100 cycles et que l'austénite de réversion en fond de la fissure s'était totalement transformée en martensite lorsque le ΔK est supérieur au ΔK_{th}. Par conséquent, ils ont constaté que la plasticité de transformation par effet TRIP dans les aciers CA6NM, explique leur ténacité élevée [44]. Récemment, Godin a trouvé que 2.2% d'austénite de réversion contenue dans un acier 13%Cr-4%Ni se transforme après 3 cycles et qu'environ 2% persiste dans la matrice après 20 cycles suivant le traitement thermique et la composition chimique considérés.

En comparant la vitesse de propagation de fissure dans un acier martensitique et austénitique, Bathias et Pelloux [68] ont indiqué que la vitesse est plus réduite dans des aciers instables austénitiques que dans les aciers maraging pour des $\Delta K \leq 32$ MPa.m$^{1/2}$. À des valeurs plus élevées de contrainte moyenne, l'effet bénéfique de la transformation martensitique sur la vitesse de croissance des fissures de fatigue est essentiellement compensé par un effet accélérateur produit par l'augmentation du taux d'écrouissage de l'alliage en raison des grandes quantités de martensite fraîche formée [64] . En effet, l'expansion volumique et la déformation produite par la transformation de phase permettraient de ralentir la propagation. Par contre, la présence de martensite fraîche en fond de fissure l'accélérerait. L'existence simultanée de ces deux phénomènes rend la prévision de la vitesse de propagation difficile.

1.4 La fatigue

Les courbes S-N de fatigue montrent qu'une amplitude à faible niveau de contrainte (nombre élevé de cycles à la rupture) pour deux aciers CA6NM, peut amener une durée de vie qui diffère de plusieurs ordres de grandeur. En outre, la limite de fatigue de ces aciers peut être profondément altérée par le milieu environnant liquide ou gazeux. Cet effet néfaste est illustré dans le tableau où sont comparées les durées de vie en fatigue sous contrainte alternée à l'air ambiant, dans l'eau de mer et dans un milieu corrosif. À l'eau de mer ou dans un milieu corrosif, le nombre de cycles à la rupture s'avère beaucoup plus faible que dans l'air ambiant. De même, le procédé d'élaboration d'un matériau CA6NM a une influence sur la vie en fatigue. En effet, la limite d'endurance des aciers élaborés avec le processus sous vide est meilleure que celle des aciers élaborés par la méthode classique au four à arc électrique et le ratio de différence peut atteindre environ 2.

La taille des grains a aussi une influence sur la limite d'endurance des matériaux. En effet, plus les grains sont petits, plus il y a de joints de grains donc plus la résistance à la fatigue sur bords lisses augmentera (Figure 1-12).

Tableau 1.3 : Comparaison des limites d'endurance des différents aciers CA6NM.

Aciers CA6NM	**Limite d'endurance σ_e (MPa)**	**Nombre de cycle**	**Type de contrainte**	**Environnement**
Niederau [69]	320	$2.\ 10^7$	En flexion	Air
Niederau [69]	75	$2.\ 10^7$	En flexion	Eau de mer
Vaculok [70]	290	10^8	--------	Air
EAF [70]	130	10^8	--------	Air
Natsume [71]	340	10^7	En flexion	Air
Natsume [71]	275	10^7	Traction-compression	Air
Gysel par AOD [9]	100	10^8	Flexion plane	Milieu corrosif
Gysel par four à arc électrique [9]	52	10^8	Flexion plane	Milieu corrosif

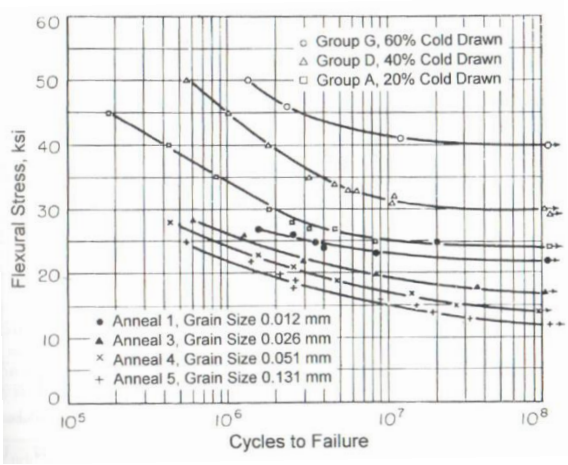


Figure 1-12 : Influence de la taille des grains sur la fatigue en flexion [61].

1.4.1 Propagation de fissures longues par fatigue

Sous un chargement cyclique, dans une fissure existante, on peut représenter à l'échelle logarithmique au niveau des abscisses et des ordonnées le graphique *da/dN-ΔK* afin d'évaluer graphiquement la résistance à la propagation des fissures. Il est typiquement constitué de trois régions bien distinctes (Figure 1-13). Deux régions asymptotiques situées aux extrémités de la courbe [72, 73], liées par région centrale qui a un comportement linéaire. Ces trois régions sont :

a)- La région du seuil

C'est la région qui limite l'extrémité inferieure de la courbe par un seuil qu'on appelle seuil de propagation, en-dessous duquel il n'y a pas d'avancement de la fissure. Cette région est caractérisée par une faible vitesse de fissuration.

b)- La région de Paris

C'est une région intermédiaire régie par l'équation empirique de Paris. Ce dernier a suggéré que la contrainte qui produit la fissure est visée par la demande de facteur d'intensité de contrainte appliquée ΔK et il a estimé que la VPF (vitesse de propagation de fissure) augmente avec ΔK appliqué selon une loi de puissance [74].

$$\frac{da}{dN} = C\ \Delta K^m$$

Où *da/dN* est la vitesse de propagation de fissure (par cycle) et *m* et *C* des constantes du matériau.

c)- La région de rupture brutale

C'est l'autre extrémité de la courbe où la vitesse de fissuration est haute et les valeurs de *ΔK* sont élevées. La vitesse est caractérisée par une propagation instable de la fissure.

Dans ce qui suit, on propose de présenter une revue bibliographique de la plupart des résultats des aciers CA6NM dans la région de Paris ainsi que dans la région du seuil.

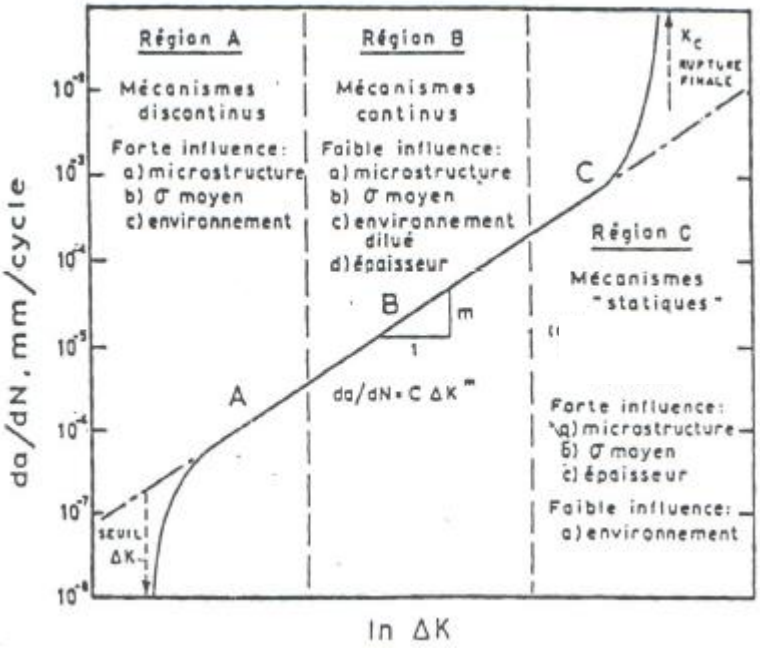


Figure 1-13 : Forme typique de la courbe reliant la vitesse de propagation d'une fissure (da/dN) à la variation du facteur d'intensité de contrainte ΔK [72].

1.4.1.1 Domaine de Paris

L'acier CA6NM dans un environnement plus corrosif (eau) à une vitesse de propagation plus rapide que dans un milieu moins corrosif, l'air par exemple (Figure 1-14).

La taille des grains a un effet sur la vitesse de propagation de fissure. En effet, de récentes études démontrent qu'une microstructure fine est moins résistante à la propagation des fissures qu'une microstructure grossière [34]. Cet effet s'explique par la tortuosité du parcours qui augmente dans une microstructure grossière.

La Figure 1-14 récapitule le comportement de différents aciers CA6NM dans la zone de Paris dans des environnements différents. Pour un ΔK=4.9 MPa.m$^{1/2}$ pour l'acier Lokomo, la vitesse est 10^{-7}mm/cycle et pour l'acier IREQ2010 la vitesse vaut 1.8×10^{-7}mm/cycle, ce qui confirme que la vitesse de propagation dépend du traitement thermique, de la composition chimique, de la microstructure et de l'environnement.

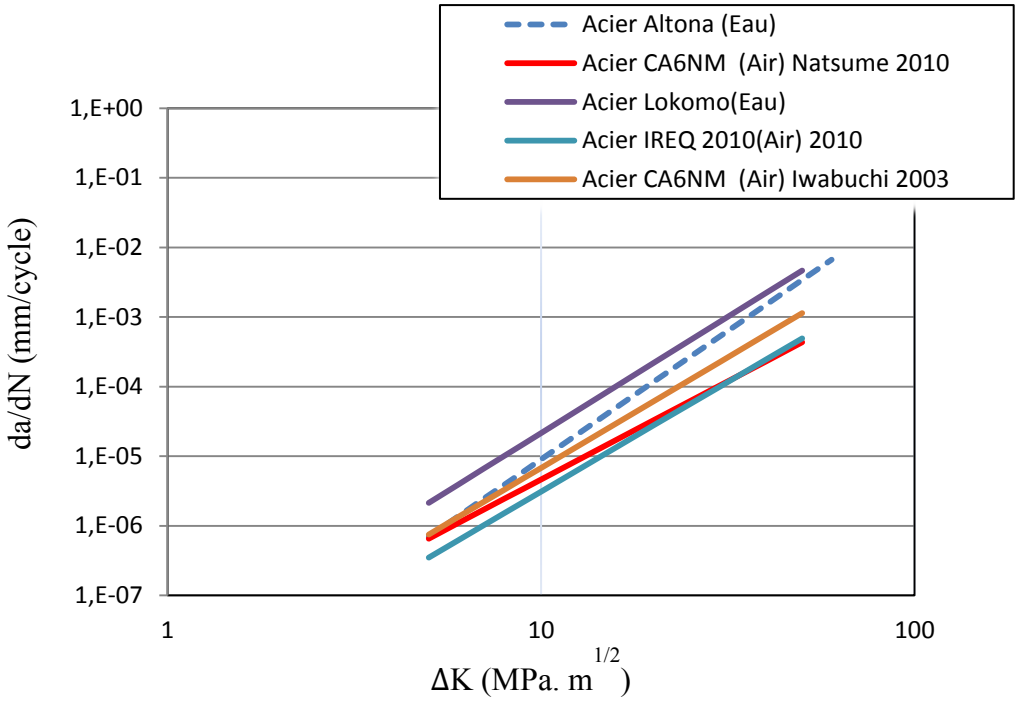


Figure 1-14 : Courbe *da/dN-ΔK* dans la zone de Paris pour différents alliages CA6NM [50, 70, 71, 75].

Tableau 1.4 : Valeurs des constantes de la relation de Paris correspondant aux courbes de la Figure 1-14 [50, 70, 71, 75].

Microstructure	***C*** **((mm/cycles)/(MPa.m$^{1/2}$)^{m})**	***m***
Lokomo(A)	1.84x 10^{-10}	3.69
Altona(B)	9.86x 10^{-10}	3.34
IREQ 2010	2.2x 10^{-9}	3.15
Natsume (C)	7x 10^{-9}	2.82
Iwabuchi 2003	4.49x10^{-8}	3.18

1.4.1.2 Région de seuil de propagation

Si une fissure préexiste dans le matériau, elle ne peut pas se propager tant que son ΔK est en dessous du seuil de propagation ΔK_{th}. Plusieurs paramètres peuvent influencer le seuil de fissuration : la microstructure de l'alliage, l'environnement où l'essai est exercé, et la contrainte appliquée. Dans le cas d'effet de la microstructure, le seuil de propagation augmente si le

matériau possède de gros grains (Figure 1-15) ou si sa limite d'élasticité est faible [76]. De même le seuil de propagation change dans un acier à double phase en fonction du traitement thermique appliqué.

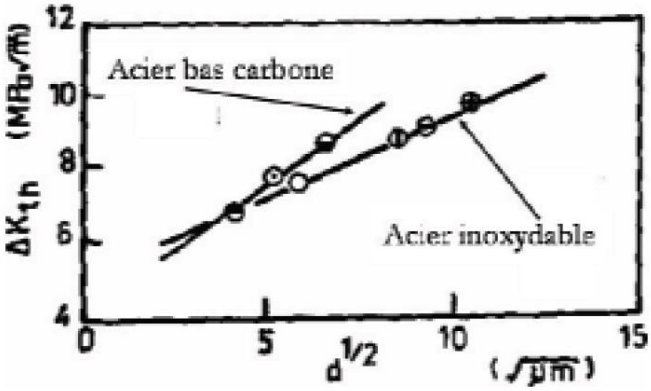


Figure 1-15 : Influence de la taille des grains sur le seuil de propagation [77].

Plusieurs études ont montré que le seuil de propagation peut être influencé par l'environnement. Dans l'air, le seuil de fissuration est moins élevé que sous vide. En effet, sous sollicitation alternée d'un acier inoxydable type 304, le seuil de propagation sous air est plus faible que sous vide [78]. D'autres études ont montré que l'augmentation du rapport entre la charge minimale et la charge maximale (R) implique une diminution de la valeur du seuil de propagation [79]. L'influence du rapport de charge est expliquée par le phénomène de fermeture. Par contre, d'après Oni [80] , pour des aciers à haute résistance ASTM 819B (30NCD16) et ASTM 9310 (16NCD13), la valeur du seuil demeure constante quelle que soit la valeur du rapport de charges. R. Ritchie [81] a montré qu'une fréquence d'essai comprise entre 50 et 1000 Hz n'influence pas le seuil de propagation pour un alliage de titane. Pour des aciers CA6NM, J. Lanteigne et al. [70] ont étudié l'effet de deux fréquences, l'une 20 Hz et l'autre 5 Hz sur la valeur du seuil. Ils ont constaté que cette valeur augmente légèrement de 4.5 à 4.9 MPa.m^{½} avec une diminution de la fréquence. Donc pour des composants impliquant de faibles facteurs d'intensité de contrainte, les résultats obtenus avec les données de 20 Hz seraient plus conservateurs que ceux de 5 Hz.

Les valeurs présentées dans le Tableau 1.5 sont tirées de littérature en utilisant différents protocoles expérimentaux et méthodologies. Les données expérimentales disponibles ne

permettent pas de définir la valeur la plus probable. La valeur du ΔK seuil la plus faible signalée pour un rapport de charge de 0.7 est ΔK_{th} = 2.07 MPa.m^{½} par Bui-Quoc [82].

Tableau 1.5 : Influence de l'environnement et du rapport de charge sur le seuil de propagation ΔK_{th}.

Aciers CA6NM	**Rapport de charge (R)**	**ΔK_{th} (MPa.m$^{1/2}$)**	**Environnement**
Lanteigne [70] (Altona)	0.1	4.50	Dans l'eau
Bui-Quoc [82](Altona)	0.7	2.37	Dans l'eau
Lanteigne [70] (Lokomo)	0.1	4.50	Dans l'eau
Bui-Quoc [82] (Lokomo)	0.7	2.07	Dans l'eau
Tanaka [83]	0.05	4.60	Dans l'eau
Tanaka [83]	0.7	2.20	Dans l'eau
Thibault [44]	0.1	3.9	Air
Hayashi 2011 [71]	0.7	3.7	Air

D'autre part, nous observons que la valeur la plus élevée mesurée est ΔK_{th} = 4.6 MPa.m$^{1/2}$ à R = 0.1 rapportée par Tanaka [146]. En dépit de certaines incertitudes, nous pouvons définir la ΔK_{th} d'un acier CA6NM dans un intervalle compris entre 2.07 à 4.6 MPa.m$^{1/2}$ dépendamment du rapport de charge et de l'environnement d'essai. Les résultats du tableau illustrent typiquement l'effet de l'environnement (air ou eau) ainsi que l'effet du rapport de charge sur ΔK_{th} trouvés par plusieurs auteurs. Le seuil de propagation sous l'air est plus faible que sous l'eau. Ceci peut s'expliquer par l'effet de fermeture de fissure et de corrosion.

1.4.2 Concept de fermeture des fissures

Au cours d'un chargement cyclique d'une fissure, le fait que cette dernière se soit fermée prématurément avant d'atteindre la charge minimale, est appelé concept de fermeture de fissure. L'explication et la mise en évidence expérimentale de ce phénomène ont été apportées par les travaux d'Elber [129].

$$\Delta K_{eff} = K_{\max} - K_{op}$$

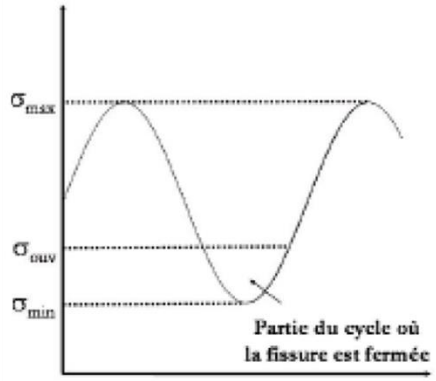


Figure 1-16 : Graphe représentant le concept de fermeture des fissures.

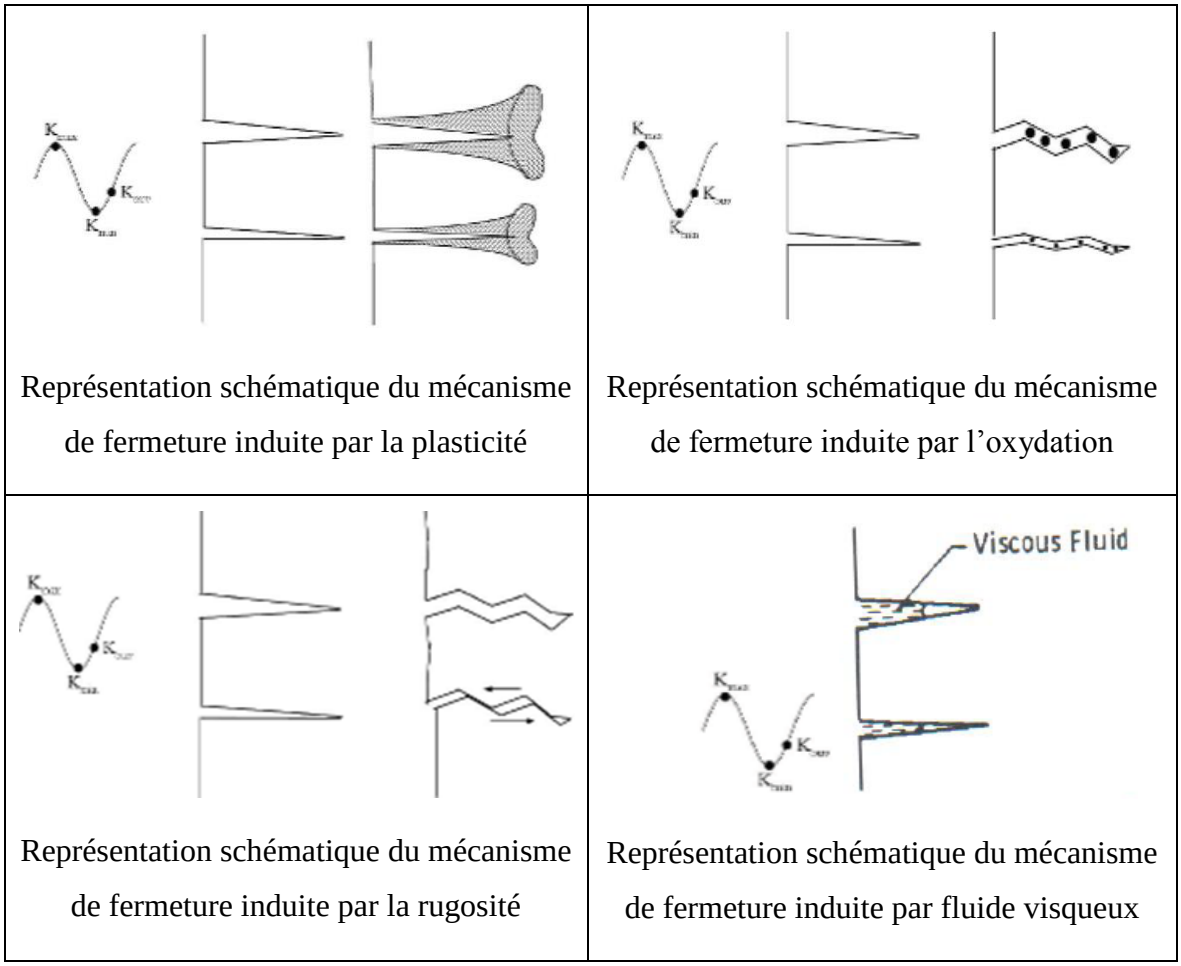
Donc, dans n'importe quelle étude sous chargement cyclique, il est obligatoire de tenir compte du phénomène de fermeture de fissure. Plusieurs paramètres peuvent le créer, par exemple le type de chargement, l'environnement, le rapport de charge et la longueur de fissure. Les plus importants mécanismes responsables de la fermeture des fissures sont [72]:

La fermeture induite par la plasticité : Durant la propagation de la fissure, les contraintes de compression, créées autour de la fissure lorsque la charge tend vers zéro, empêchent l'ouverture de la fissure, diminuant ainsi l'ouverture théorique du front de fissure.

La fermeture due à l'oxydation : Ce type de fermeture est prédominant au voisinage du seuil de propagation et la deuxième raison invoquée pour expliquer le phénomène de fermeture. Il est créé par dépôt des débris d'oxyde sur les nouvelles surfaces fraîchement rompues [84].

La fermeture induite par la rugosité : Si les lèvres de la fissure, suite au glissement des surfaces l'une par rapport à l'autre, perdent leurs coïncidences, ou que les surfaces de rupture ne sont pas lissent ou rigoureusement lisses, alors une fermeture prématurée peut intervenir [84]. C'est ce qu'on appelle la fermeture induite par la rugosité.

La fermeture induite par transformation de phase (effet TRIP): La transformation de l'austénite de réversion en martensite sous l'effet de déformation plastique en fond de fissure a pour conséquence d'améliorer substantiellement la résilience [84] par ralentissement de propagation de fissure. Dans les aciers inoxydables 13%Cr-4%Ni, c'est l'austénite reformée qui est responsable de ce type de fermeture, sa quantité peut atteindre jusqu'à 25%.



Représentation schématique du mécanisme de fermeture induite par la plasticité

Représentation schématique du mécanisme de fermeture induite par l'oxydation

Représentation schématique du mécanisme de fermeture induite par la rugosité

Représentation schématique du mécanisme de fermeture induite par fluide visqueux

Figure 1-17 : Différents types de fermeture dans un acier CA6NM [84].

1.5 Conclusion

L'étude de l'effet des traitements thermiques et de la microstructure sur les propriétés mécaniques des aciers CA6NM n'est pas simple car elle dépend de plusieurs facteurs tels que la composition chimique, le mode d'affinage, la taille des grains parents austénitiques, la température et la durée d'austénitisation et de revenu. De plus, ces facteurs sont dépendants

l'un de l'autre ce qui rend l'étude de ce type d'acier difficile et son comportement mécanique sous une charge monotone ou dynamique non prévisible.

Les travaux préliminaires sur les aciers de type CA6NM ont démontré que l'exploitation des données trouvées reste insuffisante pour la compréhension de leurs propriétés mécaniques. Par ailleurs, l'examen des travaux antérieurs relatifs aux aciers CA6NM et aux nuances proches nous a mené à constater qu'une étude plus rigoureuse pour comprendre le comportement de ce matériau aux charges appliquées prendra en considération toutes les étapes, à partir de leur élaboration jusqu'à leur utilisation finale et dont on citera essentiellement:

La composition chimique : comme le carbone et le nickel qui aident à la formation d'austénite de réversion, ainsi que l'azote et le chrome qui forment des carbures de chrome ou nitrures de chrome.

Le procédé de fabrication : récemment on utilise soit le procédé AOD (Argon Oxygen Decarburization) ou le procédé VOD (Vacuum Oxygen Decarburization) pour l'affinage des aciers inoxydables. Apparemment à notre connaissance aucune étude comparative entre les deux procédés n'a été effectuée pour savoir leur effet sur les propriétés mécaniques du matériau.

L'austénitisation : Le choix du couple température d'austénitisation / temps de maintien est primordial au cours d'une austénitisation. Le maintien en température doit être suffisamment long pour permettre une bonne homogénéisation de l'austénite et la dissolution des carbures présents sans causer le grossissement de la taille des grains.

Taille des grains : Un grain parent austénitique est divisé en paquets. Ceux-ci sont subdivisés en blocs qui contiennent un groupe de lattes avec pratiquement la même orientation. Ainsi, la résistance et la ténacité des aciers martensitiques en lattes sont fortement liées à la taille des paquets et des blocs.

Le revenu : Après le revenu à une température au-dessous d'Ac1, les microstructures observées sont des précipités fins de carbures ainsi que des lamelles d'austénite de réversion. L'austénite de réversion ne sera pas transformée en martensite, même à très basses températures. Cependant, une fois la déformation plastique est produite, l'austénite de réversion va absorber le travail de déformation et se transformer partiellement en martensite.

La quantité en austénite de réversion dépend essentiellement de la composition chimique, du temps de revenu et de sa température.

Tous ces facteurs entre autres vont rendre le comportement mécanique sous une charge monotone ou dynamique imprévisible. De plus, ces facteurs sont dépendants l'un de l'autre, ce qui rend l'étude d'un acier de ce type difficile.

Les efforts de recherche des dernières années ont apporté beaucoup de connaissances sur le CA6NM, mais il reste encore des points non étudiés comme l'effet de la teneur en carbone et de la quantité en austénite de réversion sur la vitesse de propagation de fissure et sur les propriétés mécaniques monotones ainsi que sur la microstructure dans le but d'élargir les connaissances sur les propriétés du matériau de base et de son comportement, en chargement statique et en fatigue. Il en résultera, une plus grande fiabilité et une plus grande durabilité des turbines hydrauliques des centrales hydroélectriques.

Objectif du projet :

L'objectif principal consiste à quantifier et à interpréter l'influence de la teneur en carbone sur la résistance du métal de base de type CA6NM à la propagation des fissures de fatigue.

Les objectifs spécifiques visent à

1) Étudier l'effet du carbone sur les microstructures produites après les traitements thermiques de l'acier.
2) Mettre en évidence et comprendre l'effet des différentes microstructures et de la teneur en carbone sur les propriétés mécaniques monotones.
3) Quantifier l'influence du carbone sur les propriétés de fatigue propagation pour les fissures longues, tant au seuil que dans le régime de Paris de l'acier inoxydable martensitique CA6NM.

CHAPITRE 2 DÉMARCHE EXPÉRIMENTALE

2.1 Matériaux tels que reçus

Selon la norme ASTM-A743 (Spécification standard pour pièces coulées, Fer-Chrome, Fer-Chrome-Nickel, Résistance à la corrosion pour applications générales), les matériaux dits « tels que reçus » sont des aciers inoxydables de type CA6NM (X6CrNiMn12-4), leur composition chimique est donnée dans le Tableau 2.1. L'acier 0.018% C et l'acier 0.033% C ont une composition chimique selon la norme A743M - 06 [2] mais l'acier à 0.067% C contient trop de carbone pour être dans la fourchette acceptable de cette norme. Néanmoins, il est d'un grand intérêt d'étudier l'effet de la teneur en carbone. En plus de leurs différentes teneurs en carbone, ils se différencient également par le traitement thermique qu'ils ont reçu. Afin de simplifier la notation, ils seront nommés par leur teneur en carbone 0.018% C, 0.033% C et 0.067% C. Le premier et le dernier lot sont élaborés par le même fabricant, tandis que le 0.033% provient d'un autre fabricant. Les différences entre les lots sont l'épaisseur finale de découpage (Figure 2-1) et la composition chimique (essentiellement la teneur en carbone, voir Tableau 2.1). Les blocs d'acier reçus pour faire les tests ont pour dimension d'environ 14 cm x 9 cm x 4 cm (Figure 2-1).

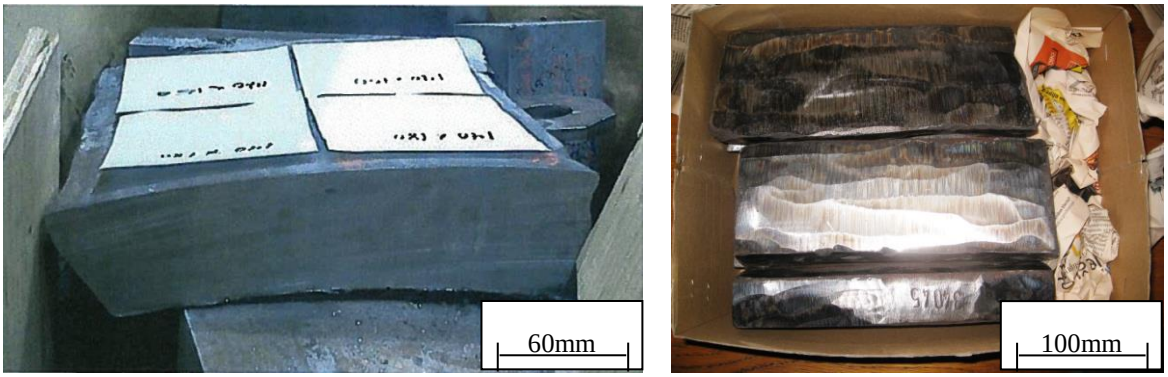


Figure 2-1 : Les blocs d'aciers étudiés résultant du découpage des aubes effectuées par plasmas ou à l'arc-air.

Chacun des lots a subi un traitement thermique d'austénitisation et une trempe à l'air suivie d'un revenu. La température et le temps de maintien sont gardés confidentiels par le fabricant,

mais à titre indicatif les trois aciers ont reçu un traitement d'austénitisation, une trempe et deux revenus.

2.2 Composition chimique des aciers

On a mesuré la composition des trois matériaux selon les normes ASTM E1479 et ASTM E1019 par ICP-EAS (Inductively Coupled Plama-Emission Atomic Spectrometer) et combustion respectivement.

Tableau 2.1 : Composition chimique des alliages, % massique des éléments.

Aciers	C	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	P	S	Nb	Co	N
0.018% C	0.018	12.42	3.65	0.52	0.51	0.28	0.026	0.005	0.01	0.03	0.033
0.033% C	0.033	13.27	4.06	0.50	0.75	0.40	0.020	0.007	0.01	0.02	0.008
0.067% C	0.067	12.51	3.73	0.40	0.88	0.34	0.021	0.012	0.01	0.03	0.052

2.3 La microstructure des aciers tels que reçus

Les trois lots tels que reçus sont polis et attaqués chimiquement par Fry modifié comme indiqué aux Figure 2-2, Figure 2-3, Figure 2-4 ainsi la quantité des phases en présence dans les trois lots tels que reçus et la taille des grains en plus de la microdureté sont présentées dans le Tableau 2.2 : La taille des grains, la quantité et la microdureté des phases en présence dans les trois lots tels que reçus.

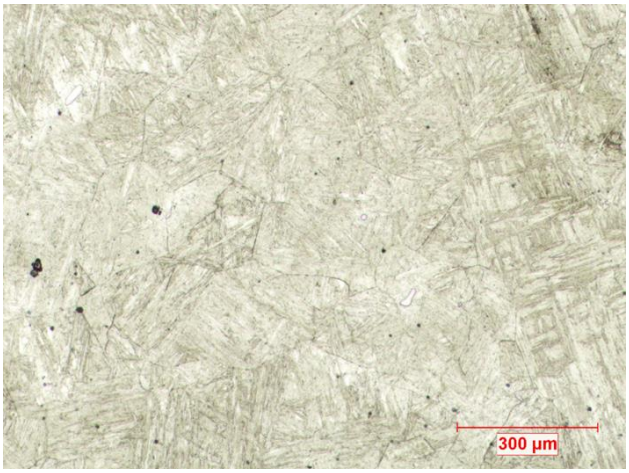


Figure 2-2 : Microstructure du 0.018% C (traitement tel que reçu, 100X).

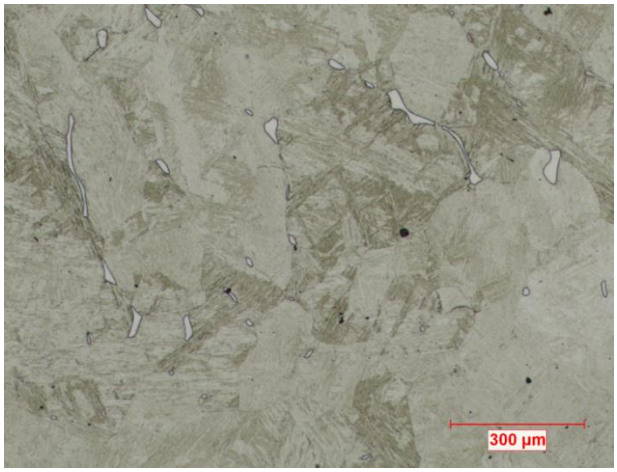


Figure 2-3 : Microstructure du 0.033% C (traitement tel que reçu, 100X).

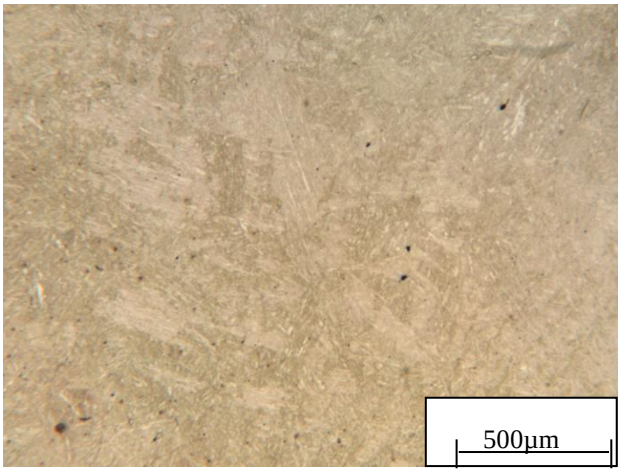


Figure 2-4 : Microstructure du 0.067% C (traitement tel que reçu, 50X).

Tableau 2.2 : La taille des grains, la quantité et la microdureté des phases en présence dans les trois lots tels que reçus.

Lot tels que reçu	**Phase**	**Taille des grains (µm)**	**Quantité (%)**	**Micro–dureté (HV)**
0.018% C	Ferrite	23.74	< 0.3	213
	Martensite	231.43	99.55	280-292
0.033% C	Ferrite	35.95	1.27	217-238
	Martensite	240.84	98.73	302-314
0.067% C	Ferrite	18.59	<0.07	-------
	Martensite	293.23	99.93	310-318

Les résultats de ce tableau seront discutés dans le Chapitre 3.

2.4 Traitements thermiques

2.4.1 Austénitisation

Afin d'homogénéiser la taille des grains et la microstructure des lots tels que reçus, nous avons fait subir aux échantillons une austénitisation pour obtenir après refroidissement une microstructure 100 % martensitique. Pour un acier inoxydable martensitique tel que le CA6NM, le traitement d'austénitisation nécessite une température élevée, comprise entre de 950°C et 1100°C.

Pour que les variations de propriétés mécaniques monotones ou aussi de propagation de fissure ne proviennent pas de la différence de la taille des grains, on s'est fixé comme objectif l'obtention d'une taille moyenne de grains semblable sur les trois lots du CA6NM. C'est pourquoi la température d'austénitisation et la durée adoptées doivent être choisies adéquatement car la composition chimique n'est pas identique, en particulier la teneur en carbone (voir la section 1.2.2).

Alors, les traitements thermiques sont partagés en deux parties. Dans la première partie d'étude, on s'est concentré sur l'effet des traitements thermiques à l'égard de la microstructure et de la dureté. Mais puisque les formats des lots reçus ne sont pas adaptés pour effectuer de telles mesures ou pour observer facilement les surfaces au microscope, on a réalisé des découpes sur les blocs pour obtenir des échantillons de 1 cm^3 ensuite on leur a fait les traitements thermiques souhaités suivis par la mesure de la taille des grains parents austénitiques, puis par celle de la dureté ainsi que celle de la microdureté. Donc dans cette première partie, on a chauffé ces cubes à 1040°C pendant une heure suivi par des revenus à différentes températures pour adoucir la martensite. Le schéma du cycle thermique imposé aux cubes est tracé à la Figure 2-5.

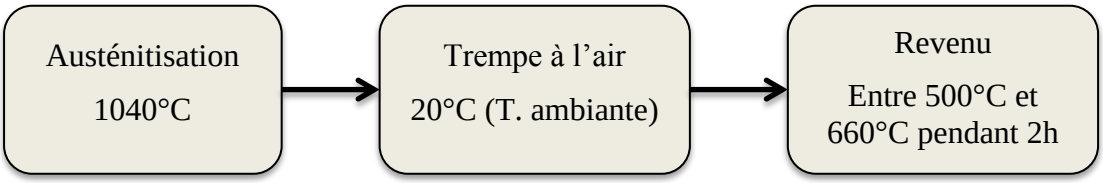


Figure 2-5 : Schéma récapitulatif des traitements thermiques de la première partie d'étude.

Dans la deuxième partie des traitements thermiques, on a utilisé les résultats trouvés dans la première partie. En effet, on a choisi la durée et la température d'austénitisation ainsi que les températures de revenus appropriées. Alors, il a été décidé de chauffer les échantillons à une température d'austénitisation de 1040°C pendant des durées qui diffèrent suivant la teneur en carbone de l'alliage.

La température d'austénitisation est constante à 1040°C dans un four à résistance électrique avec une marge d'erreur thermique de ±3°C. La durée d'austénitisation des trois lots est différente. En effet, le choix de la durée d'austénitisation pour le 0.018% C et 0.033% C est fixé à 1h pour une épaisseur de 10 mm tandis que pour le lot de 0.067% C la durée est 1h et demi pour la même épaisseur. Après avoir effectué les traitements thermiques convenables, on a remesuré la taille finale des grains de nos échantillons afin de s'assurer qu'ils aient approximativement une microstructure de même échelle.

Les traitements thermiques d'austénitisation et de revenu ont été effectués sur les blocs originaux (Figure 2-1) avant de les découper suivant l'éprouvette d'essai mécanique souhaitée.

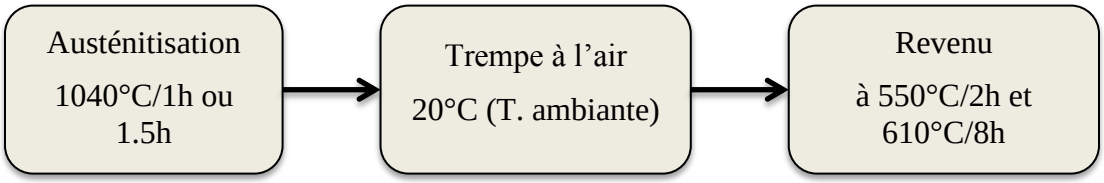


Figure 2-6 : Schéma récapitulatif des traitements thermiques de la deuxième partie d'étude.

2.4.2 Trempe

À la sortie du four, on effectue une trempe martensitique sur les échantillons. La trempe est réalisée à l'air et à la température ambiante 20°C. Selon la norme ASTM A743[2], le CA6NM doit être refroidi à l'air jusqu'à une température inférieure à 95°C. En effet, le matériau est

riche en chrome et en nickel; une trempe à l'air est suffisante pour déclencher la transformation martensitique exigée comme on a expliqué dans la Section 1.2.2.

2.4.3 Revenu

Les échantillons austénitisés et trempés subissent un revenu. Pour la premier partie d'étude (2.4.1), la durée du revenu est fixée à deux heures pour toutes les températures de revenus testées : à 500°C, à 515°C, à 530°C, à 550°C, à 580°C, à 595°C, à 605°C, à 620°C, à 635°C et à 660°C. En effet, l'objectif est de déterminer les effets des traitements de revenu sur le diamètre des grains parents austénitiques et sur la macrodureté et la microdureté des trois alliages.

Alors que pour la deuxième partie d'étude (2.4.1), tous les échantillons ont été revenus soit à 550°C pendant 2h ou à 610°C pendant 8h puis refroidis à l'air. Pour mettre en évidence l'influence de la teneur en carbone sur les propriétés mécaniques d'acier CA6NM, on a trouvé raisonnable de faire subir aux alliages un revenu à une température de début de la transformation austénitique (Ac1) inférieure à la plus petite Ac1 des trois matériaux afin d'avoir une microstructure sans austénite de réversion. D'après les mesures de dilatométrie présentées dans la partie 2.4.4, la faible valeur de Ac1 correspond à celle du 0.067% C et qui vaut 562°C. Donc, théoriquement le choix d'une température de revenu inférieure à Ac1 (0.067% C) nous donnera une microstructure sans austénite de réversion. Par conséquent on a choisi 550°C comme température de revenu.

L'étude d'une microstructure sans austénite de réversion est insuffisante car, dans l'industrie, on utilise surtout une structure martensitique avec austénite de réversion. En plus, avoir la même structure avec et sans austénite de réversion mettra en évidence l'effet de sa présence dans la microstructure et montrera si l'austénite de réversion permet de garder les mêmes tendances du point de vue propriétés mécaniques ou non. Alors, le choix d'une deuxième température de revenu doit être judicieux pour avoir un taux important d'austénite de réversion. C'est pourquoi on a choisi 610°C comme deuxième température de revenu.

2.4.4 Détermination des températures de transformation de phase

Afin de déterminer la plage des revenus à effectuer pour les trois alliages, un essai de dilatométrie a été effectué pour déterminer les Ac1, Ms, A_f et M_f. Ces températures peuvent être calculées soit à partir d'équations empiriques qui tiennent compte de la composition

chimique ou par essai de dilatométrie. Toutefois, les valeurs obtenues par la méthode des équations peuvent présenter des écarts importants par rapport à celle trouvées par la méthode de dilatométrie. C'est pourquoi on a choisi la dernière méthode.

Pour mesurer ces températures, on a choisi des éprouvettes sous forme de réglettes de 3 mm x 3 mm x 10 mm pour chaque matériau. Ensuite, elles ont été chauffées dans un appareil TMA Q400 de TA Instruments sous un régime de chauffage à 900°C pendant 75 min à un débit de 1°C / mn, puis d'un refroidies au même taux. Les résultats sont présentés au Tableau 2.3 et les courbes de dilatométrie des trois alliages sont présentées en Annexe A. Ces essais ont été faits par un technicien de l'IREQ.

Tableau 2.3 : Température de transformation de phase des aciers testés

Aciers étudiés	**Ac1** (°C)	**Af** (°C)	**Ms** (°C)	**Mf** (°C)
0.018% C	615	811	305	173
0.033% C	607	865	270	121
0.067% C	562-587	868	255	71

Avec :

Ac1 : Température de début de la transformation de la martensite en austénite lors du chauffage.

Af : Température de fin de la transformation de la martensite en austénite lors du chauffage.

Ms : Température de début de la transformation de l'austénite en martensite lors du refroidissement.

Mf : Température de fin de la transformation de l'austénite en martensite lors du refroidissement.

2.4.5 Mesure de la quantité d'austénite de réversion

L'austénite de réversion a été quantifiée par la méthode XRD (X-Ray Diffractometer) à l'aide d'un diffractomètre Bruker D8 Advance. D'abord les échantillons ont été coupés en parties de 10 mm x 10mm avec une épaisseur de 2 mm. Par la suite, les surfaces ont été polies à l'aide des tapis abrasif SiC de taille 600 jusqu'à 1200. Enfin pour éliminer le métal écroui et du même

coup la martensite qui pourrait se former lors du polissage mécanique, les échantillons ont été immergés dans une solution 30%HCl-30%HNO_3-40%H_2O pendant 10 minutes.

Une fois les expositions au DRX complétées, les données ont été traitées par l'IREQ afin de déterminer les mesures exactes. L'erreur absolue sur la mesure est d'environ ± 1,5%.

2.5 Macrodureté

Elle consiste à déterminer la résistance du matériau à l'indentation. Les échantillons cubiques à mesurer ont subi tous les traitements thermiques désirés. Par la suite, on les a polis à la main de deux faces opposées avec des tapis abrasifs de taille 240 jusqu'à 600.

Le type de dureté que nous utilisons est la dureté Rockwell C sur une machine de dureté Mitutoyo ATK-600 en respectant la norme ASTM E18 [85]. La méthode consiste à pénétrer dans le matériau, avec une force de 150 kgf, un cône de diamant d'angle au sommet de 120°. La dureté mesurée est en fonction de la profondeur de l'empreinte sur le matériau. L'erreur absolue de la mesure est ± 1 HRC.

2.6 Microdureté

Les mesures de dureté Vickers ont été effectuées en utilisant la norme ASTM E384 [86]. La méthode consiste à polir la surface jusqu'à 1µm, ensuite à l'attaquer chimiquement pour voir les différentes phases en présence. La machine de mesure est munie d'un microscope et d'un micro-indenteur. Après le choix de la force (100 gf pour la phase martensitique et 10 gf pour la phase ferritique) et un grossissement de 400x, on choisit la phase à mesurer par le microscope, une diamant en forme de pyramide pénètre dans la phase et forme une empreinte dans la région voulue. En mesurant la longueur des diagonales de l'empreinte, le programme calcule la valeur de la dureté du matériau en Vickers (HV).

2.7 Enrobage, polissage et attaque chimique

Pour des raisons pratiques, les cubes d'acier sont enrobés dans la bakélite, ce qui rend leurs manipulations plus simplifiées pour le polissage. On utilise une polisseuse semi-automatique sur laquelle on sélectionne une force 3lb/échantillon, une vitesse de moteur (300 tr/mn et 150 tr/mn), un sens de rotation et une durée préalablement établie (30s par tapis abrasif). On commence par passer sur les échantillons une série de tapis abrasifs, du grain le plus grossier

58.5 µm (240) vers le plus fin 12 µm (800). Puis on affine le résultat obtenu par un polissage avec des solutions diamantées à 6, 3 et 1 µm.

On doit faire une attaque chimique adaptée à l'échantillon poli pour faire apparaitre les joints des grains au microscope optique. La solution conseillée pour les aciers CA6NM est le Modified Fry dont la composition chimique est la suivante pour 250 ml:

- 1 g de chlorure de cuivre ($CuCl_2$)
- 50 ml d'acide chlorhydrique (HCl)
- 50 ml d'acide nitrique (HNO_3)
- 150 ml d'eau distillée (H_2O)

La qualité de l'attaque est primordiale pour l'observation des joints de grains. En effet on a pu trouver différents résultats suivant le temps d'attaque sur l'échantillon (entre 20 et 60 secondes dépendamment de chaque matériau), la fraîcheur de l'attaquant chimique et la durée qui sépare le dernier polissage et l'attaque chimique. On a aussi constaté qu'un matériau non revenu ne révèle pas bien les joints des grains parents austénitiques. Par conséquent, un revenu après chaque austénitisation est nécessaire. Donc, dans toutes les parties d'étude, un revenu à 620°C est appliqué sauf où la température de revenu est mentionnée.

2.8 Mesure de la taille des grains

Il existe différentes méthodes de mesure pour obtenir la taille moyenne des grains d'un échantillon telles que décrites dans les normes ASTM [87, 88].

La méthode de mesure qu'on a utilisée consiste à mesurer à l'aide d'un logiciel Clemex le diamètre circulaire d'un nombre défini de grains et de calculer une moyenne à partir des résultats obtenus. Puisque le CA6NM est un matériau coulé, la forme de ces grains est assimilée à des sphères. Donc, après avoir entouré les joints des grains, le logiciel calcule un diamètre sphérique équivalent, qu'est le diamètre réel du grain.

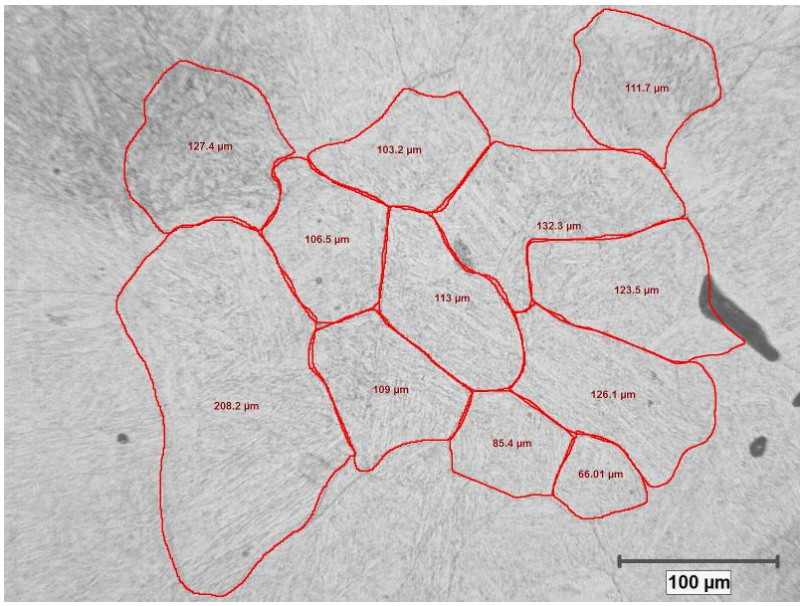


Figure 2-7 : Photo de grains mesurés à l'aide du logiciel Clemex x200 pour un acier 0.033% C.

On a choisi cette méthode pour la mesure de la taille des grains d'acier CA6NM, car la quantité de grains visibles par photos est entre 6 et 12 grains pour un grossissement de 200x à l'aide d'un microscope Metallovert de Leitz, muni d'une caméra et du logiciel Captiva.

L'inconvénient primordial de cette méthode de mesure est qu'elle est longue et compliquée car la norme des méthodes de mesures de la taille des grains ASTM [88] recommande de mesurer 500 grains sur un même échantillon pour obtenir une taille de grains conforme à la réalité. C'est pourquoi, on a livré cette tâche à une stagiaire [130], dont l'objectif de son stage entre autre est de trouver un compromis entre le nombre de grains mesurés et la précision souhaitée. L'idée étant de gagner du temps dans les mesures futures. L'étude s'est focalisée sur deux aspects : la méthode et son optimisation, puis l'influence de la position des grains sur la valeur mesurée de l'échantillon.

Le résultat de l'étude précise qu'une erreur relative inférieure à 4% peut être commise sur la mesure de la taille des grains parents austénitiques si le nombre de grains mesurés est restreint à 100 grains à la place de 500 grains imposés par la norme [88]. Afin de démontrer ce résultat la stagiaire a procédé par une analyse statistique [89].

En plus, l'étude a démontré que même si l'ordre de grandeur de mesure est le même (100 grains) pour un balayage dans une partie spécifique de l'échantillon, les résultats sont différents (erreur de 10% par rapport à la mesure de 500 grains) dépendamment de la méthode de

balayage utilisée. Ceci doit provenir du fait que sur l'échantillon, la taille des grains n'est pas strictement homogène. De plus, nous avons constaté une différence de tailles moyennes entre les grains mesurés sur le bord et ceux mesurés au centre de l'échantillon [130].

C'est pourquoi on a pensé à photographier aléatoirement des zones séparées de l'échantillon et à mesurer les 100 grains apparents. Les résultats récapitulatifs les plus pertinents de Braud [102] sont précisés dans le Tableau 2.4:

Tableau 2.4 : Moyennes de tailles de grains obtenues selon la teneur en carbone et le nombre de grains pris en compte.

Nombre de grains	**Moyenne obtenue pour chaque acier (µm)**		
	0.018% C	**0.033% C**	**0.067% C**
100 grains	100.63	96.43	106.57
500 grains	104.74	95.10	104.65
Erreur de mesure entre 100 et 500 grains	3.9%	1.2%	1.8%

Mise à part l'erreur qui ne dépasse pas les 4% sur la moyenne de la taille de 100 grains, on constate que les résultats sont relativement proches de la mesure sur la moyenne des diamètres sphériques des 500 grains préconisés.

En somme, la moyenne calculée sur 100 grains donne une idée de la taille des grains sur l'échantillon. De plus, cette mesure s'avère être une solution rapide et relativement fiable pour déterminer la taille moyenne des grains sur un échantillon. Donc, nous avons décidé d'utiliser cette méthode dans la suite de nos recherches.

2.9 Essais de traction

Les essais de traction ont été réalisés sur une machine servo-électrique INSTRON 8800, suivant la norme ASTM E8/E8M-11, avec une fréquence d'acquisition de 20 Hz. Les dimensions

globales des éprouvettes sont indiquées en Annexe B. Les essais de traction ont été réalisés à déplacement imposé avec une vitesse de déplacement fixée à $0.25x10^{-3}$ $mm.s^{-1}$.

Nous avons utilisé un extensomètre, dont la distance de calibrage entre ses deux couteaux est de 24.9 mm, positionné sur l'éprouvette permettent de mesurer la longueur relative de déplacement et par conséquent l'allongement de l'éprouvette. L'acquisition de données étant réalisée à l'aide d'un programme WaveMaker. Finalement, afin que les résultats soient concluants, chaque essai a été répété trois fois.

2.10 Essais de résilience

Les essais Charpy ont été réalisés sur un mouton pendule RKP450 de Zwick and Roell suivant le protocole établi par la norme ASTM E23-12c à la température de 22°C. Les dimensions globales des éprouvettes sont indiquées en Annexe B. Chaque essai Charpy a été répété trois fois.

2.11 Caractérisation microstructurale des inclusions

Cette partie d'étude a été faite durant le stage d'une étudiante en maitrise que nous avons le plaisir d'encadrer [127]. Son stage consiste à la mesure des inclusions dans les trois lots d'aciers.

2.11.1 Analyse par microscopie optique

Afin de pouvoir mesurer les inclusions, on a découpé, enrobé, et ensuite poli les échantillons comme expliqué précédemment dans la section de mesure de taille des grains.

Ce type de polissage engendre des résidus d'abrasifs qui nuisent à la mesure et à la caractérisation d'inclusion, c'est pourquoi, on a pensé qu'il est préférable de finir avec un polissage électrochimique. Ce dernier permet d'obtenir un état de polissage mieux qu'un autre manuel. Son principe consiste à immerger la surface à polir dans un bain d'acide électrolytique afin de dissoudre la couche superficielle du matériau. La solution anodique utilisée a été récupérée, des paramètres ont déjà été recommandés par Stéphane Godin [40] pour un acier inoxydable 415S (la version laminée du CA6NM).

Après polissage électrochimique, on a utilisé un microscope optique à différents grossissements (x100, x200, x500) pour caractériser les inclusions.

2.11.2 Analyse par microscopie électronique à balayage et EDX

Comme l'observation d'inclusions au microscope optique n'est pas convaincante, nous avons pensé qu'il est utile d'utiliser le Microscope Électronique à Balayage (MEB). Ce dernier est de type S-3700 N d'Hitachi MEB. On l'a utilisé principalement pour observer les faciès de rupture des essais Charpy.

Les images sur les faciès de rupture sont localisées dans les zones centrales et une distance comprise entre 0.2 et 1 mm des bords. L'analyse consiste donc à prendre des images à fort grossissement, et par la suite à faire le travail par analyse dispersive en énergie EDX (Energy Dispersive X-ray) pour les caractériser chimiquement si c'est possible. On a imposé d'avoir un nombre de compte par eV supérieur à 1000 cps/eV pour avoir un résultat d'analyse correct.

2.12 Essais de fatigue propagation

2.12.1 Éprouvettes CT

Même si la norme décrit plusieurs types d'éprouvettes pour réaliser des essais de fatigue-propagation, l'éprouvette CT a été retenue, car seuls les mors pour ce type d'éprouvettes étaient disponibles au Laboratoire de Mécanique Multi-échelles (LM2) ainsi que le logiciel de traitement de données.

Puisqu'il est nécessaire de demeurer autant que possible en état de déformation plane à des valeurs de ΔK les plus élevées possibles et par la taille des mors disponible, une éprouvettes CT avec une épaisseur de 0.5 po (12.7 mm) a été retenue.

Les dimensions exactes de fabrication des éprouvettes CT relatives à cette épaisseur et recommandées par la norme sont résumées en Annexe B.

Avant que l'éprouvette soit testée, les dimensions exactes des éprouvettes ont été mesurées. Chaque éprouvette a été polie. Trois types de papiers abrasifs (400, 600, et 800) ont été utilisés avant de terminer le polissage avec une pâte à diamant de 6 et 1 μm. Ce processus de finition a permis de mesurer la longueur des fissures en surface.

2.12.2 Description du montage et des instruments

Les essais sont réalisés au Laboratoire de Mécanique Multi-échelles (LM2) de l'École Polytechnique sur une machine de fatigue servohydraulique MTS ayant une capacité maximale de 250 kN (Figure 2-8). Les éprouvettes ont été fixées sur la machine à l'aide des mors de type chape à rotule.

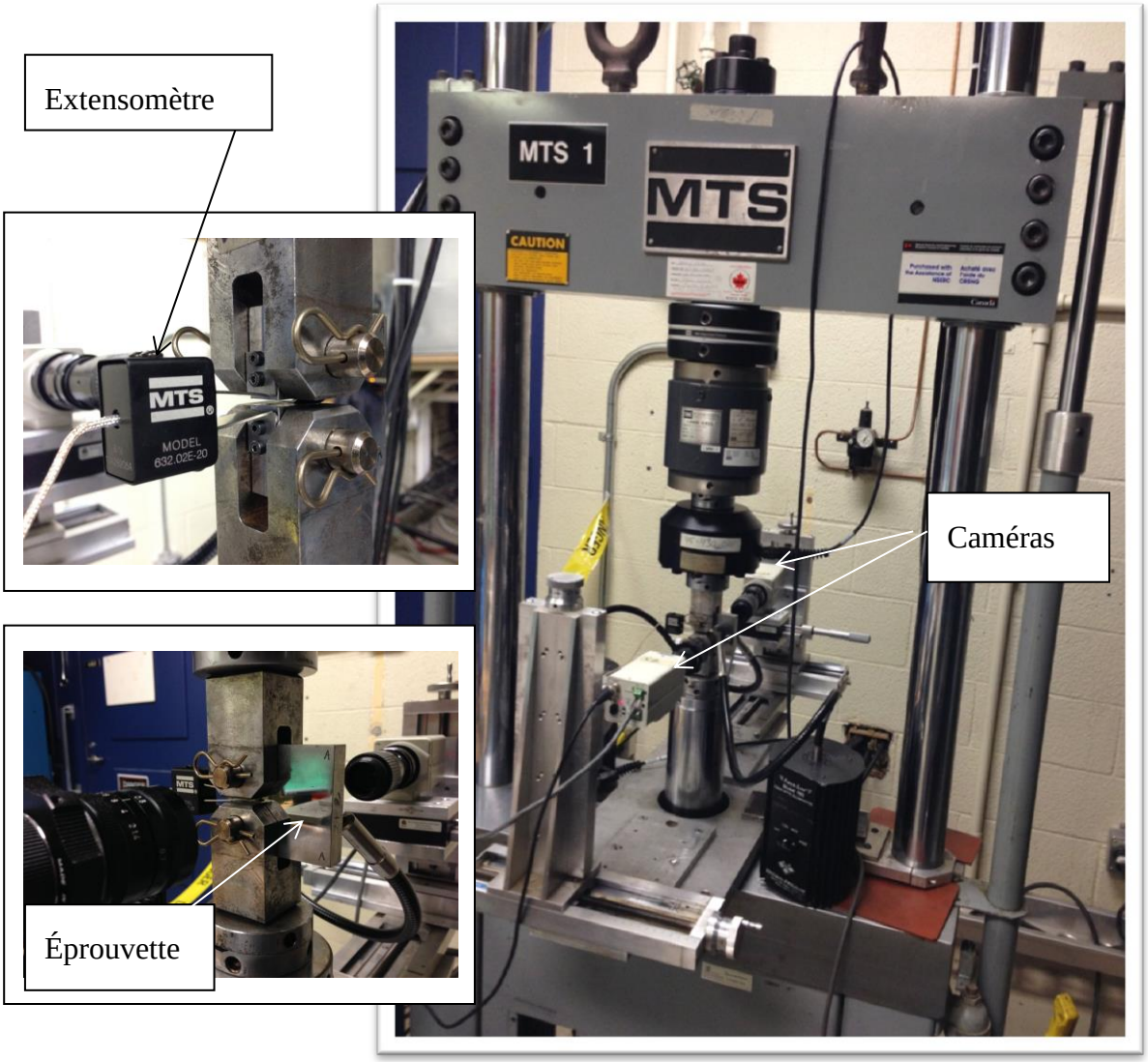


Figure 2-8 : Photo de la machine de fatigue utilisée pour les essais de fatigue propagation.

Le test a été réalisé à la température ambiante (22°C) avec une humidité relative entre 40% et 50%. Les éprouvettes CT ont été soumis à des charges à amplitude variable. Une onde sinusoïdale avec un rapport R=0.1 est utilisée pour les essais à ΔK croissant, à ΔK décroissant et pour la préfissuration. La fréquence est maintenue à 20 Hz durant les essais. Un contrôleur MTS et un programme des fissures par fatigue fait maison à partir d'un logiciel Labview, ont été utilisés pour contrôler, conformément à la norme ASTM E647 [90], les étapes de préfissuration ainsi que les essais à ΔK décroissant jusqu'au seuil et à ΔK croissant jusqu'à la fin de l'essai.

Les longueurs des fissures sont mesurées grâce à un extensomètre MTS, qui a une longueur entre repères de 5 mm, et qu'est fixé sur une paire de couteaux en acier vissés sur l'éprouvette CT. Ainsi l'extensomètre est employé pour mesurer l'ouverture des lèvres des fissures, appelée COD (crack opening displacement). Le programme Labview traduit l'ouverture des lèvres en longueur de fissure par une fonction de complaisance (Voir 2.12.5). La longueur de fissure sur les facies extérieurs a également été contrôlée visuellement en surface des deux côtés des éprouvettes grâce à des caméras et mesurée grâce au tambour gradué. Les mesures étaient généralement réalisées après la préfissuration et au cours d'un essai à ΔK décroissant et croissant.

La disponibilité des machines est limitée et le temps d'essai long, ce qui nous a obligé à faire un seul essai de fatigue-propagation pour les deux températures de revenu préalablement sélectionnées c'est-à-dire 550°C et 610°C pour les trois nuances d'aciers.

2.12.3 Préfissuration de l'éprouvette

La préfissuration est une étape de préparation pour amorcer la fissure et la faire sortir du chevron de l'éprouvette qui est réalisée avant d'entreprendre les essais à ΔK décroissant, mais elle n'est pas considérée pour la production des graphiques da/dN-ΔK. Elle crée une fissure par fatigue et assure une progression plus uniforme du front de fissure. Conformément aux critères de la norme ASTM E647 [90], le paramètre le plus important à définir au moment de la préfissuration est la valeur finale de K_{max}. Cette valeur doit être égale à la valeur de K_{max} au début des essais à ΔK décroissant. Afin de limiter la taille de la zone plastique et ne pas empêcher la propagation de fissure à des ΔK plus faibles, on a fixé un K_{max} final à 10 MPa m$^{1/2}$.

La valeur de K_{max} correspond à la valeur de $4x10^{-6}$ mm/cycle lue directement sur le graphique *da/dN-ΔK* de Thibault [44]. La norme recommande de réaliser un essai à *ΔK* décroissant si à la fin de la préfissuration la vitesse de fissuration obtenue est inférieure à 10^{-5} mm/cycle.

La préfissuration a été réalisée en escalier. En effet nous avons réalisé la première étape jusqu'au fond de chevron à charge constante pour que le K_{max} final soit inferieur 12 MPa.m$^{1/2}$. Par la suite, nous avons effectué une deuxième étape, puis une troisième étape de préfissuration toujours à charge constante, sur une longueur de 4 mm à partir de fin de chevron, de manière à atteindre un K_{max} de 10 MPa.m$^{1/2}$ pour une longueur de fissure de 14.16 mm en respectant les exigences de la norme [90] (la longueur de la fissure soit supérieure à trois dimensions : 0.1B, h (la hauteur de l'entaille et 1 mm). Le Tableau 2.5 ci-dessous résume les étapes suivies pour cette préfissuration:

Tableau 2.5 : Différentes étapes de préfissuration.

ETAPES	Position	a (mm)	ΔK (MPa.m$^{1/2}$)	P_{max} (kN)	P_{min} (kN)	K_{max} (MPa.m$^{1/2}$)	K_{min} (MPa.m$^{1/2}$)
Étape 0	Fin	10.16	10.00	7.442	0.744	11.11	1.11
Étape 1	Début	10.16	8.49	6.317	0.632	9.43	0.94
	Fin	12.16	9.50	6.317	0.632	10.56	1.06
Étape 2	Début	12.16	8.10	5.383	0.538	9.00	0.90
	Fin	14.16	9.00	5.383	0.538	10.00	1.00

2.12.4 Essais à ΔK variables (décroissant et croissant)

La méthodologie de l'essai à *ΔK* décroissant contrôlé par un logiciel Labview est le fruit des suggestions faites par Saxena [40]. Cet essai consiste en une décroissance de *ΔK* au fur et à mesure que la longueur de la fissure augmente de 0.25 mm, grâce à une diminution progressive de la charge maximale et minimale. La longueur de fissure étant calculée par la méthode de la complaisance et vérifiée par mesure visuelle.

La valeur à laquelle cet essai a démarré correspond à la valeur de K_{max} atteinte à la fin de la préfissuration (10 MPa.m$^{1/2}$). Cette vitesse de décroissance doit éviter une chute trop rapide de *ΔK*, c'est pourquoi la norme suggère de prendre une valeur de Cg (le K-gradient) supérieure ou égale à -0.08 mm^{-1} (dans le programme Labview c'est une réduction de 2 % du *ΔK* à chaque avancement de la fissure de 0.25 mm). Mais dans le but de gagner du temps, même si cette valeur est hors norme, on a réalisé la descente avec une valeur de *Cg* de -0.25 mm^{-1} (dans le

programme Labview c'est une réduction de 6 % du ΔK pour une longueur de fissure de 0.25 mm). Toutefois, le problème de cette vitesse est la formation d'une zone plastique qui bloque la propagation de la fissure et ainsi aboutira à un faux seuil. La descente est élaborée jusqu'à atteindre une valeur de ΔK avoisinante de 6 MPa.m$^{1/2.}$. Nous avons ensuite continué la descente en respectant la norme jusqu'au seuil avec un Cg de -0.08 mm^{-1}.

Durant un essai à ΔK décroissant, l'accroissement de la fissure devient presque nul lorsque le seuil de propagation est atteint typiquement à des valeurs de 5x10^{-8} mm/cycle pour des aciers CA6NM [34, 44, 70], dans la deuxième partie de descente ou le *Cg* est -0.08 mm^{-1}, nous avons calculé les taux de propagation *da/dN* afin de tracer les courbes *da/dN-ΔK* de la descente et les comparer avec celles de la montée pour s'assurer de la concordance des résultats avec la norme [90]. Les vitesses de propagation ont été confirmées par une lecture visuelle de l'avancement de la fissure grâce aux caméras.

Une fois le seuil atteint, nous avons utilisé la procédure à ΔK croissant. En utilisant le programme Labview, l'acquisition est faite par incrément de longueur de la fissure *a*. Dans cette étude l'incrément a été choisi à 0.2 mm. Cette montée est réalisée avec un *Cg* de 0.08 mm^{-1} [90]. Ce sont les valeurs de ΔK croissant que nous utiliserons dans nos analyses des courbes *da/dN-ΔK* car la zone plastique n'a pas d'effet sur la vitesse de propagation de la fissure lors de cette procédure. Durant un essai à ΔK croissant, la longueur de la fissure nouvellement enregistrée est toujours plus grande que la valeur précédente et les mesures sont enregistrées jusqu'à atteindre la rupture finale ou la non vérification du rapport a/W≤0.8.

La fréquence a été diminuée à 10 Hz car durant un essai à ΔK croissant la fissure se propage tellement vite dans la zone de rupture brusque ce qui influence la mesure de la longueur de fissure.

2.12.5 Méthode de la complaisance

Les lèvres d'une éprouvette CT soumise à une force cyclique s'ouvrent et se referment de façon cyclique. La courbe COD vs. P par effet de fermeture se divise en une portion linéaire et une portion courbée comme le montre la Figure 2-9. La régression linéaire de la partie supérieure de la courbe permet de calculer la pente correspondante à la complaisance (v/P) de la fonction.

La fonction de complaisance recommandée par la norme ASTM E647 [90] est une fonction polynomiale qui permet de calculer la longueur de la fissure :

$$\frac{a}{w} = C_0 + C_1 u_x + C_2 u_x^2 + C_3 u_x^3 + C_4 u_x^4 + C_5 u_x^5 \qquad (2.1)$$

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

où : *a* est la longueur de la fissure, *w* est la longueur de l'éprouvette, *E* est le module de Young, *B* est l'épaisseur de l'éprouvette, *v* est le COD, *Ci* sont des constantes dépendant de la position à laquelle le COD est mesuré et *P* est la charge appliquée.

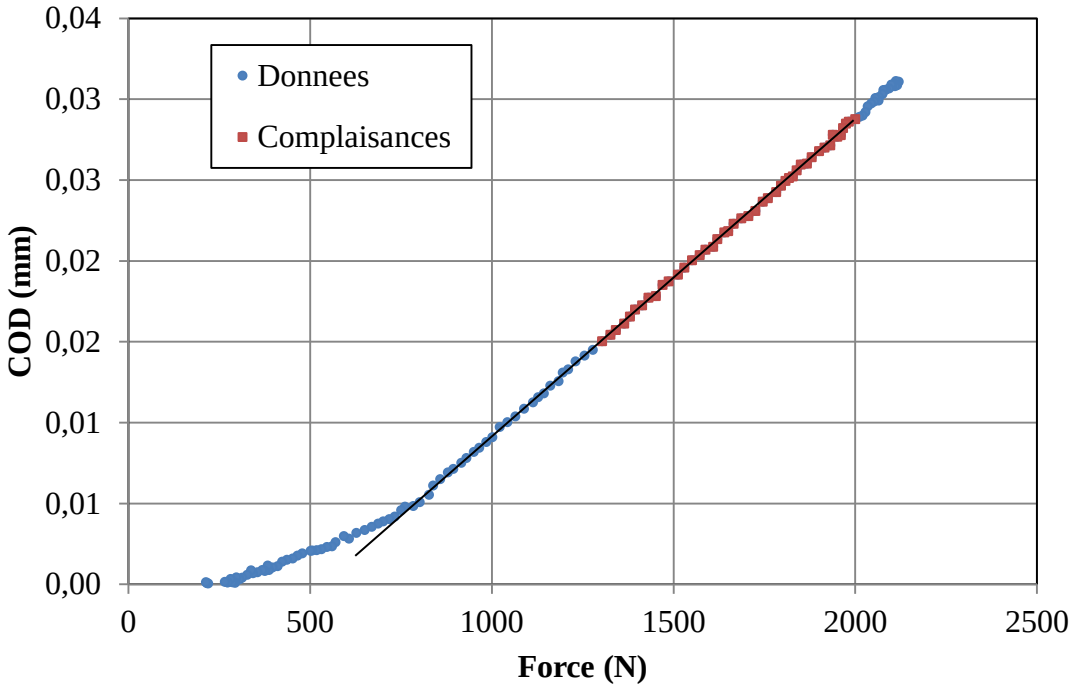


Figure 2-9 : Graphique COD-P pour un 0.033% C revenu à 550°C/8h à ΔK = 5.8 MPa.m$^{1/2}$.

Une autre mesure de longueur de la fissure est effectuée au microscope optique durant les essais à ΔK décroissant et à ΔK croissant. La mesure est comparée à la longueur de la fissure calculée par la fonction de complaisance. Si la longueur de la fissure mesurée n'était pas égale à celle de la fissure calculée, un module effectif *E'*, qui ne dépasse pas le 10 % d'écart comme l'exige la norme, serait nécessaire dans la formule 2.1 pour corriger les valeurs de *a* des essais.

2.12.6 Mesures de la fermeture des fissures

Le niveau de fermeture a été déterminé pour tous les essais à l'aide de la force d'ouverture, P_{op}, qui est mesurée sur un graphique COD-P. En effet lorsque le phénomène de fermeture est présent, la courbe présente une déviation en-dessous d'une certaine valeur de la charge P_{op}. C'est cette charge qui est considérée comme étant la charge de fermeture et qui permet de calculer le facteur d'intensité de contrainte à la fermeture K_f.

La mesure P_{op} est très difficile, et une faible déviation de la linéarité peut changer sa valeur. Afin de normaliser sa mesure, la norme ASTM E647 [90] propose la démarche suivante :

Elle consiste à réaliser une régression linéaire de plusieurs segments qui couvrent une plage équivalente à 10% de la courbe des valeurs de chargement du cycle de complaisance à comparer leurs pentes (m_c) à la pente (m_d) mesurée sur la complaisance de la fissure pleinement ouverte des valeurs de déchargement du cycle qui couvre approximativement 25% de la portion supérieure de la courbe COD-P, à calculer le coefficient de complaisance (CC) pour chaque segment par la formule (2.2) et par la suite à représenter sur un graphe (Figure 2-10) la valeur des CC en fonction des valeurs moyennes de la force correspondante à chaque segment

$$CC(\%) = \left(\frac{m_d - m_c}{m_d}\right)(100) \qquad (2.2)$$

Enfin, on mesure la valeur de la charge qui intercepte le critère d'écart choisi. Dans cette étude, on a retenu un critère de déviation de 2 %.

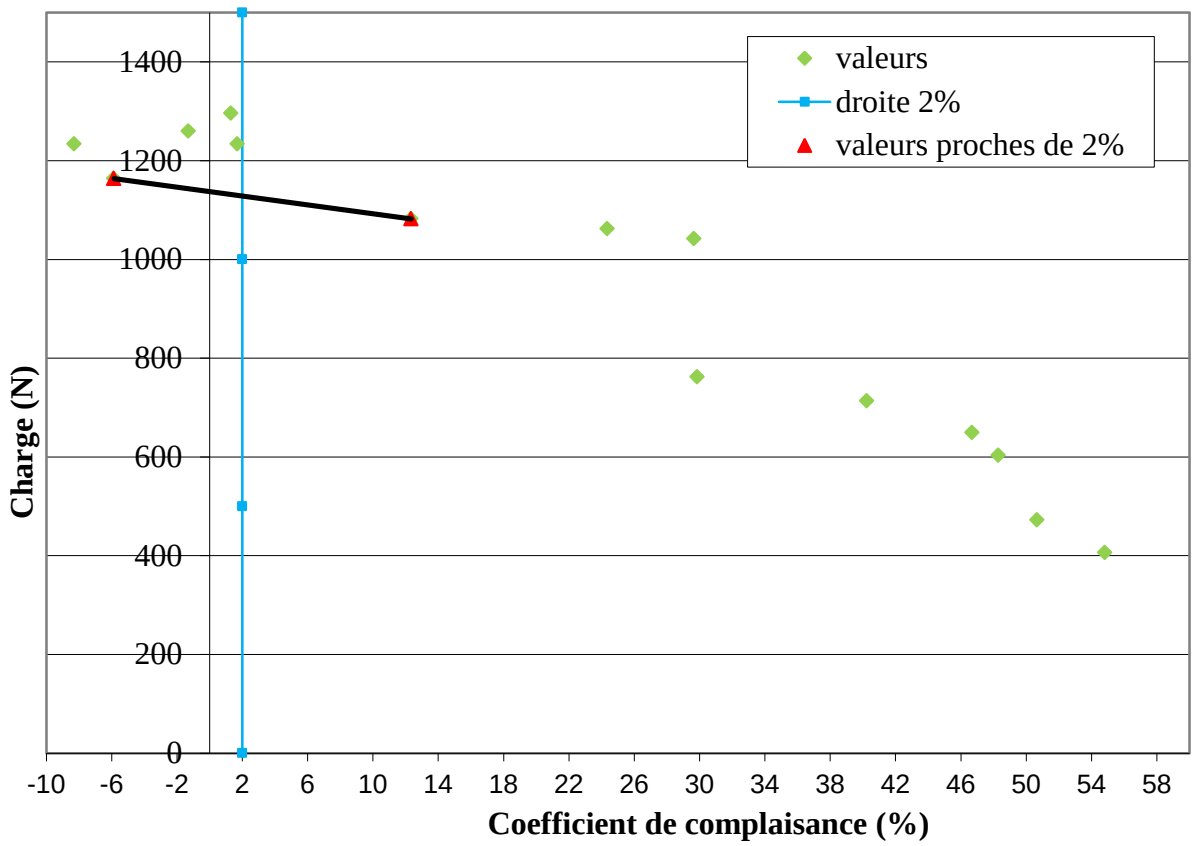


Figure 2-10 : Calcul de la force d'ouverture d'un acier à 0.018% C revenu à 610°C.

2.13 Analyses fractographiques

À la fin des essais de fatigue, les éprouvettes ont été séparées de manière à révéler les faciès de rupture. Les analyses fractographiques ont été réalisées sur les éprouvettes de fatigue à l'aide d'un microscope binoculaire à lumière rasante.

CHAPITRE 3 EFFET DES TRAITEMENTS THERMIQUES SUR LA MICROSTRUCTURE

3.1 Introduction

Pour que la taille des grains n'influence pas l'interprétation des résultats des propriétés mécaniques trouvées pour les matériaux étudiés (0.018% C, 0.033% C et 0.067% C), notre première étude a été de mesurer et de vérifier les tailles moyennes des grains parents austénitiques sur les différents aciers pour différents traitements thermiques. En effet, le contrôle de la température et du temps d'austénitisation nous permettra d'homogénéiser la taille de la microstructure. Ainsi, l'objectif est d'obtenir une taille de microstructure, ou taille des grains, du même ordre de grandeur pour les trois matériaux. En maitrisant mieux la température et la durée d'austénitisation, la taille de grains souhaitée pourra être atteinte. On a également mesuré la dureté des échantillons en effectuant des mesures de macrodureté et de microdureté, dans le but de confirmer la présence ou non d'un durcissement secondaire dans les aciers CA6NM.

3.2 Effet du traitement thermique sur la microstructure

L'étape d'austénitisation consiste à chauffer le matériau à une température supérieure à A_f afin de transformer complètement sa microstructure en austénite. Par la suite, on a effectué une trempe à la température ambiante où quasiment 100% de cette microstructure se transforme en martensitique. Comme déjà expliqué dans la section 1.2.3, la structure obtenue est une martensite en lattes.

Ainsi, la microstructure après austénitisation suivie d'une trempe à l'air est une martensite en lattes. Cette microstructure se décompose en grains, paquets et en blocs dont les contours sont tracés sur la Figure 3-1.

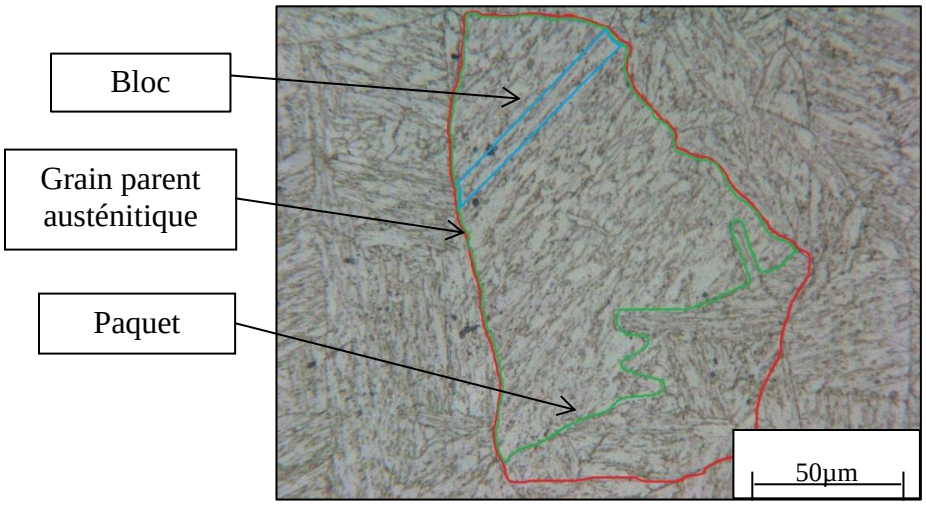


Figure 3-1 : La quantification des composants d'une structure martensitique en grains parent austénitique, paquets et blocs.

Pour que les conditions d'austénitisation soient idéale il faut que les grains soient les plus fins possibles, que les carbures présents soient dissous au maximum dans la phase austénitique mais aussi que la taille des grains, paquets, blocs et lattes soit semblables pour les trois aciers ; car d'après Morito [32] la résistance et la ténacité des aciers martensitiques en lattes sont fortement liées à la taille des paquets et des blocs, et non seulement à la taille des grains parents austénitiques. Puisque les limites des paquets et des blocs sont des frontières à grands angles [32] , on les considère comme des grains effectifs. Alors dans la suite de l'étude, on se concentrera sur la taille des grains parents austénitiques et sur la taille des paquets.

3.3 Effet de la température d'austénitisation sur la taille des grains

Pour mettre en évidence l'influence de la température d'austénitisation sur les trois aciers inoxydables à différentes teneurs en carbone, ces alliages ont été chauffés à différentes températures d'austénitisation 950°C, 1000°C et 1040°C pendant une heure. Par la suite, nous avons mesuré la taille des grains parents austénitiques. Pour chaque calcul de moyenne des tailles de grains, on a effectué 100 mesures sur les échantillons. Les résultats des mesures de grains sont présentés dans la Figure 3-2. Pour les aciers à plus faible teneur en carbone 0.018% C et 0.033% C, la température d'austénitisation influence fortement la taille des grains, tandis

que pour l'acier à plus forte teneur en carbone 0.067% C, l'effet de la température n'est apparent qu'en-dessous de 1000°C (Figure 3-2). Cet effet a déjà été expliqué par la formation de carbures aux joints des grains à la section 1.2.2. En effet, au-dessous de 1000°C, les carbures insolubles dans l'austénite à ces températures, formés par la présence du Mo et du Cr qui ont une forme de type $M_{23}C_6$ au joint des grains austénitiques peuvent inhiber la croissance des grains d'austénite et limiter le taux de croissance de manière efficace. Mais lorsque la température d'austénitisation est supérieure à 1000°C, l'effet d'empêcher la croissance des grains est réduit progressivement en raison de la dissolution des carbures dans l'austénite. On peut constater une tendance au grossissement du diamètre équivalent des grains avec l'augmentation de la température de traitement et de la teneur en carbone mis à part pour l'acier 0.033% C à une température de 1040°C.

Toutefois, on observe que le matériau à 0.033% C ne suit pas cette tendance puisque pour une austénitisation à 1040°C la taille mesurée est de 116 µm comparée à 122 µm pour l'alliage à 0.067% C. Cette singularité peut être négligée à cause de la dispersion des mesures d'ordre statistique.

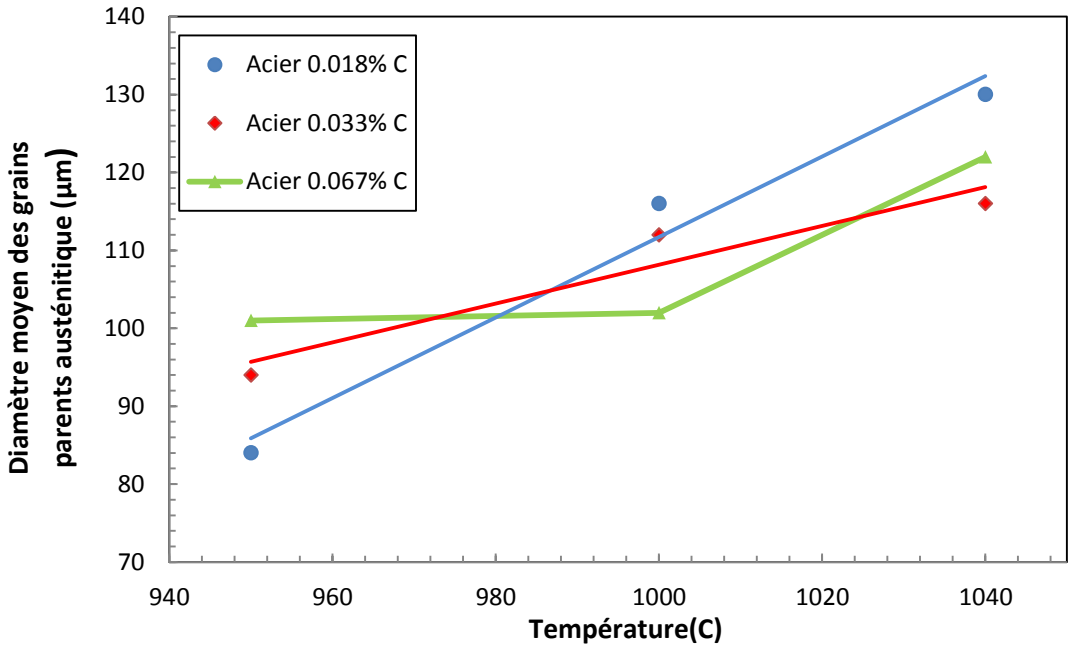


Figure 3-2 : Évolution de la taille moyenne des grains austénitiques en fonction de la température d'austénitisation (1 h).

La remarque la plus surprenante est que la taille des grains mesurée quelle que soit la température d'austénitisation et pour tous les aciers étudiés est toujours inferieure à la taille des grains parents austénitiques pour tous les alliages tels que reçus (Tableau 2.2). Par exemple, pour l'acier 0.018% C, la valeur du grain austénitique après la première austénitisation est de 240 µm, mais après la seconde austénitisation à une température de 950°C la valeur est réduite à 84 µm (Figure 3-3). Cette valeur moyenne du grain austénitique augmente pour atteindre 115 µm et 130 µm pour des températures d'austénitisation de 1000°C et de 1040°C, respectivement. La différence des tailles des grains parents austénitiques obtenus après la première austénitisation, ou après la seconde austénitisation est due probablement aux variations de la teneur en carbone [91].

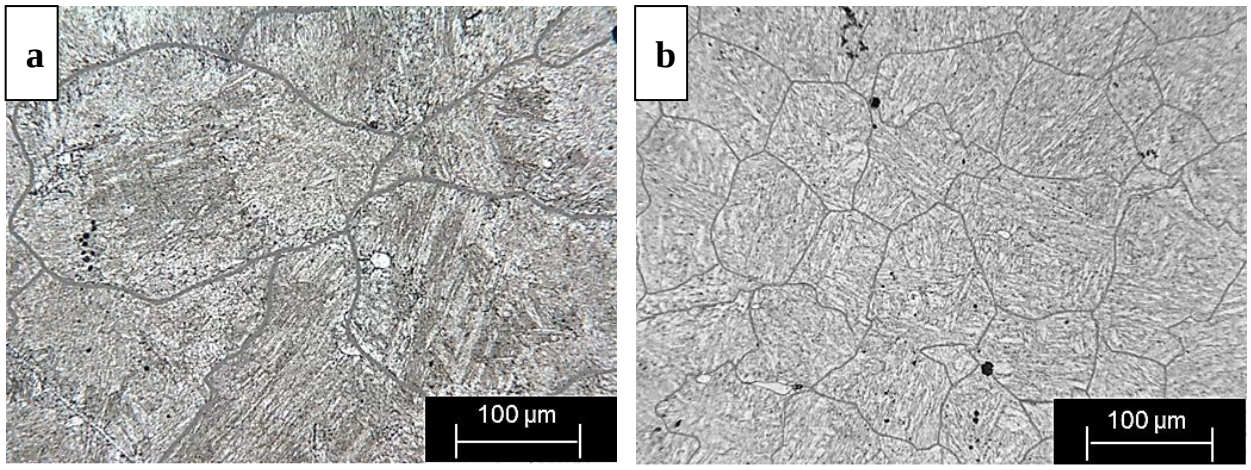


Figure 3-3 : Effet de ré-austénitisation sur la taille des grains parents austénitiques pour un acier a 0.018% C, a) acier tel que reçu, b) acier austénitisé à 950°C/1h.

3.4 Effet du temps de maintien sur la taille des grains

Le but de ce test est d'étudier l'effet de la durée d'austénitisation sur le diamètre équivalent des grains pour les trois nuances d'aciers. On observe sur la Figure 3-4 que même si les mesures sont dispersées, les grains ont tendance à grossir avec l'allongement de la durée d'austénitisation quelque soit la teneur en carbone.

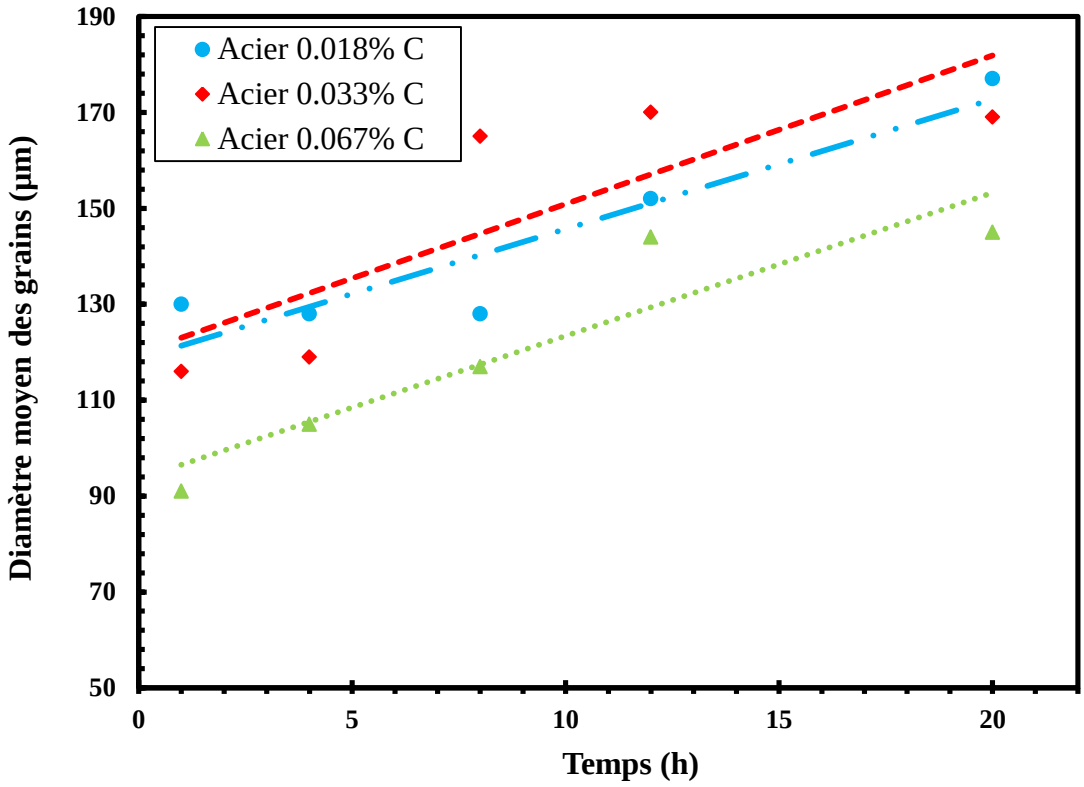


Figure 3-4 : Croissance des grains austénitiques en fonction du temps pour une température d'austénitisation de 1040°C.

La température et la durée d'austénitisation ont un impact sur la taille des grains. En fait, plus la température et la durée augmentent, plus les grains d'austénite sont gros [94].

En fixant la température d'austénitisation à 1040°C, une augmentation du temps nous permet également de remarquer un accroissement de la taille des grains d'un point de vue global. En effet, plus la durée d'austénitisation de l'acier est longue, plus la coalescence et la croissance des grains ont le temps de s'effectuer. Cela conduit à une plus grande taille de grains. Une des hypothèses est que des carbures se formeraient au niveau des joints de grains et freineraient la germination des grains d'austénite [35]. Toutefois, la Figure 3-4 nous montre également que le taux de carbone n'influence pas la vitesse de grossissement des grains. En plus, les résultats obtenus donnent une idée du taux de croissance des grains. Néanmoins pour l'acier à 0.033% C cela montre la plus grande dispersion mais la tendance est toujours vérifiée. La cinétique de croissance des grains austénitiques des trois aciers inoxydables martensitiques est présentée

pour des conditions de chauffage relativement lentes 0.2°C/s, et peut être décrite par la loi reliant le diamètre moyen des grains (D_{moy}) et le temps d'austénitisation (t).

$$D_{moy} = K_t . t^n \qquad \text{où } K = K_t e^{\left(\frac{E_a}{RT}\right)}$$

avec : Énergie d'activation, $E_a = 114 \pm 4\ kJmol^{-1}$.

Coefficient de diffusion, $K_t = 1\ ms^{-0.16}$.

La constante du matériau $n = 0.16$.

La température d'austenitisation T,

La constante des gaz parfaits, R = 8,3144621 $J \cdot K^{-1} \cdot mol^{-1}$

L'énergie d'activation calculée est très proche de celle trouvée par Barcelo et Brachet pour un acier martensitique à 9Cr-1Mo [95] ainsi que celle trouvée par Huntz et al. dans un alliage synthétique à base de fer à 9.1%Cr et contenant 0.005% C [96]. D'autre part, la valeur expérimentale de la constante n est proche de celle trouvée pour un acier faiblement allié en phase austénitique [97] et celle trouvée pour un acier martensitique à 9Cr-1Mo [95]. Cette faible valeur de n est une conséquence de l'influence des impuretés sécrétées aux joints des grains sur la cinétique de croissance du grain austénitique de cet acier [95].

3.5 Relation entre la taille des grains et la taille des paquets

On a essayé de trouver une corrélation entre la taille des paquets et la taille des grains parents austénitiques (Figure 3-5) car il a été démontré que la résistance et la ténacité des aciers martensitiques en lattes sont fortement liées à la taille des paquets [32]. D'une autre part, la taille des paquets est proportionnelle à la taille des grains parents d'austénite [32, 33]. Donc, il est idéalement intéressant d'avoir une structure contenant la même taille des grains parents austénitiques et la même taille des paquets même si la mesure de la taille des paquets est plus complexe que la taille des grains parents austénitiques, ce qui rend les résultats plus dispersés.

Ainsi sur la Figure 3-5, on voit que la taille des paquets, dans l'alliage à 0.033% C augmente linéairement avec la taille des grains parents austénitiques. Il est connu que la largeur du bloc, et la taille des paquets sont proportionnelles à la taille des grains parents d'austénite [32, 33]. Par contre, pour les deux alliages 0.018% C et 0.067% C, la taille des paquets demeure presque constante.

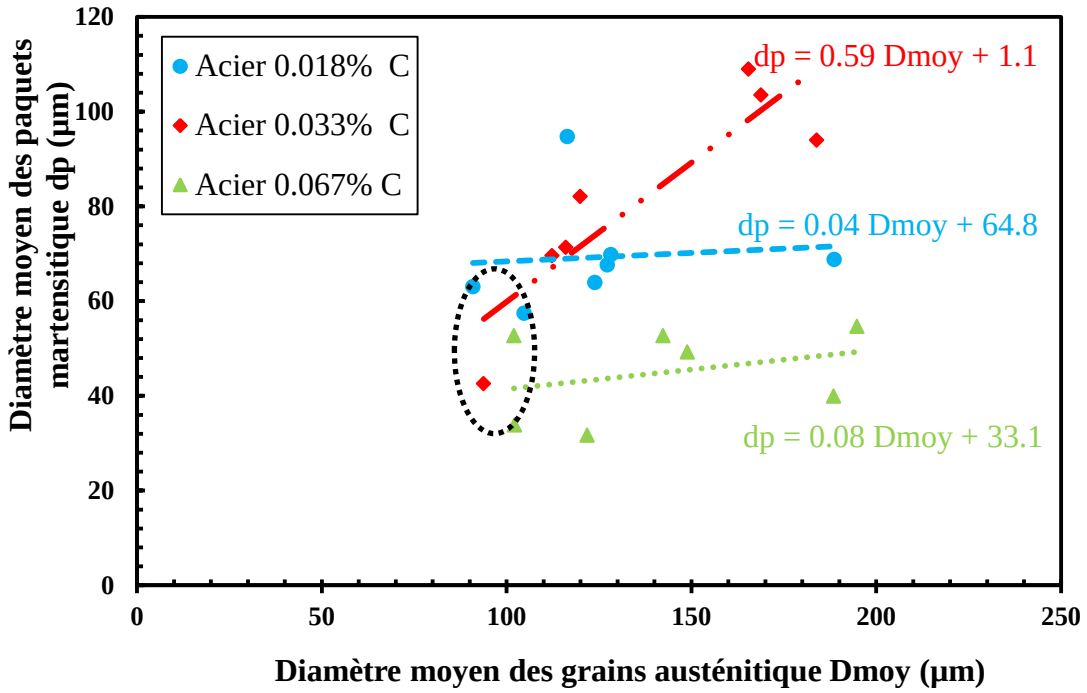


Figure 3-5 : Variation de la taille des grains parents austénitiques en fonction de la taille des paquets.

Cette différence de comportement suivant chaque acier est probablement due à l'effet de la composition chimique sur la microstructure car les aciers étudiés ont des différences remarquables en composition chimique (Tableau 2.1) telles que la teneur en Ni et en Mo. Liu et al. [21] ont trouvé que la composition chimique d'un acier martensitique inoxydable 13Cr a un effet sur la croissance de la taille des grains. Par contre, pour les alliages martensitiques Fe-0.2C, Morito et al. [32] ont découvert que l'addition de Mn n'a aucun effet sur la taille des paquets, cependant la taille de paquet augmente avec l'augmentation de la taille des grains parents austénitiques. La conclusion la plus intéressante de ces mesures confirme que si la taille des grains austénitiques est proche de 100 µm les trois aciers ont une taille de paquets semblable.

3.6 Tests de macrodureté et de microdureté

La variation de la dureté des aciers martensitiques en fonction de la température de revenu a été étudiée par plusieurs auteurs [29, 98], surtout pour les aciers revenus au-delà d'une température d'environ 500°C, et contenant des éléments carburigènes en teneur suffisante

tels que (Cr, V, Mo, W et Ti). Pour ces types d'acier, on a trouvé qu'un phénomène de durcissement secondaire, résultant de la précipitation des carbures de chrome ou de vanadium peut exister. Donc, il était nécessaire de démontrer l'existence ou non de la précipitation secondaire pour l'acier de type CA6NM.

Ainsi, afin d'étudier le comportement au revenu des trois alliages à différentes teneurs en carbone (0.018% C, 0.033% C et 0.067% C), des courbes de revenu en fonction des mesures de macrodureté et de microdureté ont été réalisées (une partie par moi-même et une autre partie par Braud [102]) sur ces échantillons austénitisés à 1040°C pendant une heure puis revenus pendant deux heures à différentes températures sur une plage de 500°C à 660°C.

La Figure 3-6 représente les courbes de revenu en fonction de la macrodureté HRC ainsi obtenues pour chacun des deux matériaux initiaux choisis. On constate que pour un même traitement thermique, un acier à plus forte teneur en carbone présente une dureté plus grande qu'un acier moins riche en carbone ce qui est un résultat typique [13]. De plus, on peut également remarquer que plus le revenu est fait à une température élevée moins le matériau est dur.

Grâce aux résultats de macrodureté (Figure 3-6), on peut observer une différence de comportement entre les deux aciers à 0.018% C et 0.033% C d'une part et l'acier a 0.067% C d'autre part. Dans le cas des deux premiers alliages, seule une chute progressive et régulière de la dureté est observée au cours du revenu. Cela s'explique par l'adoucissement de la matrice lors de son retour progressif à l'équilibre. En plus, pour la même température de revenu, la dureté de l'alliage à 0.033% C reste supérieure à celle de l'alliage à 0.018% C. Par contre, pour l'alliage à 0.067% C, une légère réaugmentation de la dureté est visible autour de 605°C.

Cette légère augmentation de dureté que nous observons pour l'alliage à 0.067% C, où le taux de carbone est plus élevé, est due probablement au durcissement secondaire par précipitation de carbures alliés de chrome et molybdène. Hantcherli [29] suggère que cette précipitation secondaire est due à des relations d'orientations privilégiées entre la matrice et des fins précipités formés au cours du revenu.

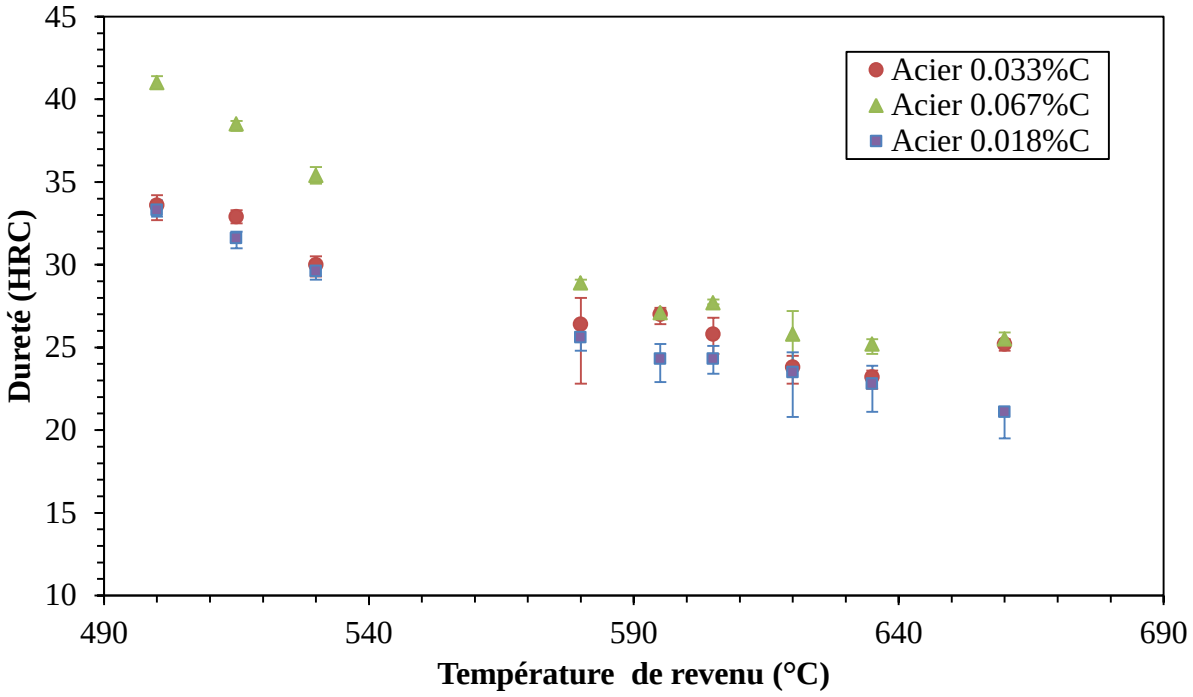


Figure 3-6 : Macrodureté HRC en fonction de la température de revenu pour les trois aciers étudiés.

En complément des tests de macrodureté, un test de microdureté qui permet d'observer l'effet de la température de revenu sur la phase spécifique seule, est effectué sur les mêmes échantillons et sur la même plage de température de revenu. Cette mesure a pour but de quantifier la dureté dans la phase martensitique des trois alliages. Cela permet donc de connaître avec plus de précision l'effet des traitements thermiques sur la dureté de la martensite elle-même. La Figure 3-7 récapitule les mesures réalisées.

On retrouve dans ces résultats que la tendance reste identique à la macrodureté malgré la différence notable entre les deux mesures et que la dureté est plus importante dans l'acier à plus forte teneur en carbone (0.067% C) ainsi qu'une diminution de la dureté au fur et à mesure que l'on augmente la température de revenu.

La Figure 3-7 montre de nouveau que la différence de dureté entre les trois alliages est plus grande pour les températures de revenu faibles par rapport aux températures de revenu élevées. En effet, pour une température de 500°C, une différence de dureté de 80 HV entre l'acier à 0.018% C et l'acier à 0.067% C, chutera à 27 HV pour une température de 620°C. Quand la température de revenu augmente, la diffusion de carbone provoque la précipitation de carbure

et par conséquent le ramollissement de la martensite en raison de l'épuisement en carbone et la diminution des densités des dislocations.

Après la température de revenu de 640°C, la dureté commence à augmenter indépendamment de la teneur en carbone car il y a présence de la martensite fraîche dans la structure.

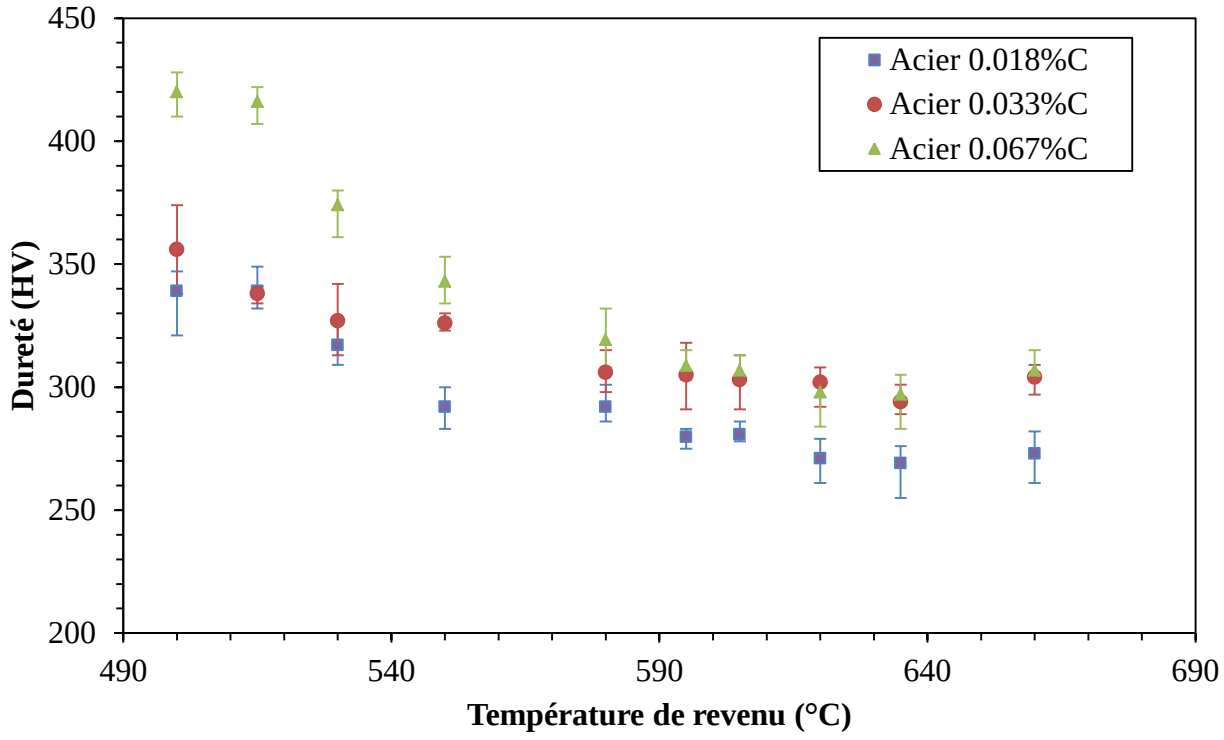


Figure 3-7 : Microdureté HV a une force de 100 gf en fonction de la température de revenu pour les trois aciers étudiés.

3.7 Conclusion

L'étude de la mesure de taille des grains a permis de mettre en évidence que la température d'austénitisation avait un impact sur la croissance de la microstructure des aciers CA6NM indépendamment de la teneur en carbone. Cependant, on a pu constater que l'effet de la température sur la taille des grains austénitiques est lié à la teneur en carbone de l'acier. D'autre part, pour une même température, il est apparent que plus la teneur en carbone est faible plus les grains croissent. Cette influence n'est pas aussi certaine que celle de la durée d'austénitisation. Ensuite, avec les mesures de la durée d'austénitisation trouvées, on a relevé une corrélation entre la durée de traitement thermique et le diamètre moyen d'un grain parent

austénitique. À la lumière des résultats obtenus, on peut prévoir la taille des grains austénitiques avec une marge d'erreur de 5%, pour un acier inoxydable martensitique à faible teneur en carbone à l'aide de la formule de la cinétique de croissance du grain austénitique. C'est l'équation qu'on appliquera aux trois aciers pour déterminer la durée d'austénitisation afin d'atteindre une taille de grains parents identiques. Notre étude a aussi confirmé l'existence d'une relation linéaire entre la taille des paquets et la taille des grains parents austénitiques dans une structure martensite. Cette relation varie selon la teneur en carbone et la composition chimique de l'alliage étudié. De plus, une taille de grains parents austénitiques de 100 µm pour les trois nuances d'acier implique une taille de paquets presque identique.

La dernière partie d'étude sur les essais de macro et microdureté est en concordance. Effectuer ces deux types de mesures nous a permis de confirmer que plus la température de revenu est importante, plus le matériau gagne en ductilité et plus un acier CA6NM est riche en carbone, plus il est dur. Mais cette différence de dureté par la quantité de carbone en présence diminue avec l'augmentation de la température de revenu.

CHAPITRE 4 L'INFLUENCE DES TRAITEMENTS THERMIQUES SUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES

4.1 Généralités

Dans ce chapitre, nous nous sommes intéressés en particulier aux essais mécaniques afin de caractériser les trois matériaux et de savoir si les résultats produits sont différents de ceux attendus. Une analyse plus détaillée des relations entre la microstructure et les propriétés mécaniques a été initiée. En effet, nous nous sommes intéressés aux faciès de rupture des essais réalisés particulièrement aux porosités et aux nombres et types d'inclusions en fond de cupule.

De manière à bien atteindre cet objectif, le choix de la température d'austénitisation de 1040°C et de la taille des grains parents austénitiques n'est pas arbitraire comme on a expliqué dans la partie expérimentale [13, 99, 100, 101].

L'étude de la présence ou non d'austénite de réversion a permis de choisir deux températures de revenu. Donc, après la trempe, chacun des matériaux (0.018% C, 0.033% C, 0.067% C) a subi un ou l'autre des deux revenus suivants :

- Revenu à 550°C pendant 2 heures pour avoir une microstructure sans austénite de réversion.
- Revenu à 610°C pendant 8 heures pour avoir une microstructure contenant le maximum d'austénite de réversion.

4.2 Taille des grains

Comme on l'a expliqué au Chapitre 3 et en utilisant la formule de la cinétique de croissance du grain austénitique, on a pu déterminer la durée et la température auxquelles seront exposés nos échantillons pour avoir une taille de grains parents austénitiques identique.

Puisque la teneur en carbone est différente entre les trois alliages, alors la durée d'austénitisation est différente pour une même température, c'est pourquoi on a austénitisé le 0.018% C et le 0.033% C pendant une heure pour 10 mm d'épaisseur, et pendant une heure et demie pour chaque 10 mm d'épaisseur pour le 0.067% C.

Par la suite, on a appliqué un ou l'autre des deux revenus, un à 550°C pendant 2h et l'autre à 610°C pendant 8 h. Même si le revenu n'a pas d'influence sur la taille des grains, il sert à

adoucir la martensite et à précipiter les carbures aux joints de grains. D'après les constats de F. Barcelo and J.-C. Brachet [95], la taille des grains est plus facile à mesurer sur un matériau revenu que sur un matériau trempé à cause de la précipitation des carbures aux joints des grains, ce qu'on a confirmé expérimentalement.

Les résultats calculés sur 500 grains sont résumés dans le Tableau 4.1 et ne sont pas classés selon les différents revenus car on a considéré que le revenu n'avait pas d'influence sur l'évolution de la taille des grains.

Tableau 4.1 : Résultats des mesures de tailles de grain [102].

Taille des grains (µm)	**0.018% C**	**0.033% C**	**0.067% C**
Austénitisé à 1040°C	104	95	104
Écart à la moyenne	3.24	6.40	3.15

Comme on le voit sur le Tableau 4.1, la différence des tailles de grains par rapport à la moyenne maximale est d'environ 6.40 µm. Cette négligeable différence prouve que les tailles des grains sont du même ordre de grandeur. Alors, le diamètre des grains parents austénitiques n'aura aucune influence sur les propriétés mécaniques de nos échantillons.

4.3 Les phases en présence

Comme nous avons pu le voir dans la bibliographie, les phases existantes dans l'alliage pourraient avoir une influence sur les propriétés mécaniques obtenues. C'est pourquoi nous nous intéresserons ici aux phases que nous avons pu observer dans nos échantillons.

4.3.1 Teneur en austénite de réversion

L'austénite de réversion a une bonne ténacité et une excellente stabilité thermique, mais une très faible stabilité mécanique. Plusieurs études ont suggéré [103-105] qu'elle est localisée le long des frontières des grains parents austénitiques, aux limites des lattes et aux inter-lattes martensitiques.

L'effet de l'austénite de réversion sur les propriétés mécaniques des aciers CA6NM est très controversé [4, 46, 106, 107, 103, 104, 108]. Les résultats qu'on a obtenus sont présentés dans le Tableau 4.2.

Nous pouvons constater que la quantité en austénite de réversion augmente avec l'élévation de la teneur en carbone de l'acier, pour un revenu à 550°C pendant 2h. Cela est conforme à l'observation de Wu et al. [109] qui ont confirmé que le carbone est un bon stabilisateur de la phase austénitique car il diminue son Ms, ce qui correspond à notre constat. En effet, la teneur en austénite pour un revenu à 550°C pendant 2h est de 2% pour le 0.018% C, de 2.1% pour le 0.033% C et de 5.2% pour le 0.067% C.

Les valeurs de 0.018% C et 0.033% C représentent 2% de marge d'erreur de la machine de mesure par XRD. Par contre la valeur 5.2% obtenue pour 0.067% C est assez élevée pour être expliquée comme telle. C'est pourquoi on croit que la vitesse de chauffage est plus élevée pour faire diminuer Ac1 de l'acier à 0.067% C à une température inférieure à 550°C, donc à une température où l'austénite commence à se former.

Toutefois nous n'obtenons pas la même tendance pour le revenu à 610°C pendant 8h. Nous constatons que le matériau à 0.033% C contenant une quantité moyenne en carbone contient presque 5% d'austénite de réversion de plus que le 0.067% C et 9% de plus que le 0.018% C, ce qui implique que la teneur en carbone n'est pas le seul paramètre influant la formation d'austénite.

Plusieurs auteurs [40, 49, 110] ont confirmé que le Ni est le principal responsable de la stabilité thermique de l'austénite dans les aciers 13%Cr-4%Ni. D'après la composition chimique de nos matériaux, nous pouvons constater que le 0.018% C contient 3.65% de Ni et le 0.033% C contient 4.06% et le 0.067% C contient 3.68% de Ni. Puisque le 0.033% C contient la teneur la plus élevée, nous pensons donc que la teneur en Ni est le principal facteur de cette différence en teneur d'austénite de réversion à cette température de revenu.

Tableau 4.2 : Effet de la température de revenu et du temps de maintien sur la teneur en austénite de réversion.

Teneur en carbone	Température de revenu (°C/ temps)	Quantité d'austénite résiduelle et /ou de réversion (%)	Écart type
0.018 %	Après trempe	0.3	0.0
	550°C/2 h	2.0	0.1
	610°C/8 h	10.0	1.8
0.033 %	Après trempe	0.7	0.3
	550°C/2 h	2.1	0.6
	610°C/8 h	19.0	0.9
0.067 %	Après trempe	0.7	0.1
	550°C/2 h	5.2	1.8
	610°C/8 h	14.3	2.9

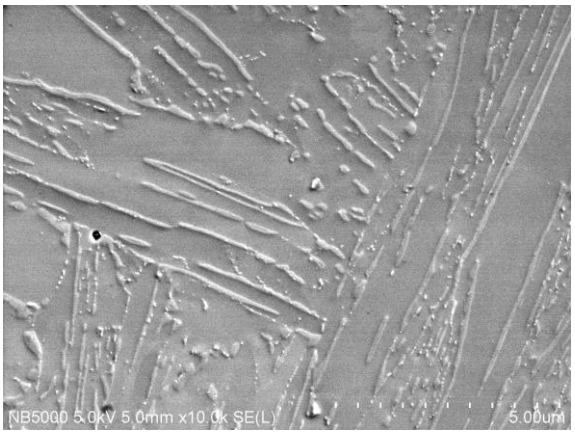
Enfin, si l'on compare l'effet de la température de revenu sur la quantité d'austénite de réversion pour le même matériau, on observe une augmentation de la teneur en austénite de réversion avec l'augmentation de la température de revenu. En effet pour le 0.018% C, l'austénite a augmenté de 2% pour un revenu 550°C pendant 2h, à 10% pour un revenu 610°C pendant 8h, pour le 0.033% C, elle est passée de 2.1 à 19% et pour le 0.067% C, elle est passée de 5.2 à 14.3%. Récemment Godin et avant lui Song, et Robichaud [40, 45, 48] ont expliqué ce phénomène par la diffusion des éléments gammagènes tels que le Ni, C et le Mn présents dans le matériau. Par conséquent, elle favorise la stabilité de l'austénite, donc l'augmentation de la température et du temps de revenu forme en grande quantité d'austénite de réversion.

D'après la quantité en austénite trouvée dans chaque nuance et la taille des lattes (Figure 4-1) ainsi que la teneur des éléments gammagènes dans la composition chimique, on peut constater que l'austénite en 0.033% C est moins stable mécaniquement que celle dans l'acier à 0.067% C, car d'après Kim [49] si la taille des lattes d'austénite est plus grande, elle serait plus pauvre en éléments gammagènes et donc moins stable mécaniquement à cause de la plus grande proportion de phase qui doit se partager la quantité nominale d'éléments gammagènes.

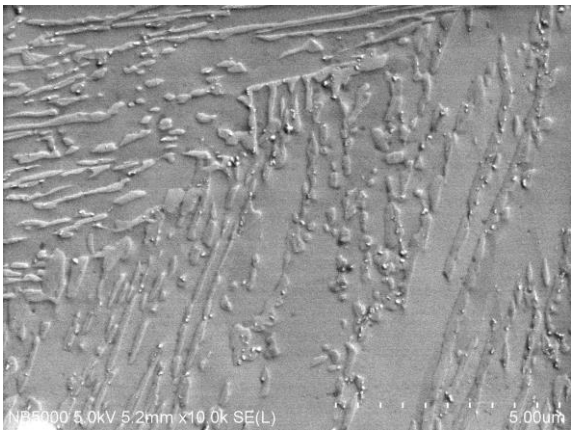
Les images d'analyse au MEB (Figure 4-1) ont montré que l'austénite est plus grosse pour l'alliage 0.033% C dont la quantité en Ni est élevée (4.06%), fine pour l'alliage à 0.067% C dont la teneur en Ni est intermédiaire (3.68%) et plus fine pour l'alliage 0.018% C à faible teneur en Ni (3.65%), ce qui montre la même tendance que les mesures par la méthode XRD

(X-Ray Diffractomètre). Les résultats ont montré que la taille de l'austénite de réversion dépend principalement de la teneur en Ni nominale.

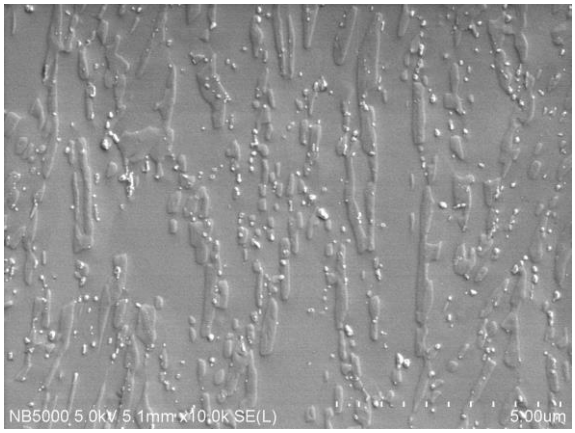
La morphologie de l'austénite de réversion a révélé qu'elle était majoritairement lamellaire pour les trois alliages et qu'elle se situait généralement à l'interface des lattes de martensite.



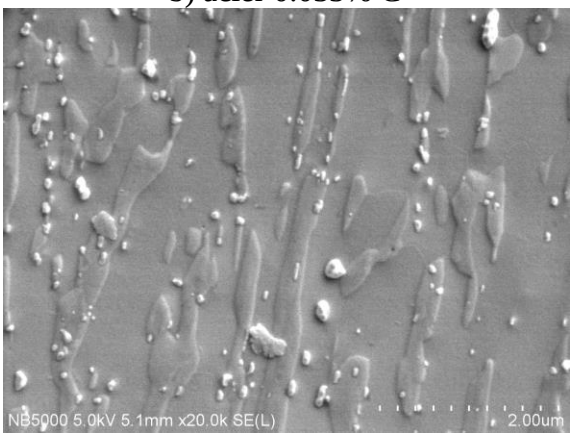
a) acier 0.018% C



b) acier 0.033% C



c) acier 0.067% C



d) En blanc transgranulaire précipité dans l'acier à 0.067% C.

Figure 4-1 : Des images MEB d'austénite de réversion et de carbures dans les aciers revenus à 610°C pendant 8 h prises par l'IREQ [130].

Les différents revenus effectués ont montré que l'alliage contenant 0.067% C commence à former de l'austénite à une température inférieure à 550°C c'est-à-dire plus basse que son Ac1 et que celle des deux autres alliages. Par contre, pour une température au-dessus de Ac1 (par exemple 610°C), le matériau contenant plus de Ni forme une quantité plus élevée en austénite.

Alors, c'est par quantité de Ni en présence que l'acier forme de l'austénite et non par teneur en carbone, c'est pourquoi le Ni est un meilleur stabilisateur d'austénite que le carbone.

4.3.2 Teneur en ferrite delta

Nous avons pu observer au microscope optique après polissage et attaque par Modified Fry la présence de ferrite delta. Nous avons donc relevé sa quantité ainsi que sa microdureté comme on a présenté dans la partie expérimentale Tableau 2.2.

Nous avons pu détecter la présence de ferrite delta pour le 0.018% C et 0.033% C, mais aucune trace n'a été trouvée pour le 0.067% C. La quantité trouvée pour le 0.033% C est 1.03% qui représente le double de la quantité en 0.018% C. Elle se situait en majorité le long des joints de grains comme présentée sur les images à la Figure 2-3 et Figure 4-2.

Pour la microdureté de la ferrite, elle est de 272 HV pour le 0.018% C, et de 298 HV pour le 0.033% C donc inférieure à celle de la martensite.

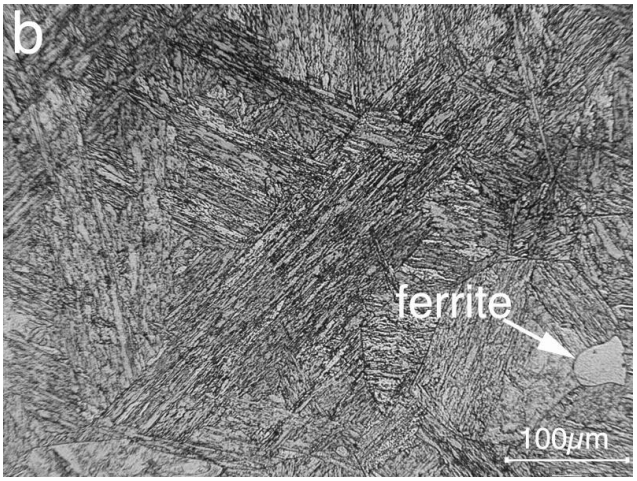


Figure 4-2 : Microstructure d'un acier CA6NM à 0.033% C austenitisé à 1040°C et revenu à 550°C.

La faible quantité de ferrite qui ne dépasse pas 2% observée dans les trois nuances a mis en doute l'amélioration des propriétés mécaniques, même si sa microdureté est inférieure à celle de la martensite. Carrouge et al. [111] ont constaté que la teneur en ferrite n'a aucun effet sur les propriétés mécaniques sauf si elle dépasse les 10%. Nos teneurs en ferrite delta comme vu précédemment sont inférieures à cette valeur. Donc, on déduit que la ferrite delta n'a pas

d'influence sur les résultats de nos essais mécaniques. Enfin, nous pouvons confirmer que la ferrite delta ne pourrait pas favoriser la rupture ductile d'aucune nuance étudiée.

4.4 Caractérisation des précipités

Lors de l'observation par microscopie optique des inclusions après polissage électrochimique, Escaich [127] a pu distinguer des précipités au joints de grains, plus clairement pour le 0.018% C et le 0.067% C que pour le 0.033% C. Le même constat a pu être vu au MEB au cours de l'analyse des lattes d'austénite de réversion.

Nous pensons que ce sont des carbures ($Cr_{23}C_6$) ou des carbonitrures mais nous ne pouvons pas le confirmer. C'est pour cela qu'on a mesuré les teneurs en azote de nos matériaux par la méthode LECO et les résultats sont à la dernière colonne du Tableau 2.1.

Une étude faite par Ramirez [112] a observé la présence des nitrures de chrome de type Cr_2N ou CrN aux joints des grains. Ramirez suggère que la présence d'azote est responsable de ces carbures. De même Ma [110] a démontré la présence des nitrures de type MX(Ti, Nb, V)N aux inter-lattes et aux joints des grains. Quant à Song [45], il a montré la présence des carbures de chrome aux inter-lattes et aux joints des grains d'un acier 13Cr-4Ni. Tous ces auteurs ont confirmé que la présence de ces carbures détériore les propriétés mécaniques de résilience du matériau.

En comparant les quantités d'azote des trois nuances d'acier, on aperçoit que le 0.018% C contient 330 ppm et le 0.067% C contient 520 ppm, par contre le 0.033% C contient seulement 79 ppm. On croit que les deux premiers ont plus tendance à former des nitrures que le dernier, donc ils auront plus tendance à diminuer leurs résiliences.

L'analyse par MEB des lattes de martensite a confirmé l'existence de particules blanches (Figure 4-1). Nous pensions avoir affaire à des carbures $Cr_{23}C_6$. Ces derniers sont plus présents dans l'acier à 0.076% C. Nous confirmons donc que leur présence suit la tendance de la teneur en carbone dans l'acier.

Le détail qui nous laisse perplexe est leur taille qui est comprise entre 20 nm et 200 nm. En effet, Ma [113] a observé dans un acier CrNiMo13-5-1 des carbonitrures de niobium (Nb,Ti ,V) de taille comprise entre 5-15 nm, ce qui est largement inférieur à ce que nous avons pu observer. Sur les images prises au MEB nous ne pouvons pas affirmer que ce sont des carbures

ou des carbonitrures. Des analyses complémentaires seraient à réaliser en microscopie électronique à transmission afin de définir leur nature.

Mais le résultat qu'on trouve intéressant d'après la quantité de carbure observée et la quantité en austénite de réversion (14%) sur la nuance à 0.067% C, c'est que le carbone a plus tendance à former des carbures que de stabiliser thermiquement l'austénite de réversion.

4.5 Les inclusions en surfaces polies

La caractérisation des inclusions sera faite par deux types de surfaces : surfaces polies et sur faciès Charpy. Dans cette section nous observerons de près les inclusions sur nos surfaces polies. Nous calculerons par la suite leur densité et nous analyserons également leur nature.

Donc, pour caractériser les inclusions sur nos surfaces polies, nous les avons polies miroir puis attaquées chimiquement comme indiqué dans la partie Méthodologie.

Les tailles d'inclusion et leur densité ont été calculées par une stagiaire. Les résultats et analyses de ses travaux sont répertoriés dans un rapport de stage [127] (un sommaire des résultats principaux est présenté pour enrichir ce mémoire). Il a relevé la taille des inclusions au microscope optique avec grossissement x100 comme le recommande la norme [114]. Elle a conclu que les aciers à 0.033% C et 0.067% C ont leurs principales tailles d'inclusions dans l'intervalle 5-10 µm. Or, pour le 0.018% C, ils présentent beaucoup plus d'inclusions dans l'intervalle 30-40 µm.

Pour ces types d'inclusions, elles peuvent être de composition chimique très variée, suivant chaque nuance d'acier. Comme on l'a expliqué dans la partie bibliographique, la composition chimique du matériau ainsi que le mode d'affinage ont une forte influence sur la présence finale des inclusions ou précipités au sein d'un matériau. Nos matériaux venant de producteurs différents alors les méthodes d'affinages ont donc différé. Le 0.018% C et le 0.067% C ont subi le même type d'affinage soit une « Argon Oxygen Decarburization » tandis que le 0.033% C, lui, a subi un «Vacuum Oxygen Decarburization ».

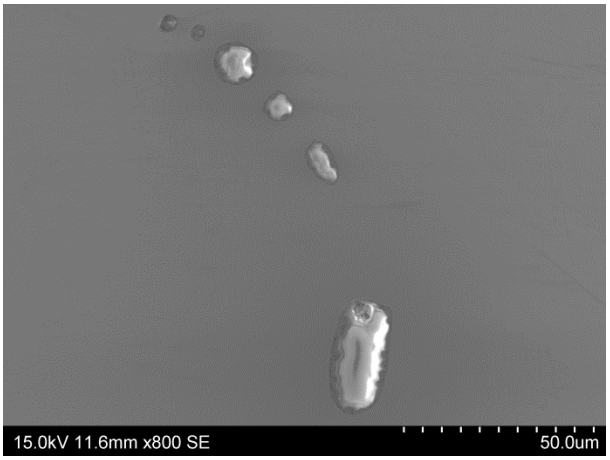


Figure 4-3 : Inclusions observées dans le 0.018% C revenu à 610°C pendant 8h [127].

4.6 Microdureté/Macrodureté

Dans cette section, on réalise des essais de micro et macro duretés car les propriétés mécaniques sont influencées également par la dureté de la martensite. Les résultats sont indiqués dans le Tableau 4.3.

D'après le tableau récapitulant les résultats de la macro et micro duretés des trois alliages, on peut constater que pour le revenu à 550°C en absence de l'austénite, que ce soit pour la microdureté ou pour la macrodureté, elles diminuent bien avec la diminution du taux de carbone. La macrodureté passe de 32.9 HRC pour le 0.067% C, à 30.4 HRC pour le 0.033% C ou encore à 27.3 HRC pour le 0.018% C. La microdureté suit également cette tendance pour les valeurs
343 HV, 326 HV et 292 HV pour les 0.067% C, 0.033% C et 0.018% C, respectivement. En effet si le taux de C est en augmentation dans l'acier, la martensite sera plus sursaturée en carbone dans les sites interstitiels ce qui augmentera la résistance au mouvement de dislocations en produisant des distorsions dans le réseau cristallin.

Il est évident que la martensite s'adoucit avec l'élévation de la température de revenu, c'est pourquoi, pour n'importe quelle nuance revenue à 610°C, nous pouvons remarquer que sa macro ou microdureté est inférieure à la même nuance revenue à 550°C.

Donc, on peut dire que la teneur en carbone a un effet direct sur la dureté. En effet, plus le taux de carbone augmente, plus la dureté du matériau augmente. Par contre, la température de revenu a un effet inverse sur la dureté, car plus la température de revenu augmente, plus la

dureté diminue. Cette dernière tendance a été également constatée par plusieurs auteurs pour une température inférieure à 620°C [45, 46, 100].

Pour le revenu à 610°C nous ne pouvons pas observer la même tendance que celle du revenu à 550°C. En effet le 0.033% C et le 0.067% C ont une valeur en micro et macrodureté identique 298 HV, et 25.5 HRC respectivement. Par contre, en ce qui concerne le 0.018% C, nous pouvons voir que ses valeurs de micro et macrodureté sont plus faibles 272 HV et 21.3 HRC respectivement. Si on compare les duretés trouvées dans les cas d'un revenu à 550°C par rapport à celles d'un revenu à 610°C, on observe que celles du premier revenu sont plus élevées. Donc, on remarque que la macrodureté du 0.018% C et du 0.067% C s'abaisse de 6 HRC et 7.2 HRC respectivement, d'un revenu à 550°C par rapport à un revenu à 610°C. Cependant, la macrodureté du 0.033% C ne diminue que de 5 HRC. C'est pourquoi nous pensons que l'abaissement de la dureté des trois nuances d'acier pour les deux différentes températures de revenu est principalement dû au ramollissement de la martensite par la diffusion de carbone interstitiel pour former des carbures aux inter-lattes et aux joints des grains surtout que le temps de maintien en revenu est long comme Iwabuchi [115] et Barcelo [95] l'ont constaté (voir Section 1.2.4).

En même temps, le 0.033% C a une quantité plus grande en austénite de réversion qui est moins stable à cause de la non-saturation en carbone. Sous l'effet de la pénétration de l'indenteur, l'austénite se transforme en martensite fraîche dure, ce qui implique une augmentation de la valeur de dureté, donc un faible écart entre la dureté trouvée pour les deux températures de revenu. Il est aussi connu que la solubilité du carbone dans l'austénite est supérieure à sa solubilité dans la ferrite. Et comme le 0.033% C contient une quantité en ferrite supérieure à 0.067% C, cela signifie qu'une partie du carbone ajouté du 0.067% C est diffusée dans l'austénite en perdant un niveau de dureté dans la martensite.

Donc, l'ajout du carbone est bénéfique selon deux points de vision : l'augmentation de la dureté de la matrice martensitique et l'amélioration de la stabilité thermique de l'austénite, mais pas pour les hautes températures ni pour les très longues durées de revenu.

Tableau 4.3 : Détails des résultats de micro et macro duretés en fonction de la température de revenu.

	Température de revenu (°C/ temps)	0.018% C	0.033% C	0.067% C
Macrodureté (HRC)	550°C/2 h	27.3	30.4	32.9
	610°C/8 h	21.3	25.5	25.5
Microdureté (HV)	550°C/2 h	292	326	343
	610°C/8 h	272	298	298

4.7 Essai de traction

Les courbes des essais de traction de nos trois nuances d'acier (0.018% C, 0.033% C et 0.067% C) sont présentées dans la Figure 4-4 pour le revenu à 550°C pendant 2h et à la Figure 4-5 pour le revenu à 610°C pendant 8h. En plus, les principales propriétés de traction pour les deux températures sont résumées au Tableau 4.4.

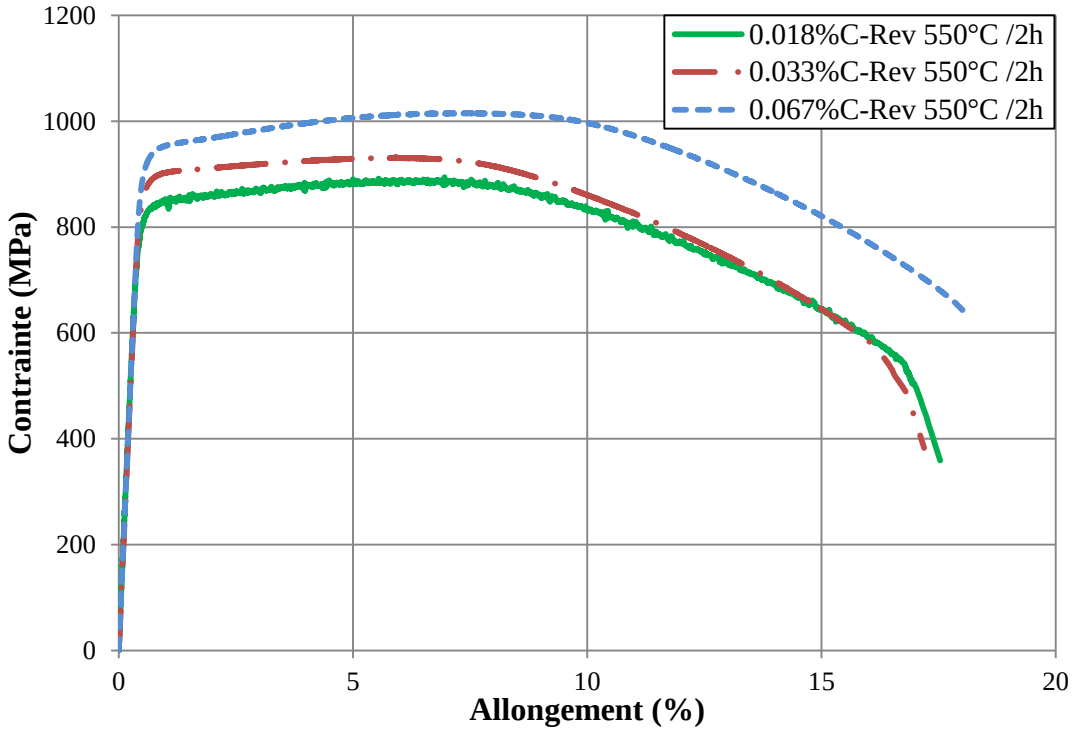


Figure 4-4 : Courbes de traction moyennes pour les trois échantillons revenus à 550°C/2h.

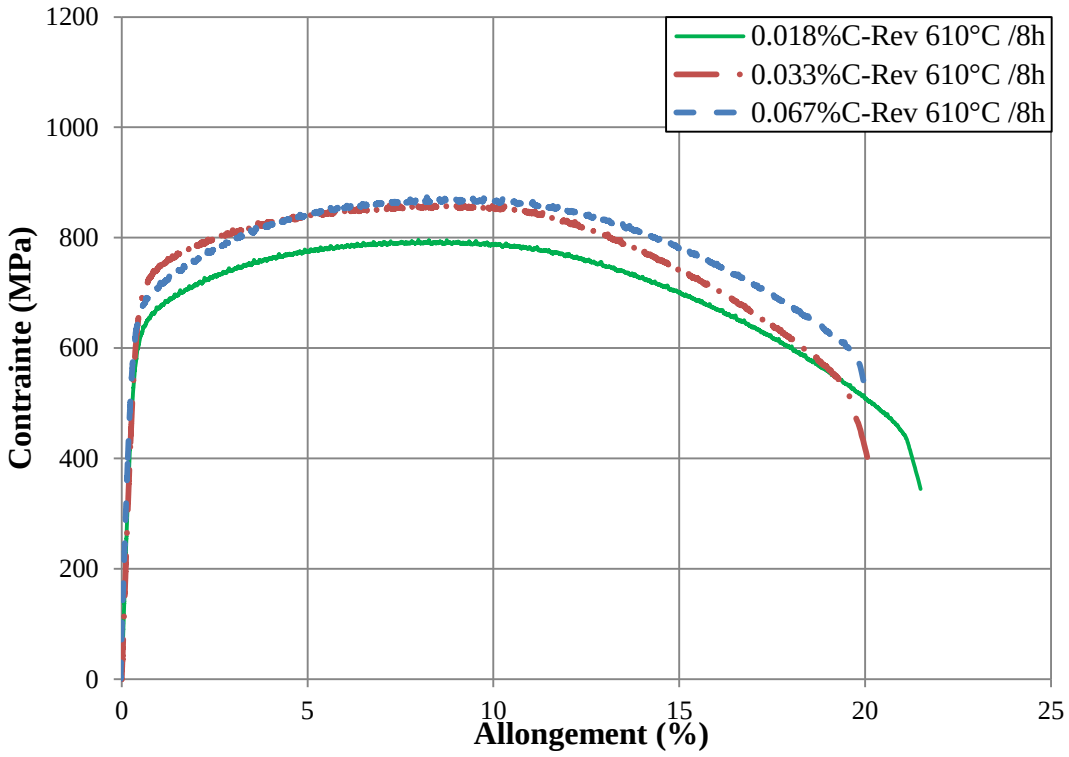


Figure 4-5 : Courbes de traction moyennes pour les trois échantillons revenus à 610°C/8h.

Tableau 4.4 : Récapitulatif des résultats des essais de traction aux différentes CA6NM.

Traction	**0.018% C**		**0.033% C**		**0.067% C**	
	550°C / 2h	610°C / 8h	550°C / 2h	610°C / 8h	550°C / 2h	610°C / 8h
R_e (MPa)	830	620	893	709	941	661
R_m (MPa)	889	796	934	861	1018	874
E (GPa)	204	213	204	199	201	198
A%	17	22	18	21	17	20
Striction(%)	69	63	70	63	71	64

Sur la Figure 4-4 dans les nuances revenues à 550°C où l'austénite de réversion est presque nulle, nous pouvons voir, que plus la teneur en carbone augmente, plus la résistance à la traction et la limite élastique de l'acier augmentent. En effet, la résistance à la traction passe de

889 MPa pour le 0.018% C à 1018 MPa pour le 0.067% C en passant par 934 MPa pour le 0.033% C. De même la limite élastique passe de 830 MPa pour le 0.018% C à 941 MPa pour le 0.067% C en passant par 893 MPa pour le 0.033% C, ce qui est cohérent avec les mesures de dureté (27.3 HRc, 30.4 HRc, et 32.9 HRc pour les aciers 0.018% C, 0.033% C et 0.067% C respectivement). Ces observations sont conformes avec ceux de Zheng et al. [116] qui ont suggéré que la dureté, la limite d'élasticité et la résistance à la traction pour des aciers 12Cr-Ni augmentent avec la teneur en carbone, mais que leur allongement diminue. Pour notre cas, l'allongement à la rupture est presque identique pour les trois nuances d'aciers. C'est-à-dire que l'allongement est constant quelque soit la teneur en carbone de notre échantillon. De plus, à cette température de revenu qui est inférieure à la température Ac1, la quantité d'austénite de réversion est nulle ou presque en très faible quantité (voir Tableau 4.2), ce qui est en désaccord avec plusieurs auteurs [116, 117]. Probablement, il est possible que l'effet du carbone soit masqué par d'autres effets, par exemple la taille des blocs ou des lattes comme on a expliqué dans la Section 1.2.5.1 de la littérature.

Pour les aciers revenus à 610°C pendant 8h et dont la microstructure contient de l'austénite de réversion (Tableau 4.2), nous trouvons que la limite élastique augmente de 620 MPa à 709 MPa si la teneur en carbone augmente de 0.018% C au 0.033% C, mais ce n'est pas le cas pour le 0.067% C qui a une valeur de la limite élastique de 661 MPa plus basse que celle du 0.033% C.

Il faut signaler que la teneur en austénite de réversion comme on le voit sur le Tableau 4.2 est élevée en 0.033% C qui contient 19.0% par contre le 0.067% C en contient seulement 14.3%, sans oublier que l'acier à 0.033% C contient une quantité de ferrite 1% supérieure à celle du 0.067%. Donc, d'après tout ce qu'on a présenté, on peut expliquer le résultat par effet TRIP (contrainte induite par la transformation de phase). Selon Sadeghi [66], la transformation martensitique de l'austénite de réversion peut commencer à une contrainte inférieure à la limite d'élasticité de l'austénite en présence de ferrite. De même Timokhina et al. [67] ont observé ce phénomène dans les aciers TRIP, où les épais blocs d'austénite résiduelle situés entre les grains de ferrite ont été facilement transformés lors de la déformation axiale. Donc, on croit dans notre situation que la transformation de l'austénite en martensite pourrait être responsable de l'augmentation imprévue de la limite élastique de l'acier de 0.033% C.

Néanmoins, à la température de revenu de 610°C pendant 8h, la résistance à la rupture, pour le 0.018% C, 0.033% C et 0.067% C, a une tendance similaire pour les mêmes nuances revenues à 550°C pendant 2h. On voit aussi qu'ils ont une tendance identique en ce qui concerne les mesures de dureté. À titre d'indication, l'acier à 0.018% C a une macrodureté et microdureté plus faible que les deux autres aciers 0.033% C et 0.067% C. Ces derniers ont une macro et microdureté identiques. Pour l'allongement à une température de revenu de 610°C sur la Figure 4-5, on peut constater que moins on a de carbone et plus notre matériau est ductile, ce qui correspond à ce qu'on s'attendait à avoir. En effet, on voit que l'allongement est plus important pour le 0.018% C avec 22% et qu'il décroît suivant la teneur en carbone pour atteindre 21% pour le 0.033% C et 20% pour le 0.067% C.

Enfin, si l'on compare les résultats obtenus du revenu à 550°C pendant 2h à ceux du revenu à 610°C pendant 8h, nous pouvons constater que la limite élastique et la résistance à la traction diminuent mais que par contre l'allongement augmente. L'adoucissement de la martensite avec l'augmentation de la température de revenu est déjà vu par plusieurs auteurs [45, 46, 50]. On suggère que la diffusion du carbone et nickel qui s'active lors de la montée en température au cours du revenu permet la formation d'austénite de réversion et la martensite revenue. En plus, la diffusion du carbone permet également la formation des carbures aux inter-lattes et aux joints des grains. Ce qui entraine une localisation concentrée du carbone au détriment d'une répartition plus ou moins homogène dans la matrice qui lui procurait une faible dureté [51] et une meilleure limite élastique ou encore résistance à la rupture. Ceci est déjà vu par Iwabuchi et Sawada [58] qui confirment que le temps de maintien en revenu qui a permis dans le cas du revenu à 610°C pendant 8h de former plus de carbures aux joints des grains affecte, par conséquent, les propriétés mécaniques. Donc en théorie, nous devrions avoir en fin de revenu plus de carbures aux joints des grains pour le 0.067% C que pour le 0.033% C et le 0.018% C. Nous avons, en effet, pu observer une quantité importante de précipités dans l'alliage riche en carbone le 0.067% C, et en plus infime quantité pour les deux autres. Alors ces hypothèses sont complètement conformes avec les Figure 4-1 qui montrent que les carbures sont plus présents dans la nuance à 0.067% C que sur les deux autres.

On a également remarqué que l'augmentation de la teneur en carbone n'a pas un effet significatif sur l'allongement sans présence d'austénite, cependant l'effet est très apparent si on

augmente la température et le temps de revenu, c'est-à-dire en présence d'austénite de réversion.

4.8 Essai de résilience (Charpy)

Des essais Charpy ont été réalisés sur les trois nuances d'acier (0.018% C, 0.033% C et 0.067% C) revenues à 550°C pendant 2h et à 610°C pendant 8h. Les résultats sont présentés dans la Figure 4-6 ainsi que sur le Tableau 4.5. Chaque valeur représente la moyenne de trois essais.

Tableau 4.5 : Tableau récapitulatif des résultats des essais Charpy en fonction de la température de revenu.

Charpy	0.018% C		0.033% C		0.067% C	
	550°C / 2h	610°C / 8h	550°C / 2h	610°C / 8h	550°C / 2h	610°C / 8h
Énergie d'impact (J)	98	121	152	156	49	104
Écart type (J)	1.2	3.5	3.3	6	1.4	3.3

D'après les résultats du Tableau 4.5, nous pouvons voir que les valeurs de l'énergie d'impact moyennes passent de 98 Joules à 152 Joules puis chutent à 49 Joules pour le revenu à 550°C pendant deux heures pour les trois nuances d'aciers 0.018% C, 0.033% C et 0.067% C respectivement. De même, pour le revenu à 610°C pendant 8h, bien que la chute soit moins importante, elle est tout de même bien présente, car l'énergie moyenne nécessaire pour casser ces échantillon est 121 Joules, 156 Joules et 104 Joules pour le 0.018% C 0.033% C et le 0.067% C respectivement. Donc, on peut constater d'après les résultats obtenus, que l'énergie nécessaire à la rupture de l'échantillon Charpy, croît du 0.018% C au 0.033% C et chute pour le 0.067% C quel que soit le revenu appliqué, c'est-à-dire en présence ou non d'austénite de réversion.

Selon l'analyse des résultats trouvés et qui sont inattendus d'après la littérature, plusieurs auteurs comme Zheng et al. [116], pour des aciers ferritiques et Iwabuchi et al. [118], pour des aciers 13Cr-4Ni, ont confirmé que si le taux de carbone augmente, la résilience diminue. Dans le cas de cette étude, cette tendance est apparente entre la nuance à 0.018% C et celle à 0.067% C quel que soit le revenu.

La différence d'énergie absorbée par le 0.018% C et le 0.067% C, les deux revenus à 550°C pendant 2h, est due probablement à la présence de carbure aux joints des grains. Un comportement similaire, qui valide ces résultats, a été signalé dans le travail de Iwabuchi et Sawada [58] pour les aciers 13Cr-4Ni. Dans le cadre de leur recherche, ils ont expliqué ce phénomène par la formation de carbures aux joints des grains pour les aciers à teneur en carbone élevée, ce qui a diminué la résilience et déclenché un mode de rupture intergranulaire. Donc on peut dire que la présence de précipités aux joints des grains a également un effet sur la résilience.

Enfin, si nous comparons les résultats entre traitements thermiques et en nous concentrant sur le même échantillon revenu à 550°C pendant 2h et revenu à 610°C pendant 8h, nous pouvons observer une légère hausse des énergies d'impact avec l'augmentation de la température de revenu. Dans la littérature [39, 46, 118], il a été montré que si l'on augmente la température de revenu en restant proche de la température Ac1 (environ 70°C), la résilience des aciers CA6NM va augmenter en fonction de la température de revenu.

Tout d'abord, comme nous avons pu le voir pour les essais de traction, l'austénite de réversion et l'adoucissement de la martensite peuvent avoir une influence significative sur la résilience comme on l'a expliqué dans la partie bibliographique 1.2.5.3 et 1.3 bien que la teneur en austénite de réversion ne soit pas proportionnelle à l'énergie absorbée. Par exemple, la différence d'énergie absorbée par la nuance 0.033% C revenue à 610°C pendant 8h qui contient 19% en austénite et la même nuance revenue à 550°C pendant 2h qui contient 2% en austénite, est 4 Joules, ce qui nous laisse croire que la quantité d'austénite est instable mécaniquement. C'est pourquoi, elle s'est transformée avant le fond de fissure donc elle n'aura aucune influence sur l'énergie absorbée. Par contre, pour le 0.067% C, la différence d'énergie absorbée entre un revenu à 610°C pendant 8h qui contient 14% en austénite et la même nuance revenu à 550°C pendant 2h qui contient 6% en austénite est 50 Joules. Ce qui confirme que la présence d'une

quantité stable mécaniquement d'austénite peut améliorer la résilience comme il a été déjà trouvé dans la littérature [39, 43, 46].

Pour mieux comprendre la raison pour laquelle le mécanisme de rupture 0.033% C est plus résilient que les deux autres nuances, l'analyse de l'azote a été effectuée. L'analyse du 0.018% C contient 330 ppm en azote, contre seulement 79 ppm pour le 0.033% C et 520 ppm pour le 0.067% C. Dans les aciers étudiés, on remarque que le 0.018% C et le 0.067% C ont une teneur en azote significativement supérieure, 330 ppm et 520 ppm respectivement. Par contre, l'acier à 0.033% C a seulement 79 ppm. A la vue de leur teneur en azote, d'après les constats de Ramirez et al. [112] et Ma et al. [110, 113] (Section 4.4), le 0.018% C et le 0.067% C formeraient donc plus de nitrures de chrome qui affaibliraient leurs résiliences.

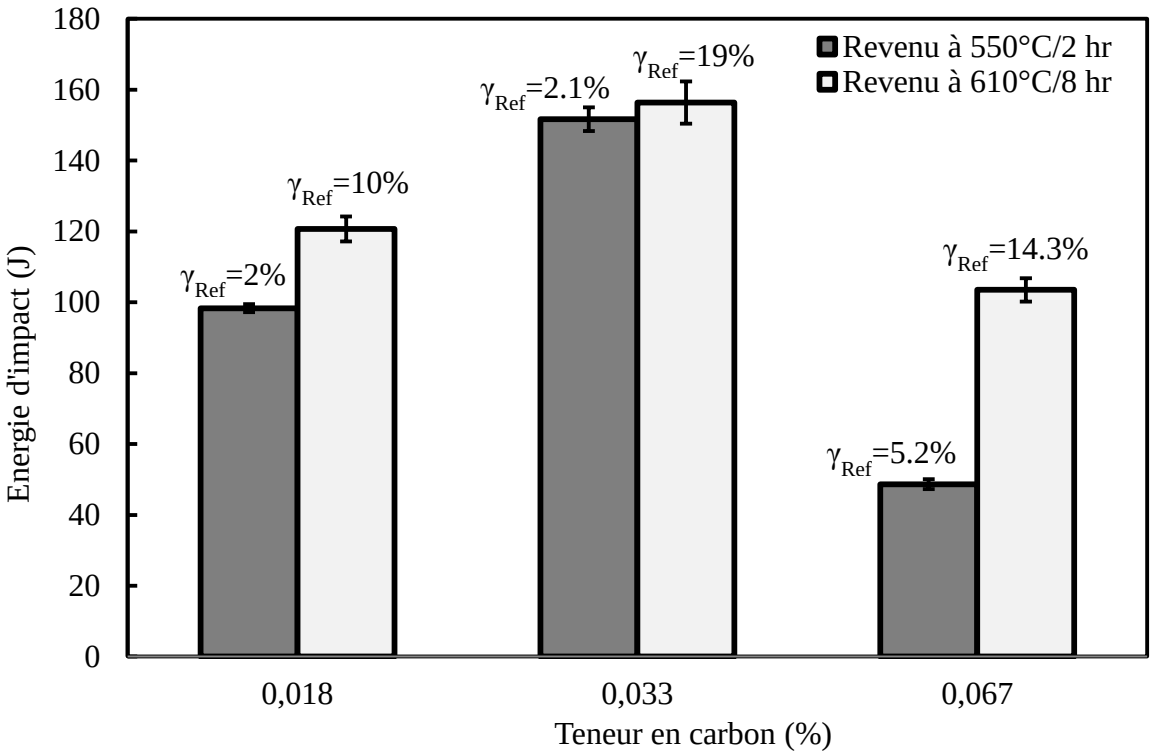


Figure 4-6 : Diagramme présentant les résultats des essais Charpy.

D'autres auteurs [119] avancent que la présence principale des oxydes favoriserait la détérioration de la résilience des pièces soudées. Le 0.033% C qui contient 0.08% en oxygène, contre 0.013% pour le 0.018% C et 0.06% pour le 0.067% C (Tableau 4.6) devrait donc être

moins résilient que les deux autres, ce qui n'est pas le cas car ils ont mesuré les oxydes sur des pièces soudées, or dans notre cas on l'a fait sur des matériaux de base. Ce point sera discuté dans la section des inclusions dans les faciès Charpy.

Tableau 4.6 : Teneur en oxygène des trois nuances d'acier.

Teneur en Carbone	**0.018% C**	**0.033% C**	**0.067% C**
Teneur en O (%)	0.013	0.08	0.06

Puisqu'il n y a pas de similitude des résultats trouvés avec ceux de la littérature, nous avons décidé de nous intéresser de plus près aux mécanismes de rupture. C'est pourquoi nous avons mesuré le pourcentage de rupture ductile et fragile sur chaque faciès afin d'expliquer cet écart. En effet, la rupture de type fragile est beaucoup moins consommatrice d'énergie car elle n'engendre pas de déformation plastique et contribue ensuite à la propagation de fissures transgranulaires et/ou intergranulaires [13, 120]. Toutefois, la rupture ductile est un mode de rupture qui est consommateur d'énergie par la déformation plastique importante qu'il engendre, car la rupture ductile se forme par coalescence des microcavités formées autour des inclusions, des précipités ou des carbures.

Donc les faciès de rupture des essais Charpy ont été observés au microscope optique à lumière rasante comme on le voit à la Figure 4-7 . Cet aperçu a pour but de faire ressortir les endroits où la rupture a été de type fragile (les parties brillante) et de pouvoir mesurer ainsi le pourcentage de chacun des deux types de rupture (ductile ou fragile) conformément à la norme ASTM E23-12c [121].

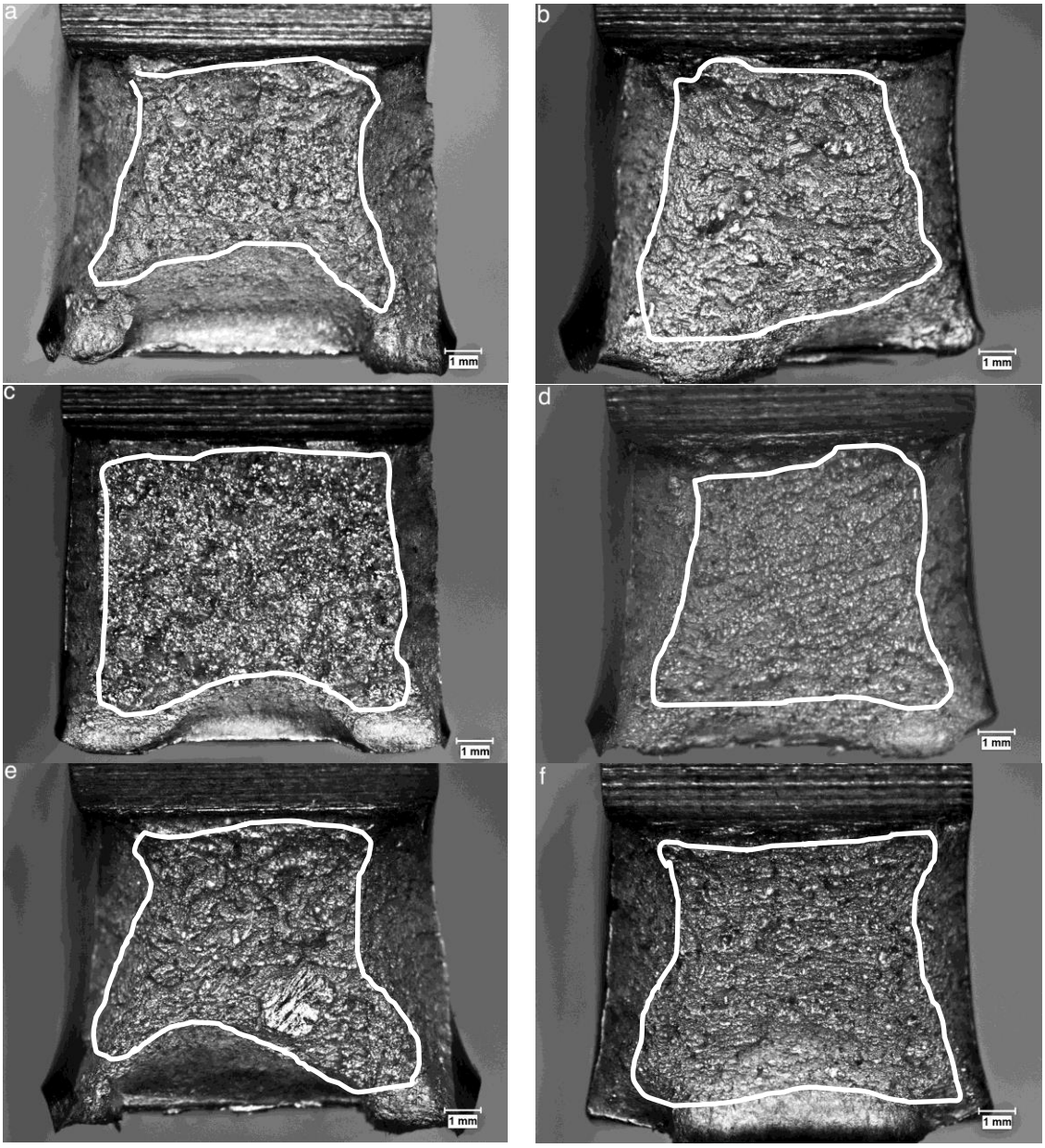


Figure 4-7 : Faciès Charpy des différents échantillons à la température ambiante, (a), (b), (c), Pour les alliages 0.018% C, 0.033% C et 0.067% C revenus à 550°C/2h respectivement et (d), (e), (f), pour les alliages 0.018% C, 0.033% C et 0.067% C revenus à 610°C/8h respectivement [127].

Les résultats de la moyenne de trois mesures pour chacun des aciers et de sa température de revenu sont résumés dans le Tableau 4.7 ci-dessous :

Tableau 4.7 : Pourcentage de rupture ductile calculé à partir des faciès.

% de rupture ductile	**0.018% C**	**0.033% C**	**0.067% C**
Austénitisé et revenu à 550°C pendant 2h	60	90	40
Austénitisé et revenu à 610°C pendant 8h	70	95	50

Nous pouvons observer que le pourcentage de rupture ductile augmente avec l'augmentation de la température de revenu indépendamment de la teneur en carbone. Il passe de 40% pour le 0.018% C revenu à 550°C pendant 2h à 70% pour un revenu à 610°C pendant 8h. De même, il croît de 40% pour le 0.067% C revenu à 550°C pendant 2h à 50% pour un revenu à 610°C pendant 8h. Nous pouvons aussi voir le pourcentage de rupture ductile corrèlent bien avec les résultats de résilience obtenus ce qui implique que la rupture ductile influe fortement la résilience d'un matériau. Une autre remarque qu'on trouve pertinente c'est : quel que soit le revenu choisi, le pourcentage de rupture ductile est toujours plus important pour le 0.018% C que pour le 0.067% C.

Bien que l'observation au microscope optique ait répondu à une certaine attente, elle n'a pas pu expliquer pourquoi le 0.033% C est plus résilient que les deux autres. C'est pourquoi les faciès de rupture des essais Charpy ont été observés au MEB. Lors de nos observations et analyses au MEB, nous avons pu remarquer que deux de nos nuances présentaient une rupture mixte : fragile (inter et transgranulaire) et ductile (voir Figure 4-8).

La Figure 4-8 montre les surfaces de rupture des trois aciers testés à la température ambiante : les Figure 4-8 (a, b, et c) revenus à 550 ° C pendant 2h et les Figure 4-8 (d, e, et f) revenus 610°C pendant 8h. L'échantillon 0.018% C revenu à 550°C présente 36% de rupture fragile avec un mode quasi-clivage (Figure 4-8 a). Pour le 0.018% C revenu à 610°C, les faciès de rupture présente toujours des cupules avec de petites zones de clivage (Figure 4-8 d). L'échantillon 0.067% C ayant la plus faible énergie de résilience, se caractérise principalement par un mode de rupture intergranulaire avec des cupules (Figure 4-8 c, f). Donc d'après le Tableau 4.5, le type de rupture et l'énergie de résilience mesurée sont cohérents pour les deux

aciers à 0.018% C et à 0.067% C. Par contre l'acier à 0.033% C présente un comportement ductile avec un mélange de cupules à grandes et à petites tailles (Figure 4-8 b, e). L'analyse EDX a montré que les cupules contiennent des inclusions au MnS et / ou aux oxydes complexes (Figure 4-10).

Dans notre cas, nous avons retrouvé les deux types de ruptures fragiles pour les deux nuances d'aciers revenus à 550°C pendant 2h; la rupture de type intergranulaire pour le 0.067% C (Figure 4-8 c) et la rupture de type transgranulaire pour le 0.018% C (Figure 4-8 a). Pour le premier type, c'est la teneur en carbone qui a une influence sur le type de rupture. En effet, le 0.067% C qui contient plus de carbone va avoir tendance à former plus de carbures et nitrures aux joints de grains [58, 118]. Malgré la présence possible de carbures et des nitrures en inter-lattes, les carbures liés à la teneur en carbone présents aux joints de grains sont plus nombreux (comme on peut le voir à la Figure 4-1) fragilisant ainsi le matériau aux joints des grains, entrainant une rupture intergranulaire plutôt que par clivage pour l'acier à 0.018% C, puisque la teneur en carbone est faible ainsi que la teneur en azote par rapport au 0.067% C. Alors les carbures et nitrures formés auront peut-être plus tendance à se former aux inter-lattes de martensite, ce qui explique que la rupture est transgranulaire pour le 0.018% C qu'intergranulaire.

Donc, nous pensons que les carbures et/ou carbonitrures présents aux inter-lattes et aux joints de grains du 0.018% C et 0.067% C, rendent leur résilience plus faible que celle de 0.033% C. Par conséquent, le type de rupture du 0.033% C est plutôt ductile et non de type fragile. Alors selon ces observations et hypothèses, l'augmentation de la résilience de l'alliage à 0.033% C pourrait s'expliquer par une teneur plus faible en azote et une quantité relativement plus faible de carbures intergranulaires.

Après avoir étudié de près les propriétés mécaniques de nos nuances, nous chercherons les différences dans leurs microstructures (quantité et type d'inclusions) afin de comprendre pourquoi la nuance à 0.033% C, est bien plus résiliente que les deux autres.

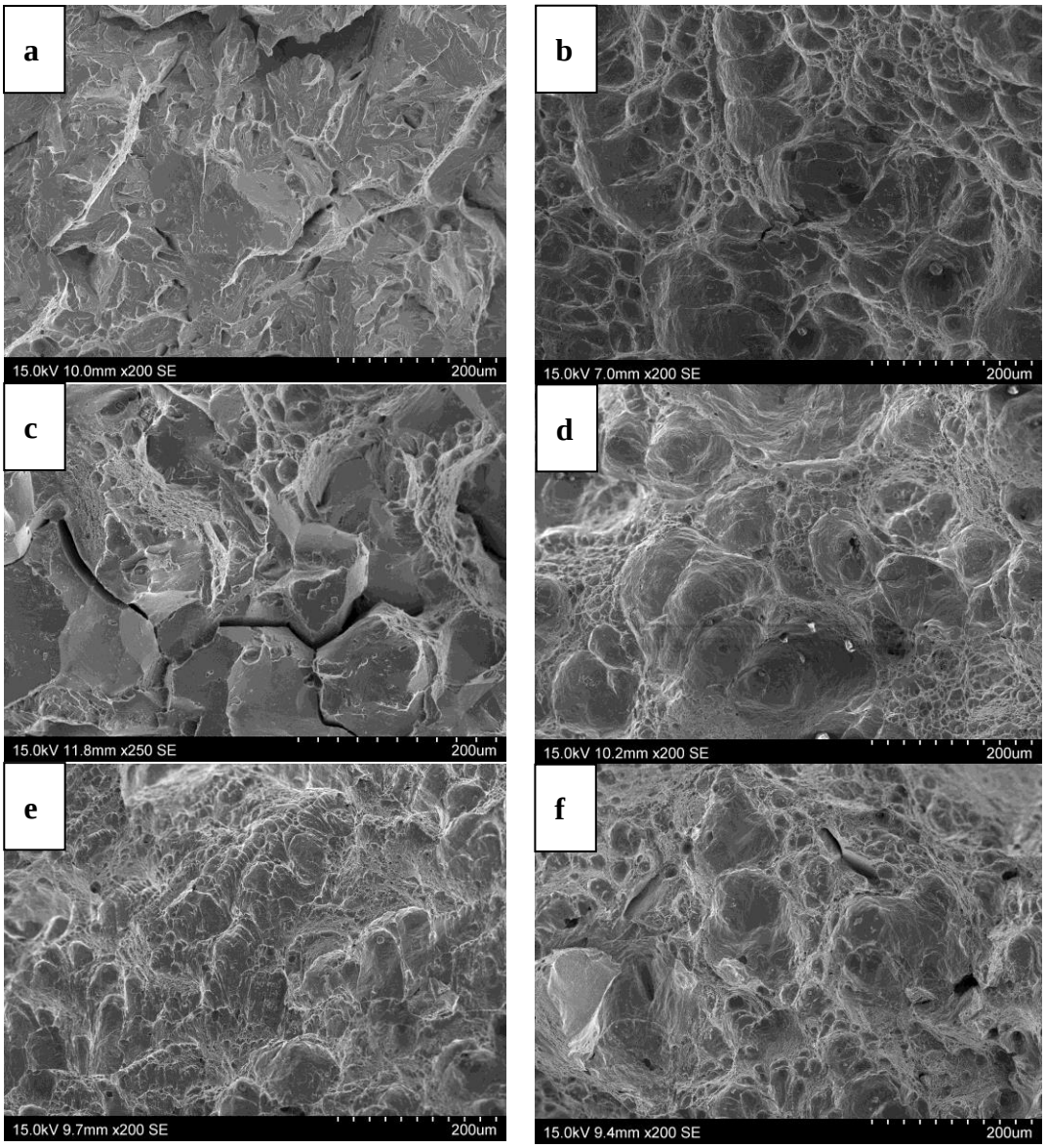


Figure 4-8 : Faciès Charpy des différents échantillons à la température ambiante (a), (b), (c), détails des faciès de rupture au MEB pour les aciers 0.018% C, 0.033% C et 0.067% C revenus à 550°C/2h respectivement; (d), (e), (f), détails des faciès de rupture au MEB pour les aciers 0.018% C, 0.033% C et 0.067% C revenus à 610°C/8h respectivement.

4.9 Caractérisation des inclusions aux faciès Charpy

La caractérisation des inclusions sur les faciès des éprouvettes Charpy des trois nuances d'aciers est faite en deux phases :

- Mesurer la taille des inclusions par MEB, en prenant des images à différents grossissements.

- Caractériser la composition chimique des inclusions par analyse EDX comme on a expliqué dans la partie expérimentale.

De même, comme sur les facettes polies, les mesures de tailles d'inclusion ont été faites par une stagiaire en maitrise [127]. Elle a constaté que quelle que soit la nuance d'acier, la majorité des inclusions ont une taille inférieure à 5 µm (environ 63% pour le 0.0018% C, 58% pour le 0.033% C et 91% pour le 0.067% C).

En comparant les résultats obtenus sur les faciès Charpy et surfaces polies, nous avons constaté que nos faciès Charpy présentent principalement des inclusions dont la taille est inférieure à 5 µm et que sur les surfaces polies entre 5 et 15 µm.

Cette différence de résultats a mis en doute notre méthode de mesure. Après réflexion, on a constaté que les mesures d'inclusion sur les faciès Charpy sont erronées. En effet, les essais Charpy ont également eu un impact sur les inclusions. Certes, on a observé que plusieurs inclusions épaisses sont fractionnées sous l'effet de l'énergie de rupture en petites portions comme le montre la Figure 4-9 et Figure 4-10. Ce constat a été confirmé après analyse EDX. Ce phénomène s'est retrouvé dans le 0.018% C et le 0.033% C et non dans le 0.067% C. On croit probablement que c'est la petite taille des inclusions dans ce dernier alliage qui est responsable de ceci.

Par conséquent, nous avons calculé leur densité surfacique (nombre d'inclusions par unité de surface). Les résultats obtenus ne donnent aucune information concluante. En effet, la densité surfacique d'inclusions (surface d'inclusion/surface total) mesurée sur des surfaces polies est plus grande que celle mesurée sur les faciès Charpy. Nous pouvons voir sur les surfaces polies que le 0.018% C a une densité de 0.47, le 0.033% C en a 1.31 et le 0.067% C en a 2.98.

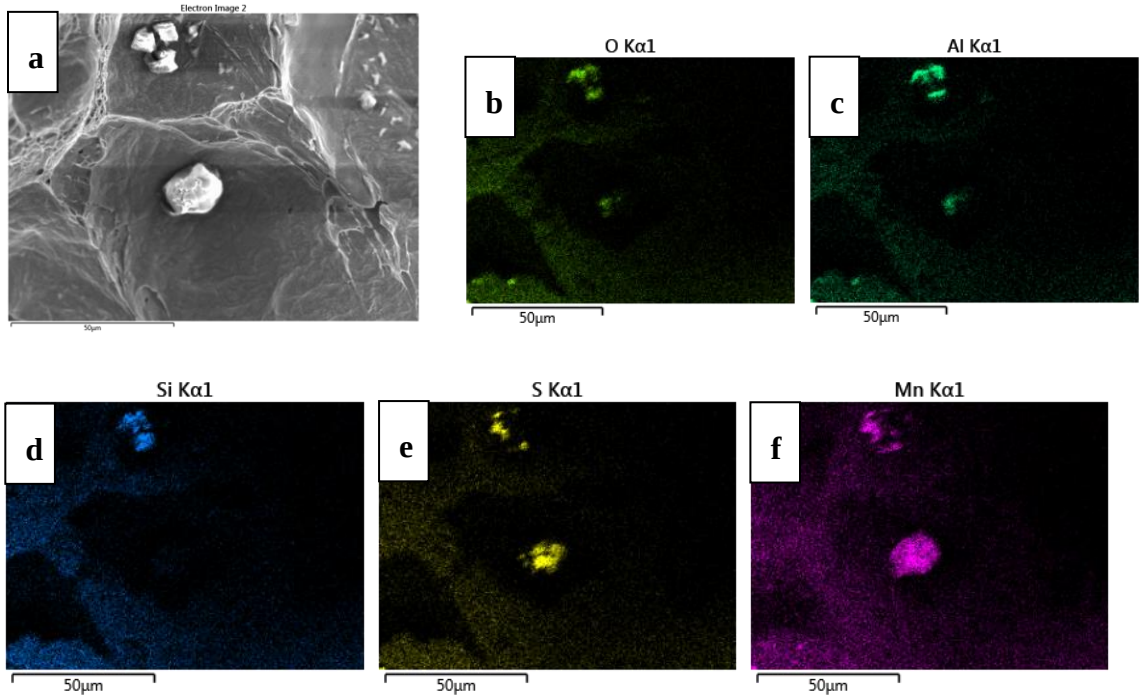


Figure 4-9 : a) Inclusion brisée dans le 0.033% C revenu à 550°C pendant 2h et les résultats de son analyse par EDX b) à f).

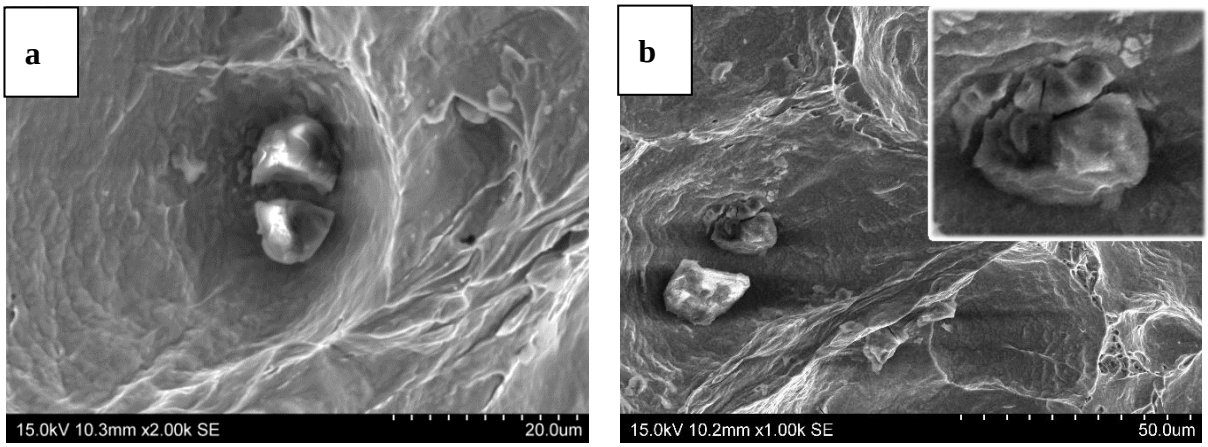


Figure 4-10 Inclusion dans les faciès Charpy a) échantillons 0.018% C et b) échantillons 0.033% C.

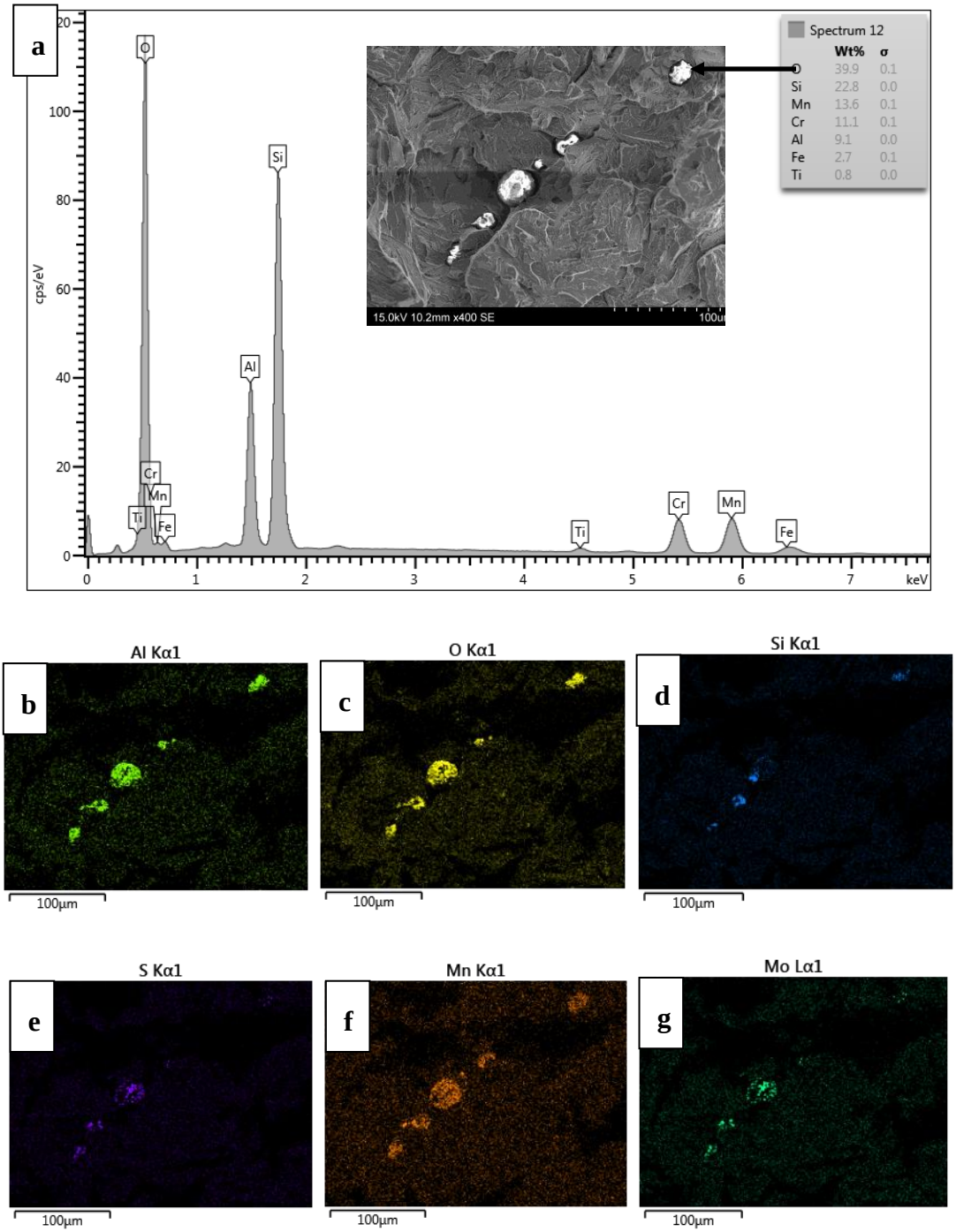


Figure 4-11 : a) Spectre d'analyse d'une inclusion dans le 0.033% C et résultats de son analyse EDX : b) à g).

D'autre part, sur les faciès Charpy, nous trouvons une densité de 1.22 pour le 0.033% C, 0.18 pour le 0.018% C et 0.33 pour le 0.067% C. Cette différence est fort probablement due aux mesures qui n'ont pas été réalisées avec la même méthode d'analyse. En plus l'éclatement des

inclusions entraine une difficulté lors de la mesure de leur la taille car il modifie leur taille et leur forme.

Les analyses EDX réalisées sur les inclusions de nos faciès de rupture Charpy, sur les trois nuances d'acier, détaillent de manière précise la composition de chaque inclusion. L'inclusion n'est pas une entité homogène mais une entité hétérogène complexe.

Comme nous pouvons le voir sur les images en Figure 4-9, les phases en circonférence et au centre de l'inclusion sont de natures chimiques différentes. En effet, nous pouvons voir qu'au centre nous avons du soufre et du manganèse; et en circonférence nous avons de l'aluminium et l'oxygène pour la grande inclusion (voir Figure 4-11).

D'une façon générale, les tendances observées de la répartition chimique de nos inclusions donnent confirmation qu'on trouve deux formes d'inclusions :

Des sulfures de manganèse (MnS) : ici les deux nuances 0.067% C et le 0.018% C contiennent le plus de MnS, soient les deux nuances ayant été désoxydées par la méthode AOD. Quant au 0.033% C ayant subi un affinage par VOD, il contient moins de MnS.

Les oxydes simples ou complexes (oxydes d'aluminium, de silicium, ou de molybdène) : la présence d'oxyde dans un matériau décroît considérablement sa résilience. Stéphane Godin [119, 122] a montré que le pourcentage d'oxydes présents dans une soudure diminue sa résilience. Alors on a mesuré les quantités d'oxydes pour le 0.067% C, nous y avons trouvé 15% et 52% pour le 0.033% C et enfin 62% d'oxydes pour le 0.018% C. Bien que nos deux nuances 0.018% C et 0.067% C utilisent la même technique d'affinage, elles contiennent des quantités différentes. Donc, on a pensé que la mesure de la teneur en oxygène des trois aciers par la méthode LECO nous fournira plus d'explication comme le présente le Tableau 4.6.

Nous pouvons voir que le 0.033% C contient plus d'oxygène que le 0.018% C et le 0.067% C. Donc, il devrait contenir plus d'inclusions, ou plus précisément plus d'oxydes dans les inclusions. Comme l'on a déjà constaté, d'après les mesures de densité d'inclusion sur les faciès Charpy, le 0.033% C a une densité plus élevée que celle de 0.067% C ou du 0.018% C. Alors la densité trouvée et la teneur en oxygène ont la même tendance.

Pour clore cette section l'étude des inclusions n'a pas pu expliquer la tendance des résultats de Charpy trouvés mais par contre il nous a démontré que la nature chimique des inclusions varie fortement d'une nuance à l'autre.

4.10 Conclusion

Dans ce chapitre, on a pu démontrer l'effet des traitements thermiques et de la teneur en carbone sur la microstructure et les propriétés mécaniques.

Les résultats de la dureté sans présence d'austénite de réversion s'accordent avec ce que l'on trouve dans la littérature. De plus, la dureté de tous les matériaux diminuait avec l'augmentation de la température de revenu et de temps de maintien.

De même pour les essais de traction dans le cas où la teneur en austénite est faible ou nulle, la limite élasticité et la résistance à la traction augmentent avec la teneur en carbone. Ce comportement changera s'il y a présence d'austénite de réversion.

Enfin, les résultats des essais Charpy quel que soit le revenu appliqué (550°C ou 610°C) aux trois échantillons, montrent la même tendance : l'énergie nécessaire à la rupture de l'échantillon à 0.033% C est supérieure à celle nécessaire pour la rupture du 0.018% C et 0.067% C.

On a pu aussi constater qu'il n'est pas possible de relier l'énergie d'impact à la teneur en carbone ou aux conditions de revenu. D'autre part, l'augmentation de la température de revenu et le temps de maintien n'améliorent pas de manière significative la ténacité.

Le désaccord des résultats avec la littérature, nous a poussé à explorer d'autres pistes afin d'expliquer pourquoi l'acier 0.033% C se rompt de façon plus ductile et est donc plus résilient.

Les premiers facteurs qui ont été analysés et rapidement écartés sont : La taille des grains, la ferrite delta, et les inclusions. L'observation des faciès de rupture a révélé une différence des mécanismes de défaillance d'un acier à l'autre et suivant la température de revenu.

Lors des observations aux MEB des lattes d'austénite, nous avons noté la présence de carbures de taille variante. Ces observations ont soulevé une nouvelle hypothèse susceptible d'expliquer les changements de mécanisme de rupture. La résilience de l'alliage 0.033% C est probablement due à sa teneur en azote qui est plus faible que celle du 0.018% C et du 0.067% C.

Enfin, on peut dire que la teneur en carbone et les conditions de revenu ne sont pas les seuls paramètres affectant la ténacité de ces aciers. On a constaté que l'énergie de résilience peut être améliorée en réduisant la teneur en azote et la quantité des carbures précipités aux joints des grains.

CHAPITRE 5 EFFET DES TRAITEMENTS THERMIQUES ET DE LA MICROSTRUCTURE SUR LA PROPAGATION DE FISSURE

5.1 Introduction aux essais de fatigue-propagation

Les essais de fatigue-propagation fournissent de nombreuses informations concernant l'influence de la microstructure, la composition chimique et la température de revenu sur la propagation de fissure. Comme ce chapitre est consacré à l'introduction des résultats de propagation de fissure, l'analyse des courbes *a-N* sera exposée en premier lieu. La comparaison des courbes da/dN-ΔK de chaque matériau à différentes températures de revenu sera possible si on trace les graphiques. En plus un tableau récapitulant les constantes caractéristiques de tous les matériaux au régime de Paris (*m* et *C*) et au seuil ΔK_{th} complète cette partie graphique.

Par la suite une analyse des vitesses de fissuration en soustrayant les effets de fermeture, des courbes da/dN-ΔK_{eff} ont été tracées. À la fin un examen des profils des faciès de rupture sera présenté.

5.2 Courbes longueur de fissure en fonction du nombre de cycles

Le programme Labview utilisé pour réaliser les essais à ΔK variable mesure et calcule plusieurs données telles que les nombres des cycles et les valeurs de la longueur de fissure grâce à la méthode de complaisance, à partir des valeurs d'ouverture des lèvres de fissure mesurées par l'extensomètre comme expliqué dans la partie expérimentale. Mais certaines perturbations agissant sur la cellule de charge ou sur l'extensomètre et dues aux vibrations de la machine (problème de valve par exemple) ou à la variation de température faussent les valeurs enregistrées.

Les Figure 5-1 et Figure 5-2 montrent des courbes *a-N* pour un essai à ΔK décroissant et à ΔK croissant respectivement pour l'acier à 0.018% C revenu à 610°C pendant 8h. Les points représentent les valeurs enregistrées visuellement grâce aux caméras. Ces points représentent les points pour lesquels les valeurs de *E* ont été modifiées par *E'* (195GPa) et pour lesquels les valeurs de *v/P* ont été recalculées. Ces points serviront à tracer les courbes da/dN-ΔK.

Nous avons constaté (voir Figure 5-1) que plus les valeurs de l'asymptote horizontale, qui représente le seuil de propagation, s'accolent plus l'intervalle linéaire de complaisance se

resserre. La valeur de *a*, calculée à partir d'un intervalle de 40-90 % de la complaisance, est ainsi de plus en plus fausse. Au fur et à mesure que *ΔK* décroit, nous avons réduit cet intervalle jusqu'à 75-90% car, à très faible charge, le déplacement mesuré par l'extensomètre est faible à cause de la fermeture de fissure et les valeurs sont donc plus sujettes au bruit.

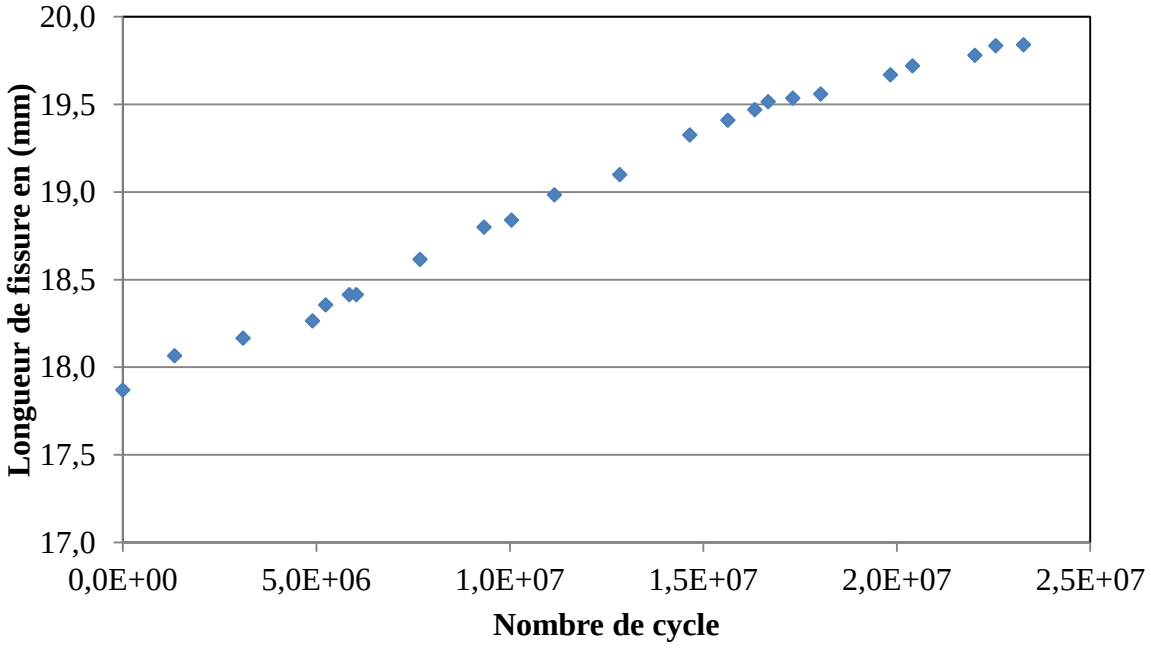


Figure 5-1 : Courbe *a-N* pour un essai à *ΔK* décroissant obtenue par mesure visuelle pour l'acier 0.018% C revenu à 610°C/8h.

L'allure des courbes *a-N* des essais à *ΔK* croissant et à *ΔK* décroissant n'est pas identique. Comme on l'observe sur la Figure 5-1 dans le cas de l'essai à *ΔK* décroissant, la pente de la courbe tend à être nulle, ce qui explique la diminution de la vitesse de propagation des fissures dans l'essai à *ΔK* décroissant. Par contre, dans le cas de l'essai à *ΔK* croissant la pente augmente (Figure 5-2), ce qui illustre la progression de la vitesse dans l'essai à *ΔK* croissant. Il faut aussi signaler que seules les données obtenues lors de l'essai à *ΔK* croissant seront utilisées dans cette étude puisqu'elles sont moins sensibles à l'effet de la zone plastique en fond de fissure.

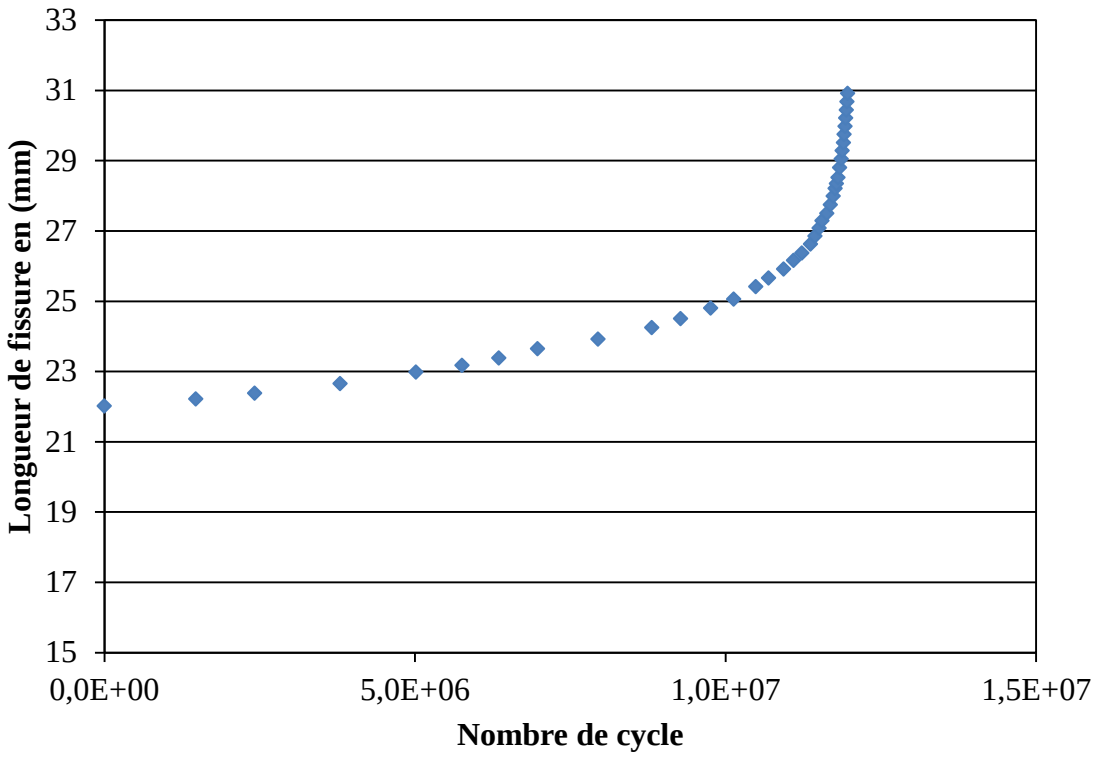


Figure 5-2 : Courbe *a-N* pour un essai à *ΔK* croissant obtenue par mesure visuelle pour l'acier 0.018% C revenu à 610°C/8h.

5.3 Courbes fatigue propagation *da/dN-ΔK*

Les courbes *da/dN-ΔK* représentent la vitesse de propagation des fissures en fonction de la variation du facteur d'intensité de contrainte. C'est à l'aide de ces courbes que nous sommes capables d'identifier le matériau qui résiste mieux à la propagation des fissures. Pour le calcul de *da/dN*, nous avons choisi la méthode de la sécante grâce à sa simplicité et puisqu'elle est conforme aux recommandations de la norme ASTM E647 [90]. Cette méthode consiste à calculer la pente d'une droite liant deux points successifs de la courbe *a-N* par l'équation ci-dessous :

$$\frac{da}{dN} = \frac{a_{i+1} - a_i}{N_{i+1} - N_i} \tag{5.1}$$

La valeur moyenne de la longueur de fissure $a_{moy}=1/2(a_{i+1}-a_i)$ et la valeur moyenne de la charge *ΔP*, doivent être utilisées pour calculer le *ΔK* grâce à l'équation 5.2, tirée de la norme ASTM [90].

$$\Delta K = \frac{\Delta P}{B\sqrt{w}} \frac{(2+\alpha)}{(1-\alpha)^{3/2}} (0.886 + 4.46\alpha - 13.32\alpha^2 + 14.72\alpha^3 - 5.6\alpha^4) \quad (5.2)$$

Avec $\alpha = \frac{a}{w}$

La courbe *da/dN-ΔK* permet d'obtenir les caractéristiques en fatigue-propagation des matériaux pour différentes teneurs en carbone et différentes températures de revenu, notamment le seuil de propagation, noté ΔK_{th}. La norme propose deux méthodes pour le calcul du seuil. La première consiste à prendre au moins 5 valeurs comprises entre 10^{-6} et 10^{-7}mm/cycles pour le déterminer. Toutefois, notre seuil tel que nous l'avons établi, ne correspond qu'à des vitesses de propagation inférieures à 10^{-7}mm/cycles c'est pourquoi on a utilisé la deuxième méthode pour le calculer, nommée méthode visuelle. Par la suite, on détermine les coefficients *C* et *m* de la formule de Paris par une régression linéaire.

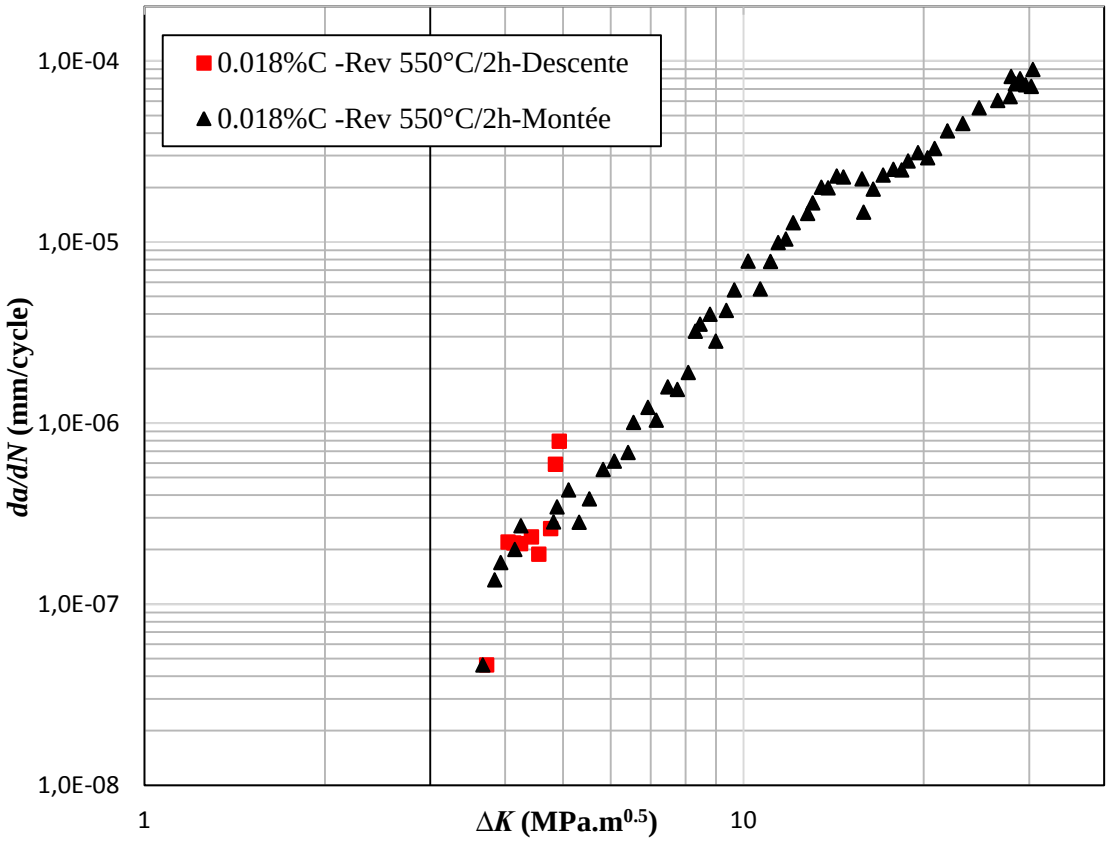


Figure 5-3 : Comparaison des courbes *da/dN-ΔK* de descente et de montée d'un acier a 0.018% C revenu à 550°C pendant 2 heures.

Afin de montrer que la procédure de descente au seuil est convenable (voir Section expérimentale), on a tracé la courbe à *ΔK* décroissant et à *ΔK* croissant pour un acier à 0.018% C revenu à 550°C. Il semblerait que la dispersion a pris place en majorité entre les courbes à *ΔK* décroissant par rapport à celle des courbes à *ΔK* croissant surtout pour les *ΔK* élevés. Cela peut s'expliquer par le phénomène de plasticité qui influe sur la vitesse de propagation car le *Cg*=-0.25 de descente pour les *ΔK* élevés est hors norme. Cependant, les courbes à *ΔK* proche du seuil commencent à se rapprocher voire à être identiques (Figure 5-3). Un comportement identique est observé pour le même acier revenu à 610°C, ainsi que pour les deux autres types d'aciers à différentes températures de revenu.

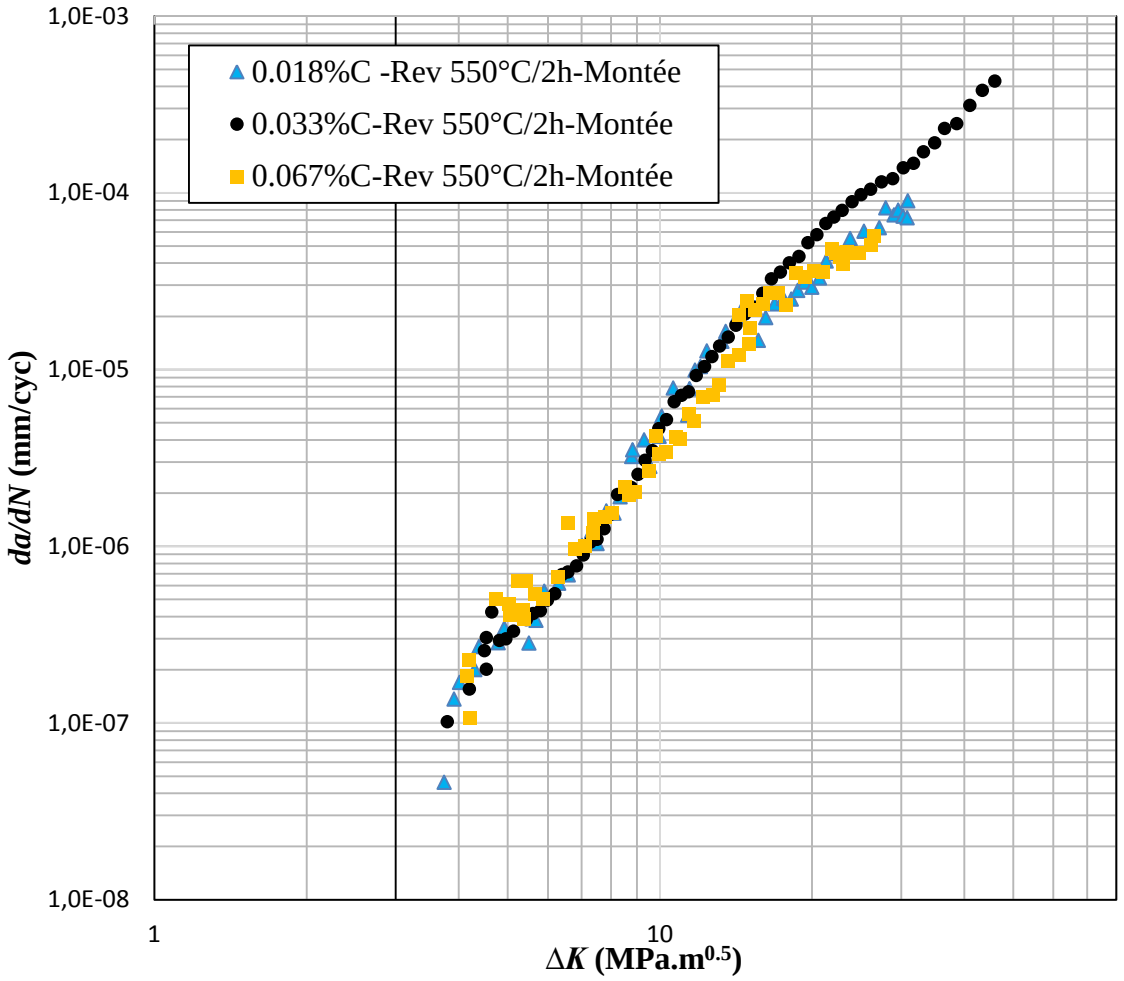


Figure 5-4 : Les courbes *da/dN-ΔK* pour les trois aciers revenus à 550°C pendant 2 heures.

Afin de pouvoir mieux comparer les résultats et tirer des conclusions, la Figure 5-4 regroupe les courbes à *ΔK* croissant pour les trois aciers revenus à 550°C pendant 2 heures. Également la Figure 5-5 représente seulement les résultats des aciers dont la teneur en carbone égale à 0.018% C et 0.067% C revenus à 610°C pendant 8 heures.

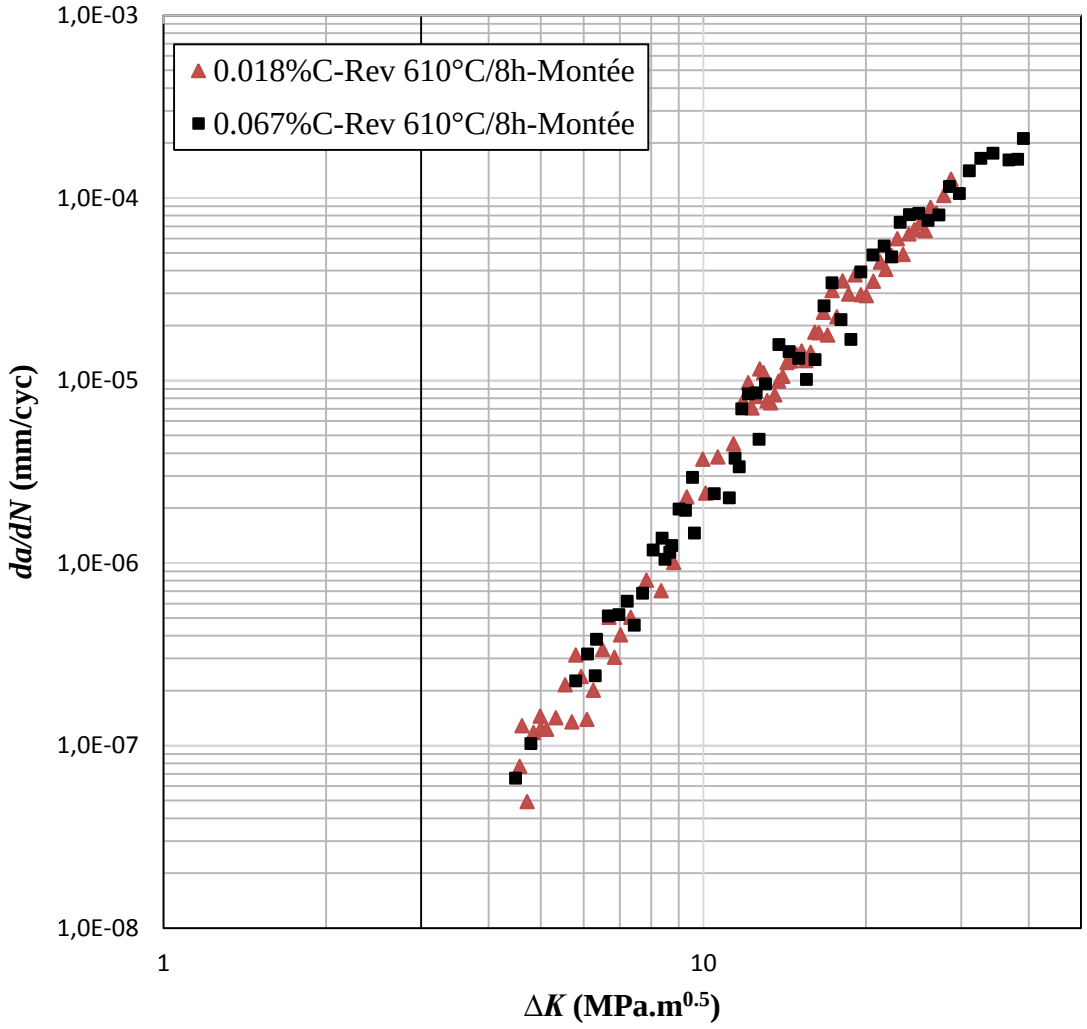


Figure 5-5 : Courbes *da/dN-ΔK* à *ΔK* croissants pour les deux alliages à 0.018% C et 0.067% C revenus à 610°C pendant 8 h.

On observe que pour la même température de revenu le comportement en propagation de fissure de tous les matériaux est assez similaire, sauf au seuil où la valeur du 0.018% C est inférieure aux deux autres.

Cependant, si on compare le comportement pour la même nuance d'acier revenu à différentes températures on constate qu'il est identique au-dessus de 10 MPa.m$^{1/2}$, or en dessous de cette valeur les comportements commencent à varier de manière significative (Figure 5-6 et Figure 5-7). En effet, on remarque que pour un même ΔK, si la température de revenu est élevée, alors le taux de propagation de fissure est faible, ce qui signifie qu'un matériau revenu à une température au-dessus de Ac1 a une meilleure résistance à la propagation de fissure qu'un matériau revenu à une température en-dessous de Ac1. En d'autres termes un matériau contenant de l'austénite de réversion résiste mieux à la propagation de fissure que ce même matériau sans austénite de réversion indépendamment de la teneur de carbone, ou de la quantité d'austénite. Le résultat de l'effet de présence d'austénite a été trouvé aussi par Chaix [128].

Cette différence est peut être causée par une fermeture par transformation de phase. En effet, en dessous d'un certain ΔK, les charges appliquées sont moins importantes et l'effet de fermeture commence à apparaître puisque les matériaux revenus à 610°C contiennent une quantité plus élevée en austénite de réversion (14% et 10% pour le 0.067% C et 0.018% C respectivement) que ceux revenus 550°C (6% et 2% pour le 0.067% C et 0.018% C respectivement). Cette austénite se transforme en martensite et crée des contraintes de compression au fond de fissure. Thibault et al. [44] ont prouvé que l'austénite résiduelle présente dans un acier CA6NM se transforme lors du passage d'une fissure de fatigue. D'autres auteurs suggèrent que l'effet de différence de température de revenu sur la structure martensitique est responsable de ce résultat.

Si on compare le ΔK_{th} pour les deux nuances d'aciers à 0.067% C et à 0.018% C revenues à 610°C sur la Figure 5-5 , on remarque que le seuil de 0.018% C (4.71 MPa.m$^{1/2}$) est plus élevé que celui du 0.067% (4.49 MPa.m$^{1/2}$). La différence de stabilité mécanique et chimique de la phase austénitique dans chaque nuance pourrait intervenir entre les différents matériaux. En effet, La stabilité mécanique du matériau revenu à 610°C dont la teneur en carbone est 0.067% C serait inférieure à celle du matériau à 0.018% C revenu à la même température car ils ont la même teneur en Ni qui est le stabilisateur principal de l'austénite [40] et les tailles des lattes d'austénite sont plus grandes dans le 0.067% C. Alors plus d'énergie serait absorbée par la transformation de phase pour le matériau à 0.018% C sous l'effet TRIP. De plus, l'austénite est moins stable mécaniquement. La transformation qui s'effectue trop loin du fond de fissure aurait également une influence sur la propagation de fissure car la microstructure est plus dure

par la présence de la martensite fraîche. La fissure se propage plus rapidement dans une structure dure que dans une structure molle [62,64].

La fermeture induite par plasticité peut aussi contribuer à ce résultat puisque la limite élastique du 0.018% C est moins élevée que celle du 0.067% C. Donc l'existence des zones monotones et cycliques, qui sont plus grandes dans un acier à 0.018% C attribuera une fermeture moins importante.

On constate qu'il existe quelques différences de comportement entre les matériaux revenus à 550°C alors que le taux d'austénite de réversion est quasiment nul dans les trois matériaux. Cette différence pourrait s'expliquer par la composition chimique, plus précisément par la différence en teneur en carbone, qui agit par conséquent sur leurs microstructures et leurs ténacités. Ce comportement est vrai pour des ΔK au voisinage du seuil. Cependant, dans le cas des ΔK plus élevés, les différences de comportement n'auront pas lieu.

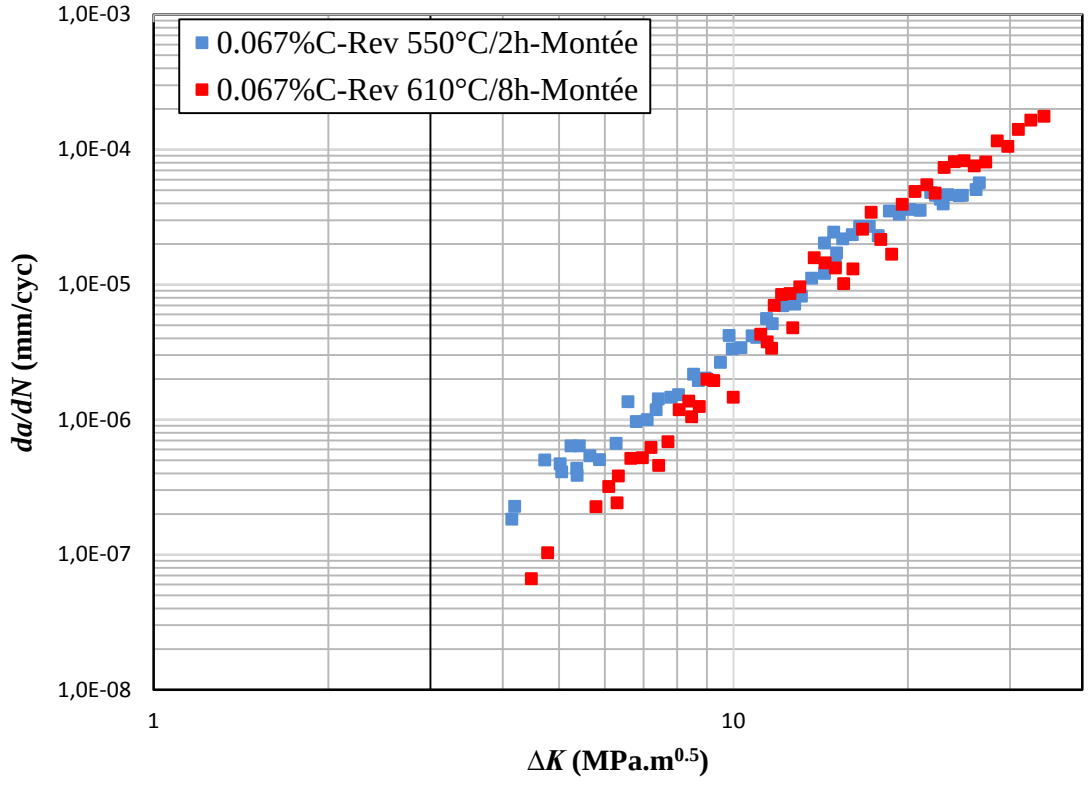


Figure 5-6 : Comparaison des courbes *da/dN-ΔK* pour le 0.067% C revenu à 550°C pendant 2h et revenu à 610°C pendant 8h.

De plus, on peut noter que le seuil est plus élevé pour les éprouvettes revenues à 610°C, puisqu'on a obtenu un ΔK de 4.5 MPa.m$^{1/2}$ et 4.7 MPa.m$^{1/2}$ pour les alliage à 0.067% C et à 0.018% C respectivement contre 4.1 MPa.m$^{1/2}$ et 3.7 MPa.m$^{1/2}$ pour l'acier à 0.067% C et 0.018% C revenus à 550°C, respectivement (voir Figure 5-6 et Figure 5-7).

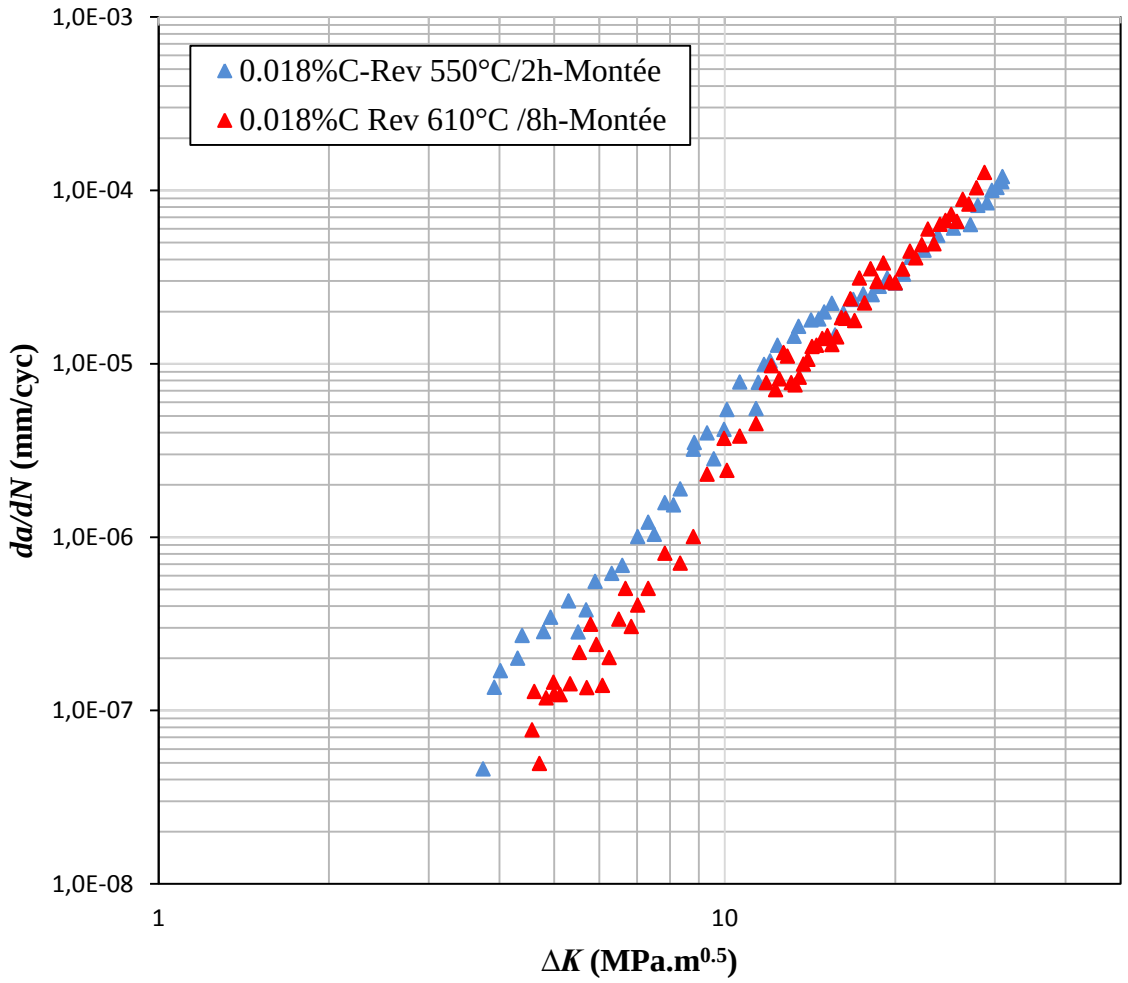


Figure 5-7 : Comparaison des courbes *da/dN-ΔK* pour le 0.018% C revenu à 550°C pendant 2h et revenu à 610°C pendant 8h.

De même cette variation de comportement influencera les valeurs des coefficients *m* et *C* dans la zone de Paris. On a observé que la pente *m* de la courbe est plus élevée pour les matériaux revenus à 610°C quelque soit la teneur en carbone pour la plage des valeurs des ΔK comprise entre 6 MPa.m$^{1/2}$ et 30 MPa.m$^{1/2}$ (valeur de *m* proche de 4) tandis que la valeur de *m*, pour la

même plage de valeur ΔK, est plus basse pour les nuances d'alliage revenu à 550°C (valeur de m proche de 3.3) comme le montre le Tableau 5.1.

Les résultats de tous les coefficients C et m dans la région de Paris ainsi que les valeurs de ΔK_{th} pour les différentes nuances d'acier à différentes températures de revenu sont rapportés dans le Tableau 5.1.

Tableau 5.1 : Propriétés en fatigue du CA6NM pour différentes températures de revenu.

Alliages à différentes températures de revenu	***C*** **((mm/cycles)/(MPa.m$^{1/2}$)^{m})**	***m***	**ΔK_{th} (MPa.m$^{1/2}$)**
0.018% C revenu à 550°C/2h	2x 10^{-9}	3.33	3.75
0.018% C revenu à 610°C/8h	2x 10^{-10}	4.09	4.71
0.033% C revenu à 550°C/2h	1x 10^{-9}	3.43	3.80
0.067% C revenu à 550°C/2h	2x 10^{-9}	3.17	4.21
0.067% C revenu à 610°C/8h	3x10^{-10}	3.90	4.49

5.4 Analyse fractographique

L'analyse fractographique a pour but d'expliquer la différence de comportement suivant la teneur en carbone et la température de revenu. Alors, nous avons analysé le parcours suivi par la fissure et étudié son profil pour les différents ΔK.

Il est préférable de prendre en considération les résultats obtenus au cœur de l'éprouvette et non sur les faciès car les conditions de déformation plane ne sont respectées qu'au cœur de l'éprouvette. Mais dans notre étude, on ne se concentrera que sur les surfaces externes.

5.4.1 Parcours de fissure de propagation

Comme on a expliqué dans la partie expérimentale, les éprouvettes CT ont été polies miroir pour mesurer correctement la longueur de fissure par caméra optique. Après la fin des essais, on a pris des images par microscope optique du parcours de la fissure à différents grossissements

(50x, 100x, 200x et 500x). Ainsi, on a comparé le type de rupture à la valeur de ΔK à laquelle il était soumis. C'est pourquoi, il a été possible de voir comment se propageait la fissure en fonction du ΔK.

L'évaluation des types de rupture sur les faces latérales d'une éprouvette CT est un peu délicate parce que la fissure n'évolue pas d'une façon parfaitement symétrique d'une part, et d'autre part parce qu'il y a toujours une certaine marge d'erreur quand on relie visuellement les ΔK à la longueur de la fissure. Mais en général, les quatre zones qu'on détaillera plus tard sont semblables et comparables pour les trois matériaux aux deux températures de revenu. Donc on s'est concentré sur un seul exemple d'étude: l'échantillon à 0.018% C revenu à 550°C.

Il faut signaler que la longueur de chaque zone est différente suivant le type de matériaux et la température de revenu. Par exemple, la rupture intergranulaire semblerait plus présente pour le matériau 0.018% C revenu à 550°C que pour le même matériau revenu à 610°C. Cette différence sera plus détaillée dans la section fractographie.

Alors, nous avons pu différencier différentes zones par l'observation du parcours de la fissure, correspondant à des zones de ΔK distinctes:

- La zone de ΔK au seuil,
- La zone de ΔK trans et intergranulaire,
- La zone de ΔK intergranulaire,
- La zone de ΔK transgranulaire.

5.4.2 La zone de ΔK au seuil

La Figure 5-8 présente le profil observé à un grossissement x50 et à un grossissement de x200 et x500 pour le matériau a 0.018% C revenu à 550°C à un ΔK au voisinage du seuil. Dans cette zone, la fissure de propagation montre une faible rugosité qu'on peut assimiler à une ligne droite. Donc le profil de fissure est très rectiligne dans cette zone, ce qui nous laisse croire que la propagation de fissure est transgranulaire. La microstructure complexe de la martensite (voir Figure 1-7) nous laisse sceptiques du lieu où la fissure s'est propagée, entre lattes ou entre blocs ou encore entre paquets puisque la vitesse de propagation est faible dans cette zone. La trajectoire laissée du parcours nous laisse confirmer que la fissure se propage entre lattes même

à l'intérieur d'un paquet, bien qu'à quelques reprises, à un plus gros grossissement, la trajectoire droite de fissure ait une forme légèrement plus tortueuse avec des angles d'orientation plus aigus, ce qui explique que la fissure suit l'inclinaison des paquets de martensite lorsque ceux-ci sont orientés dans une direction proche de la direction de propagation. Par la suite, à la première occasion au cours de sa propagation la fissure cherche à retourner à la position droite précédente. La taille des grains et des paquets mesurés auparavant renforce ces deux hypothèses. En somme, on peut dire que la fissure se propage en trans et inter-paquets dans cette zone. Cette faible rugosité créée par la trajectoire de propagation peut expliquer l'effet de fermeture par rugosité intervenant dans la négligeable différence entre les valeurs de seuil pour les trois nuances d'alliages revenus à 550°C pendant 2h (Tableau 5.1).

Pour comprendre ce type de rupture, on a trouvé raisonnable de calculer la taille de la zone plastique en déformation plane cyclique et de la comparer à la taille de lattes, blocs, paquets et grains car plusieurs auteurs [34, 68, 77] ont confirmé que la rupture intergranulaire apparaît lorsque la taille de la zone plastique est proche de la taille moyenne des grains. Donc, on essayera de voir si on peut généraliser cette corrélation pour la taille de lattes, blocs, et paquets pour les faibles ΔK.

C'est pourquoi on a calculé la taille de la zone plastique en déformation plane cyclique $r_{y,c}$ à partir de la formule suivante :

$$r_{y,c} = \left(\frac{1}{3\pi}\right)\left(\frac{\Delta K}{2R_e}\right)^2 \tag{5.3}$$

où R_e est la limite d'élasticité en traction

Les résultats du calcul de taille de zone plastique sont donnés dans le Tableau 5.2 pour différents ΔK. Dans cette partie d'étude nous n'avons mesuré ni la taille des lattes ni la taille des blocs, mais dans la plupart des études la taille des lattes des aciers martensitiques est environ 0.2 µm et des bloc environ 7 µm [31, 32]. Puisque la taille de la zone plastique est proche de la taille des blocs, on suppose que la rupture se fait inter-blocs dans cette zone. Donc il nous semble qu'il existe une corrélation entre la proximité de la taille de la zone plastique avec la taille des blocs au voisinage du seuil. Shibita [31] suggère que les blocs peuvent être considérés comme des grains effectifs. En effet, les joints des blocs freinent le déplacement des

dislocations et augmentent leur densité ce qui implique l'augmentation de la limite élastique du matériau martensitique.

Tableau 5.2 : Calculs de la taille de la zone plastique pour différents ΔK et différents alliages et températures de revenu.

ΔK (MPa.m$^{1/2}$)	$r_{y,c}$ pour revenu à 550°C (µm)			$r_{y,c}$ pour revenu à 610°C (µm)	
	0.018% C	**0.033% C**	**0.067% C**	**0.018% C**	**0.067% C**
5	9.6	8.3	7.5	17.3	15.2
10	38.5	33.3	30.0	69.0	60.7
15	86.7	74.9	67.4	155.3	136.7
20	154.1	133.1	119.9	276.2	243.0

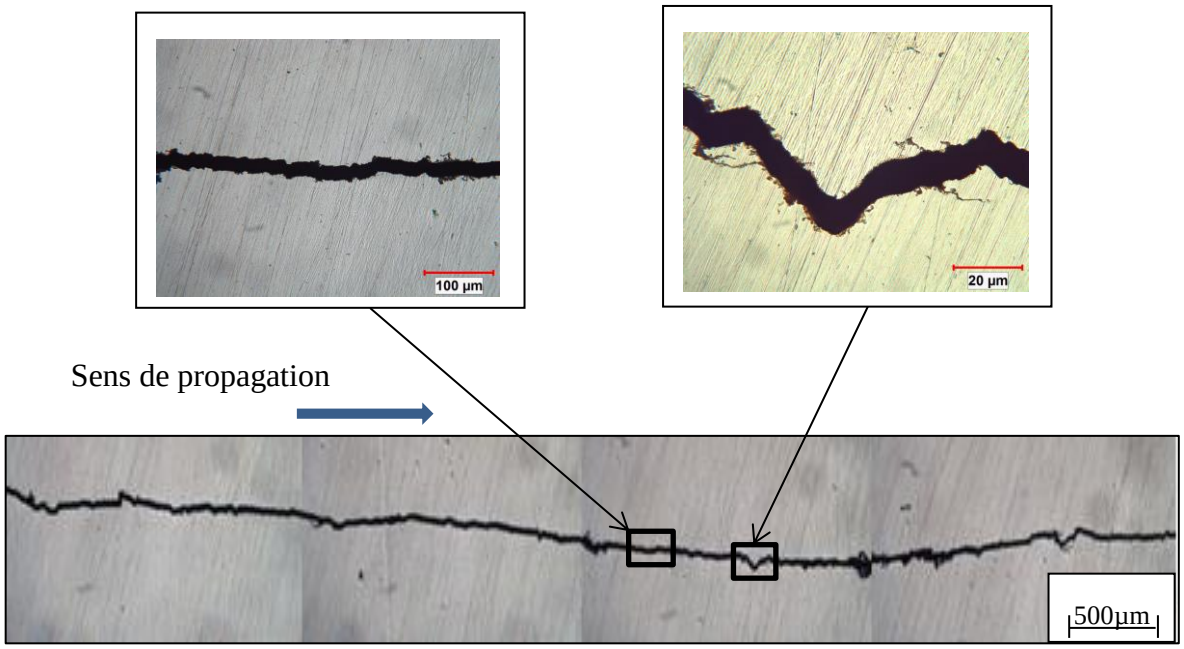


Figure 5-8 : Profil d'une fissure au seuil (ΔK=3.7 MPa.m$^{1/2}$) pour le matériau 0.018% C revenu à 550°C.

5.4.3 La zone de *ΔK* trans et intergranulaire

La rupture transgranulaire n'est pas le seul mode de rupture au voisinage de seuil ou à très faible vitesse de propagation. En effet la comparaison entre la trajectoire de fissure de la zone au voisinage de seuil par rapport à celle-ci où le *ΔK* est un peu plus grand montre que cette dernière est plus tortueuse (Figure 5-9). Ce comportement est identique pour toutes les nuances de carbone et pour les différents revenus. Au fur et à mesure que le *ΔK* continue d'augmenter la rupture devient de plus en plus intergranulaire et transgranulaire jusqu'à environ un *ΔK* de 8 MPa.m$^{1/2}$ pour 0.018% C revenu à 550°C. Beevers [123] a déjà trouvé ces résultats sur des aciers trempés et revenus pour des valeurs de *ΔK* supérieures au seuil mais toujours comprises dans la première région de la courbe *da/dN-ΔK* et où le pourcentage de ruptures intergranulaires dépend fortement de la valeur de *ΔK*. Récemment ce même constat a été confirmé pour des aciers
CA6NM [34, 44, 128].

De même pour cette zone de *ΔK*, les résultats du calcul de taille de zone plastique sont donnés dans le Tableau 5.2 pour différentes teneurs en carbone et différents revenus. Puisque les *ΔK* sont plus élevés, alors la taille de la zone plastique est plus grande pour approcher la taille des paquets. On rappelle que la taille des paquets mesurés en moyenne pour les trois alliages est proche de
50 µm. On suppose probablement que dans cette zone la rupture est majoritairement entre paquets (inter-paquet) et parfois entre grains parents austénitiques (intergranulaire) surtout si l'orientation cristalline du joint est proche du paquet déjà fissuré. C'est pourquoi la microstructure observée dans cette zone est mixte, c'est-à-dire qu'elle contient des ruptures de types trans et intergranulaires.

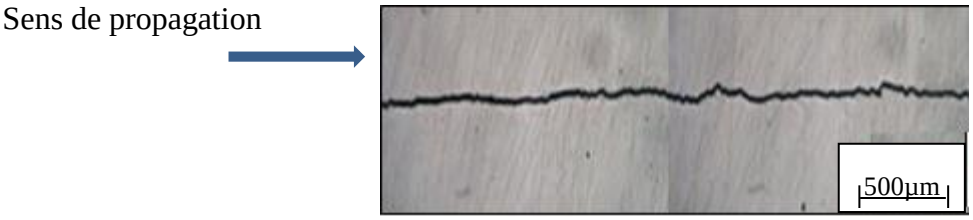


Figure 5-9 : Profil d'une fissure entre *ΔK* = 5 MPa.m$^{1/2}$ et *ΔK* = 8 MPa.m$^{1/2}$ pour le matériau à 0.018% C revenu à 550°C.

5.4.4 La zone de *ΔK* intergranulaire

Sens de propagation

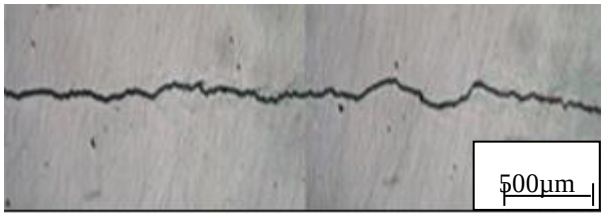


Figure 5-10 : Profil d'une fissure entre ΔK = 8 MPa.m$^{1/2}$ et ΔK = 20 MPa.m$^{1/2}$ pour le matériau a 0.018% C revenu à 550°C.

Pour des valeurs de ΔK comprise entre un ΔK de 8 MPa.m$^{1/2}$ à un ΔK de 20 MPa.m$^{1/2}$ dépendamment du matériau et de la température de revenu, on observe l'apparition de rupture majoritairement intergranulaire. Ce phénomène d'après la littérature [34, 68, 77] apparaît quand la zone plastifiée cyclique est de l'ordre de grandeur de la taille de grain parent austénitique (GPA).

Si on retourne aux valeurs de la zone plastifiée cyclique présentée dans le Tableau 5.2, on constate que la taille de zone plastifiée est proche du diamètre moyen de GPA (environ 100 µm). Bien sûr dépendamment du ΔK appliqué et de la température de revenu du matériau choisi, cette rupture intergranulaire peut s'expliquer par la fragilisation des joints de grains après revenu associé à la précipitation des carbures ou à la co-ségrégation d'impuretés (P, Si) [124] ou probablement par la martensite fraîche due à la transformation de l'austénite de réversion [44] stocké aux joints de grains comme le montre la Figure 4-1.

5.4.5 La zone de *ΔK* transgranulaire

À partir d'un ΔK au voisinage de 20 MPa.m$^{1/2}$, en fonction de la teneur en carbone et de la température de revenu, jusqu'au plus fort ΔK, la rupture majoritairement transgranulaire réapparait à nouveau, mais on voit de même apparaître l'effet de la déformation plastique et fissure secondaire aux alentours de la fissure principale. (Figure 5-11)

Ce phénomène de réapparition de rupture transgranulaire à ces ΔK est dû à la transformation complète de l'austénite de réversion en martensite fraîche car la taille de la zone plastique est

plus grande que la taille des GPA. C'est pourquoi le comportement en vitesse de propagation pour tous les alliages est presque identique pour toutes les nuances d'aciers indépendamment de la teneur en austénite de réversion (Figure 5-6 et Figure 5-7).

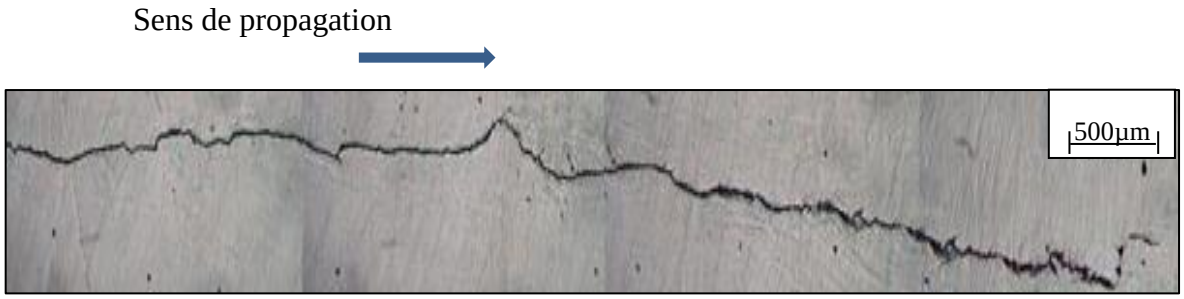


Figure 5-11 : Profil de fissure au seuil (ΔK=4.6 MPa.m$^{1/2}$) pour le matériau revenu à 550°C.

5.4.6 Faciès de rupture

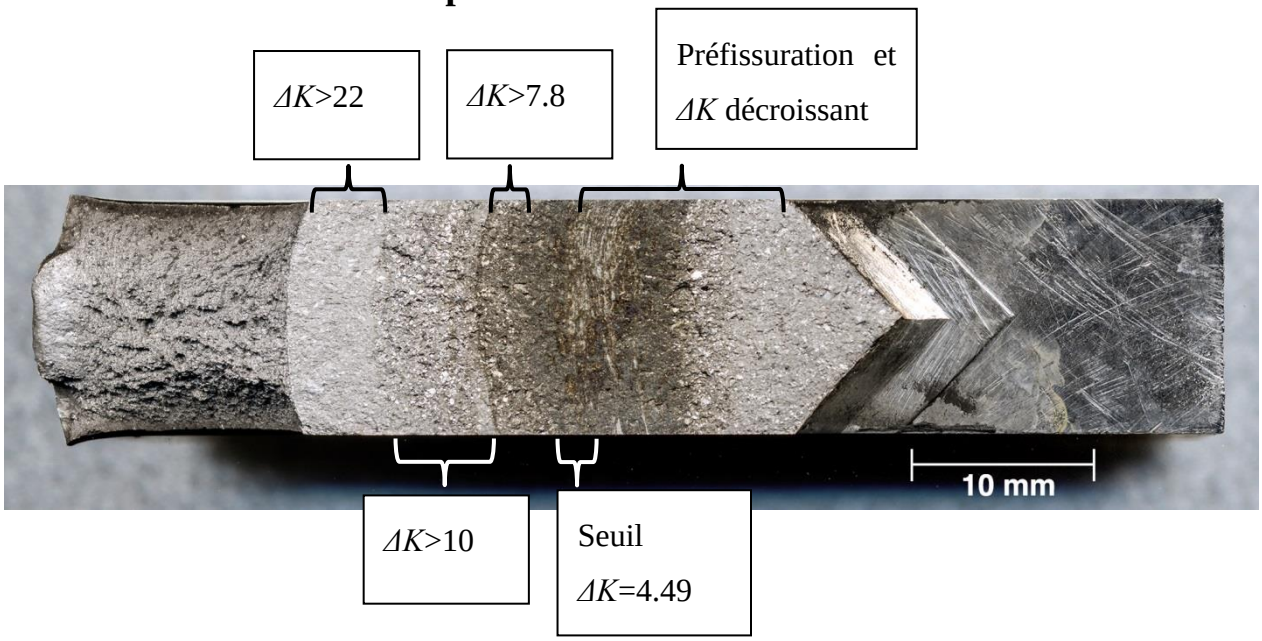


Figure 5-12 : Faciès de rupture observés au microscope pour le 0.067% C revenu à 610°C pendant 8h.

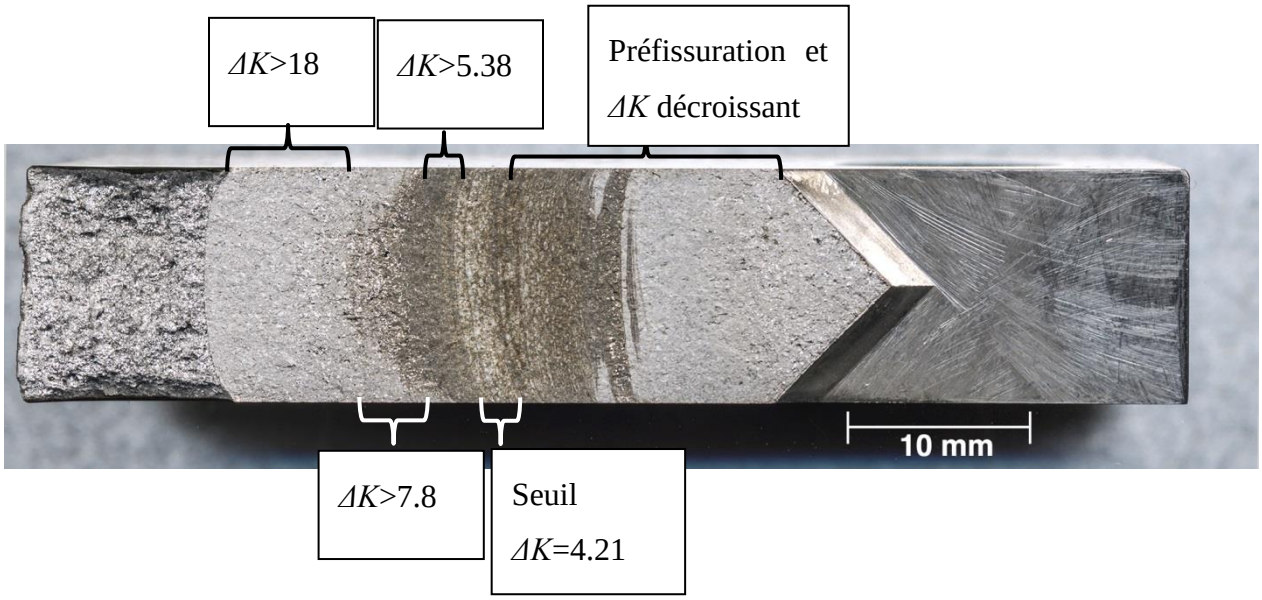


Figure 5-13 : Faciès de rupture observés au microscope pour 0.067% C revenu à 550°C pendant 2h.

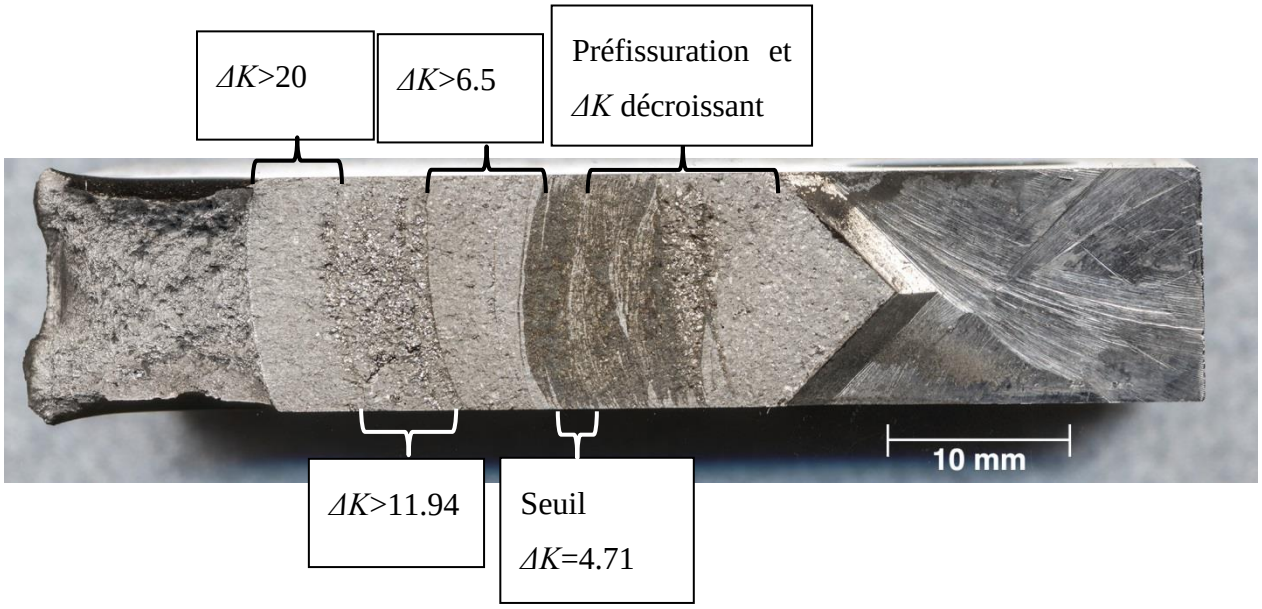


Figure 5-14 : Faciès de rupture observés au microscope pour 0.018% C revenu à 610°C pendant 8h.

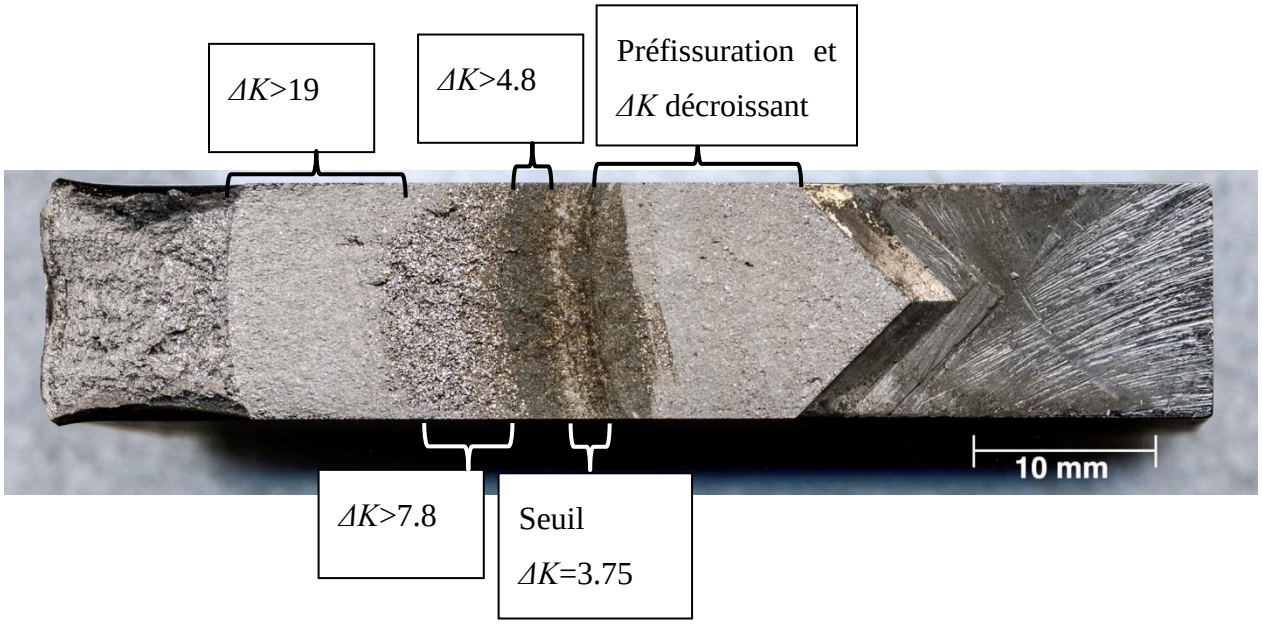


Figure 5-15 : Faciès de rupture observés au microscope pour 0.018% C revenu à 550°C pendant 2h.

Les faciès de rupture après les essais de fatigue propagation ont été largement observés par microscope binoculaire et optique. Les stries des surfaces pourraient être considérées comme l'empreinte digitale type de rupture par fatigue. En effet, à des faibles vitesses apparaissent des modes de rupture très sensibles à la microstructure. Dans notre cas, pour toutes les nuances d'aciers et à n'importe quelle température de revenu, quand la vitesse de fissuration devient très faible et le seuil est atteint alors le mode de rupture est transgranulaire. Toutefois, ces ruptures transgranulaires ne paraissent pas être l'unique mode de rupture au voisinage du seuil ou à très faible vitesse de fissuration. On a trouvé en se référant à d'autres travaux [34,128] des pourcentages assez importants de rupture intergranulaire pour des valeurs de ΔK supérieures à ΔK_{th}. L'apparition de rupture intergranulaire semble dépendre de ΔK suivant la nuance d'acier et la température de revenu.

Tableau 5.3 : Variation de rupture transgranulaire et intergranulaire en fonction de la teneur en carbone et de la température de revenu.

Teneur en carbone (%)	**Température de revenu (°C/ temps)**	***ΔK* début (MPa.m$^{1/2}$)**	***ΔK* fin (MPa.m$^{1/2}$)**	**Type de rupture**
0.018	550°C/2 h	4.8	7.8	Transgranulaire et intergranulaire
	610°C/8 h	6.5	11.94	
0.067	550°C/2 h	5.38	7.8	
	610°C/8 h	7.8	10	
0.018	550°C/2 h	7.8	19	Intergranulaire
	610°C/8 h	11.94	20	
0.067	550°C/2 h	7.8	18	
	610°C/8 h	10	22	

5.5 Fermeture de fissure

5.5.1 Courbes *da/dN - ΔK$_{eff}$*

Les effets de fermeture, pour les alliages CA6NM à différentes températures de revenu et à différentes teneurs en carbone, sont mis en évidence en produisant un graphique *da/dN-ΔK$_{eff}$* (Figure 5-16). Ces résultats de la courbe *da/dN-ΔK$_{eff}$* semblent suivre la même tendance que les résultats trouvés par Trudel [34] pour un rapport de charges de 0.7 concernant le même acier.

Le dit graphique démontre que les courbes de propagation pour un alliage CA6NM obtenues à différentes températures de revenu et à différentes teneurs en carbone se rejoignent en une seule courbe maîtresse lorsqu'elles sont tracées en fonction de ΔK_{eff}. Ceci permet aussi de relier l'effet du rapport de charge aux effets de fermeture.

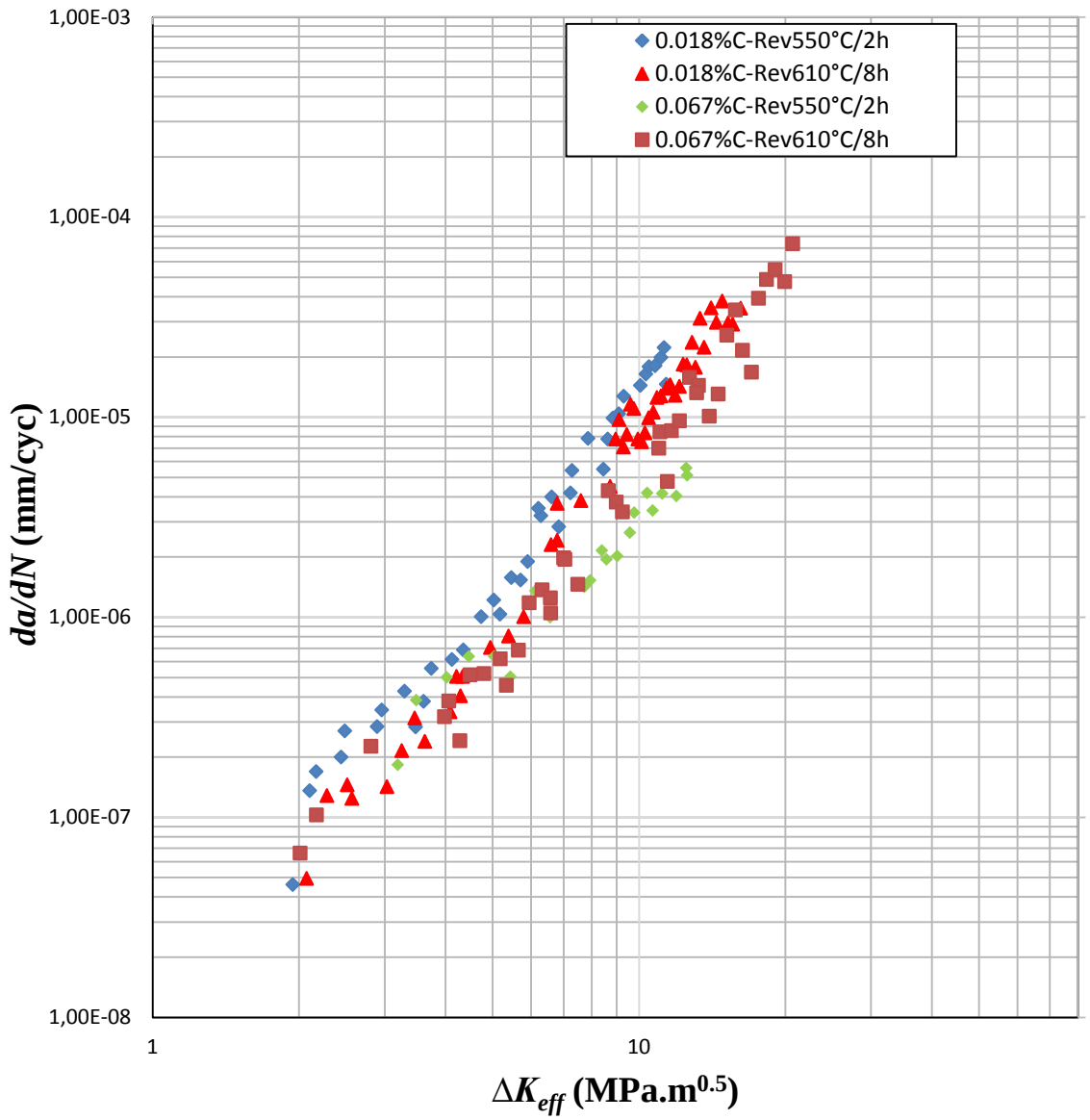


Figure 5-16 : Courbe de da/dN-ΔK_{eff} pour les deux nuances d'aciers revenus à 550°C et 610°C.

5.5.2 Évolution du niveau de fermeture relatif K_f/K_{max} en fonction de ΔK

Pour déterminer les niveaux de fermeture correspondant aux différentes températures de revenu et aux différentes teneurs en carbone, nous avons représenté sur la même figure (Figure 3.13) les niveaux de fermeture (K_f/K_{max} en fonction de ΔK) de chacun de manière à mettre en évidence laquelle était la plus propice au phénomène de fermeture de fissure. La méthode utilisée est expliquée dans le chapitre expérimental.

La Figure 5-17 peut être subdivisée en deux grandes parties : la première correspond aux ΔK supérieurs à 15 MPa.m$^{1/2}$, un point à partir duquel les cinq courbes sont presque confondues où les taux de propagation des matériaux convergent. On observe également, pour les plus grands ΔK, que le rapport K_f/K_{max} des cinq courbes reste constant à environ 0.3. Cela pourrait être expliqué par la fermeture induite par la plasticité.

La seconde partie qui correspond aux ΔK inférieurs à 15 MPa.m$^{1/2}$ où le niveau de fermeture des matériaux revenus à 610°C est sensiblement supérieur à ceux du matériau revenu à 550°C. La différence est de plus en plus importante au fur et à mesure que l'on s'approche des ΔK_{th}.

Cette différence de comportement en fatigue propagation est expliquée par la présence d'autres mécanismes de fermeture actifs mis en jeu. Ces mécanismes de fermeture pourraient être induits soit par l'effet TRIP, ou par fermeture induite par la rugosité attribuée à l'accroissement de la rugosité des surfaces à cause du changement du mécanisme de propagation.

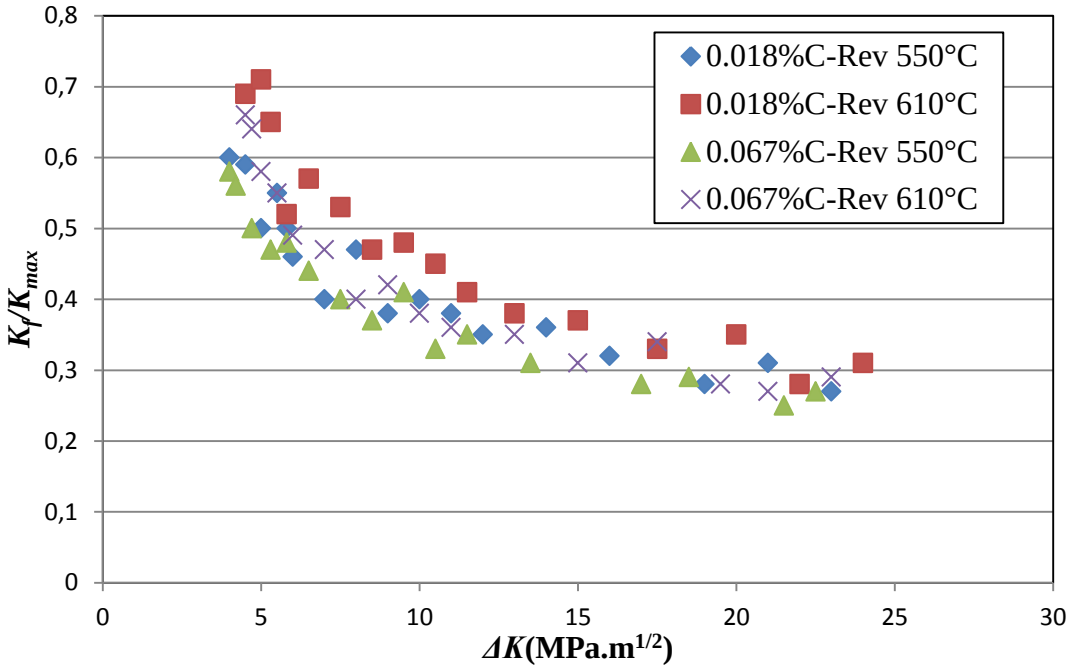


Figure 5-17 : Graphique K_f/K_{max} en fonction de ΔK pour les deux nuances d'aciers.

5.6 Conclusion et discussion

Dans ce mémoire on a étudié l'effet de la teneur de carbone sur la microstructure et sur la fatigue propagation des aciers CA6NM. De manière à bien mettre en évidence l'effet de la teneur du carbone, on a choisi trois différentes nuances d'acier à faible 0.018% C, moyenne

0.033% C et élevée 0.067% C teneurs en carbone. Le 0.018% C et le 0.067% C ont été fabriqués par le même constructeur par une méthode d'affinage en AOD (Argon Oxygen Decarburization) et ils ont subi des traitements thermiques différents. D'autre part le 0.033% C est coulé par un autre fabricant et traité par un procédé d'affinage VOD (Vacuum Oxygen Decarburization) et a subi des traitements thermiques différents. Les traitements thermiques et la taille de grains parents austénitiques (GPA) ont une influence sur la vitesse de propagation des aciers et sur la valeur d'intensité de contrainte au seuil. Afin d'effacer l'historique des traitements thermiques et d'avoir les mêmes GPA, on a austénitisé les trois nuances d'acier à la même température (1040°C au-dessus de Af des trois aciers comme on le voit dans le Tableau 2.3) à différents temps de maintien pour avoir la même taille des GPA et si c'est possible la même taille des paquets (Chapitre 3). Un acier CA6NM n'est utilisé qu'après avoir été revenu à une température avoisinante à son Ac1. La microstructure obtenue après revenu contient de l'austénite de réversion. Plusieurs auteurs [34, 44-46, 50] ont démontré que la teneur en austénite a une influence sur les propriétés mécaniques monotones et en fatigue. D'autres supposent qu'elle a aussi un effet sur la vitesse de propagation. Le carbone, qui est un élément gammagène, a une influence sur la microstructure revenue notamment la quantité d'austénite de réversion ainsi que sur sa stabilité thermique et mécanique. Alors on a choisi la première température de revenu à 550°C et la deuxième température de revenu à 610°C. La complexité du sujet réside aussi dans la quantité en élément stabilisateur d'austénite comme le Ni qui est différente.

À la lumière de ces traitements thermiques de revenus, nous pouvons établir une relation entre la résistance à la fatigue propagation du CA6NM et la teneur en carbone et entre même cette résistance et la présence ou non d'austénite de réversion, sans oublier que les effets de l'austénite de réversion sont liés à sa stabilité mécanique et thermique ainsi qu'à son taux et à la dureté de la martensite revenue avoisinante.

Comme nous l'avons vu, les trois aciers CA6NM contenant différentes teneurs en carbone (0.018% C, 0.033% C et 0.067% C) ayant subi des revenus à 550°C ne contiennent quasiment pas d'austénite de réversion, tandis que les matériaux à 0.018% et 0.067% en carbone, revenus à 610°C en comportent une quantité considérable (respectivement 10% et 14%). La comparaison des résultats obtenus entre ces différents échantillons peut démontrer l'influence du pourcentage

d'austénite de réversion sur la résistance à la propagation de fissure dans le CA6NM et par conséquent l'influence de la teneur en carbone.

L'austénite de réversion pour n'importe quelle teneur en carbone a une influence significative sur la propagation des fissures de fatigue dans le CA6NM. En effet, les courbes *da/dN* en fonction de ΔK présentées aux Figure 5-6 et Figure 5-7 montrent bien clairement une différence de comportement entre les différentes nuances d'acier à différente quantité d'austénite, indépendamment de la teneur en carbone. La résistance à la propagation de fissure pour les matériaux ne contenant pas d'austénite de réversion est plus faible que celle des matériaux ayant un taux d'austénite de réversion élevé indépendamment de la teneur en carbone de l'alliage. Inévitablement, l'effet de fermeture par effet TRIP est plus important pour les matériaux contenant de l'austénite de réversion, en raison de la création de contraintes internes de compression. Néanmoins, la quantité d'austénite de réversion n'est pas le seul paramètre à prendre en compte. Il faut aussi considérer sa stabilité mécanique qui est un élément primordial.

Le taux de propagation de fissure d'un matériau revenu à 610°C dont la teneur en carbone est 0.018% C , bien qu'il contienne moins d'austénite de réversion que le matériau à 0.067% C revenu à la même température, est plus faible pour un même ΔK proche du seuil ($\Delta K \leq$ 10MP.m$^{1/2}$). Pour la même température de revenu et différente teneur en carbone, l'effet de fermeture est plus important pour le matériau contenant moins d'austénite de réversion et moins de carbone que pour celui qui contient plus d'austénite et plus de carbone, ce qui correspond à une meilleure résistance en fatigue. Ceci explique que la quantité d'austénite n'est pas un facteur influent sur la vitesse de propagation de fissure, mais plutôt sur sa stabilité ainsi que sur la dureté de la martensite avoisinante. En effet, la valeur du Ni_{eq} du 0.067% C est supérieure à celle du 0.018% C, ce qui explique la grande taille de lattes d'austénite du 0.067% C par apport au 0.018% C. Cette stabilité thermique de l'austénite n'implique pas automatiquement sa stabilité mécanique car une matrice martensitique plus dure transmettra plus directement l'effort aux ilots d'austénite et diminuera leur stabilité mécanique puisque l'austénite de réversion se forme principalement entre les lattes de martensite et aux joints des grains [40, 45], tandis qu'une matrice moins dure augmentera leur stabilité mécanique et donc leur capacité à se transformer en martensite fraîche par effet TRIP. C'est pourquoi la dureté de la martensite joue également un important effet indirect sur la stabilité de l'austénite de réversion [39]. En raison de la différence en teneur du carbone des matériaux étudiés, le

0.067% C a une dureté plus élevée que celle du 0.018% C. Ce qui explique que l'austénite de réversion formée pour un acier contenant 0.067% de carbone est moins stable mécaniquement que celle formée dans un alliage contenant 0.018% C.

La réduction de l'effet de fermeture du matériau à 0.067% C qui est revenu à 610°C peut s'expliquer par la faible stabilité mécanique de son austénite de réversion, ce qui cause sa transformation plus loin du fond de fissure. Alors l'austénite de réversion s'est transformée complètement en martensite fraîche où la vitesse de propagation est plus élevée. D'autre part, les contraintes internes de compression qui sont induites par cette transformation se relâchent sous l'effet du chargement cyclique. Par conséquent, la présence d'austénite a un effet néfaste sur la vitesse de propagation de fissure et non un effet positif comme prévu.

Par contre pour le 0.018% C, la transformation se fait juste au fond de fissure ce qui ferme la fissure. Alors le ΔK_{th} du 0.018% C est plus élevé que celui du 0.067% C. Selon Ritchie [124], le seuil de propagation est d'autant plus faible que la limite d'élasticité uniaxiale est plus élevée, ce qui est en accord avec notre résultat puisque l'acier à 0.067% C a une limite élastique en traction plus grande que la limite du 0.018% C donc un seuil plus faible.

Il semblerait que la fermeture induite par effet TRIP n'est pas le seul mécanisme de fermeture mis en jeu. La fermeture induite par plasticité est aussi présente. En effet, on observe que la taille de la zone plastique d'un acier à 0.018% C revenu à 610°C est plus élevée que celle du 0.067% C revenu à la même température. Cela supporte l'hypothèse que des contraintes résiduelles en compression en avant de fond de fissure causent cette fermeture.

Tableau 5.4 : Récapitulatif des résultats expérimentaux pour différentes nuances d'acier à différentes températures de revenu.

Teneur en carbone	Température de revenu (°C/ temps)	Quantité d'austénite de réversion (%)	R_e (MPa)	R_m (MPa)	ΔK_{th} (MPa.m$^{1/2}$)	$r_{y,c}$ pour un ΔK=5 MPa.m$^{1/2}$
0.018	550°C/2 h	2.0	830	889	3.75	0.96
	610°C/8 h	10.0	620	796	4.71	1.73
0.033	550°C/2 h	2.1	893	934	3.80	0.83
	610°C/8 h	19.0	709	816	----	----
0.067	550°C/2 h	5.2	941	1018	4.21	0.75
	610°C/8 h	14.3	661	874	4.49	1.52

D'autre part, une étude de Priddle [125] sur un acier inoxydable 316 révèle qu'une précipitation intergranulaire de carbures entraine une diminution d'environ 20% du seuil. Les images d'austénite de réversion (Figure 4-1) montrent la présence des carbures blancs dans l'acier à 0.067% C. Par contre on ne voit pas leur existence en 0.018% C. Ces carbures, s'ils sont aux joints des grains entraineront la diminution de ΔK_{th} du 0.067% C. Alors puisque c'est le cas, on pense que les carbures sont aussi responsables de cette diminution.

Pour des valeurs de ΔK supérieures à 10M Pa.m$^{1/2}$ pour les deux aciers à la même température de revenu, les courbes *da/dN* en fonction de ΔK sont plus confondues. Il semblerait que les autres mécanismes de fermeture tendent à disparaître bien que la fermeture induite par la plasticité demeure existante.

Bien que la valeur du seuil des trois nuances d'acier sans austénite de réversion revenu à 550°C soit différente, les courbes *da/dN* en fonction de ΔK présentent un comportement similaire. Cette différence de valeur de seuil est probablement due à la taille des blocs ou des paquets. On croit que la taille des paquets de l'acier à 0.067% C est plus grande que les deux autres, malgré les mesures de la taille des paquets (Figure 3-5) qui montrent que l'acier à 0.067% C a des valeurs inférieures à celles des autres aciers. Ceci est probablement due à la méthode de mesure par microscope optique. Donc, il sera préférable d'utiliser la méthode de diffraction des électrons rétrodiffusés EBSD (Electron BackScattered Diffraction) pour confirmer cette hypothèse.

La longueur effectivement parcourue par la fissure dans un matériau à gros paquets (0.067% C) sera plus élevée que dans un matériau à petits paquets (0.018% C). Pour une longueur donnée dans le matériau à gros paquets, il faut appliquer un facteur d'intensité de contrainte plus élevé que celui requis dans un matériau à paquets fins, afin que les distances soient parcourues dans un même intervalle de temps. Si on fait la similitude des paquets à des grains effectifs, on constate que le seuil de propagation varie d'une façon inverse par rapport à la taille des paquets. Selon Priddle [125], la déviation locale de fracturation d'un grain conduit à l'apparition d'un mode mixte de rupture, donc, localement, à une diminution de K_I et une augmentation de K_{II} . Toutefois, cette déviation étant plus importante dans le cas d'un matériau à gros grain, il s'ensuit une surestimation expérimentale de la valeur réelle de ΔK_{th} pour ces gros grains, par conséquent le matériau à 0.067% C a un ΔK_{th} plus élevé.

Bien que la limite élastique du 0.067% C revenu à 550°C soit plus élevée que la limite du 0.018% C revenu à la même température, le ΔK_{th} du 0.067% C est plus élevé que celui du 0.018% C en contradiction avec le résultat de Ritchie [124]. En effet, un autre auteur [126] suggère que les cellules de dislocations formées à la pointe de la fissure sont des obstacles assez importants à la propagation et masquent ainsi l'effet de la taille du grain et donc indirectement rendent la propagation indépendante de la limite d'élasticité initiale. En plus, l'écrouissage qui se produit à l'intérieur de la zone plastifiée au fond de fissure s'accompagne d'une variation de la limite d'élasticité selon l'adoucissement de l'alliage. Un autre point qui peut avoir un effet sur cette fermeture, c'est la teneur non nulle d'austénite de réversion pour ce matériau à cette température de revenu (voir Tableau 5.4). En effet, le 0.067% C revenu à 550°C a 5.2% en austénite de réversion, cette quantité en austénite est suffisante pour créer de la fermeture par effet TRIP. Donc elle aide à augmenter la valeur de ΔK_{th}.

On a observé d'après la morphologie du faciès que les matériaux revenus à 550°C, où la martensite est plus dure car elle est moins revenue, ont un taux de rupture intergranulaire plus important, ce qui peut favoriser une fermeture induite par rugosité. Alors, pour ces faibles valeurs de ΔK quand la fermeture est induite par rugosité, le mode de chargement de type II devient plus influent et le cisaillement qu'il produit affecte la fermeture. Cependant, étant donné que l'on n'observe pas de variation de vitesse de propagation le long des courbes de propagation pour les ΔK justes supérieurs au seuil, nous pensons que la rupture intergranulaire n'influence pas fortement la vitesse de propagation des fissures à cette température.

En comparant un même alliage revenu en deux températures de revenu, on constate que l'effet de fermeture est de plus en plus important au fur et à mesure que l'on s'approche du seuil. Alors les écarts de comportement en fatigue propagation seront plus importants à des faible ΔK et par conséquent sur le seuil de propagation.

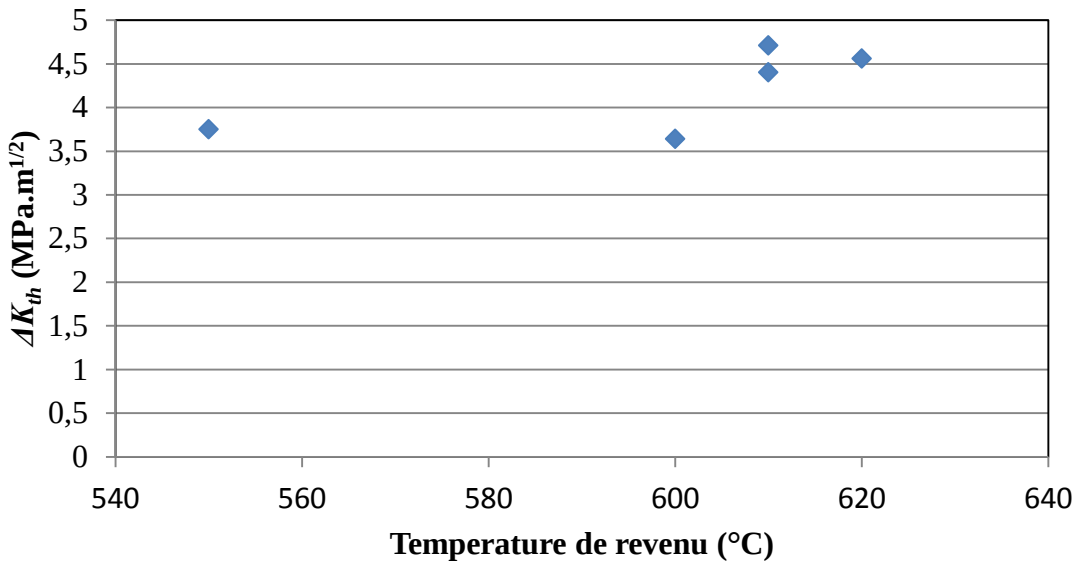


Figure 5-18 : Variation de ΔK_{th} en fonction de la température de revenu pour un acier à 0.018% C.

Pour affirmer la dernière conclusion, la Figure 5-18 résume les valeurs de ΔK_{th} trouvées pour un acier à 0.018% C revenu à différentes températures comprises entre 550°C et 620°C. On observe que la valeur du seuil forme deux plateaux de valeur distincte. La première valeur pour une plage de température inférieure à 600°C et qui vaut à peu près 3.7 MPa.m$^{1/2}$. La deuxième pour les températures au-dessus de 610°C et qui vaut à peu près 4.5 MPa.m$^{1/2}$. Bien que nous ne soyons pas convaincus que la valeur du seuil du matériau revenu à 600°C soit de 3.7 MPa.m$^{1/2}$ mais plutôt tend à une valeur proche de 4.1 MPa.m$^{1/2}$.

Ce résultat montre bien que la teneur en austénite de réversion a un effet important sur la variation de ΔK_{th}.

Cette étude a ainsi montré que l'austénite de réversion avait un effet non négligeable sur la résistance en fatigue du CA6NM. En effet, pour une taille de fissure identique, la propagation nécessitera plus d'efforts pour s'amorcer dans le matériau revenu à 610°C que pour le même matériau revenu à 550°C. Néanmoins, nous avons encore vu que son effet était fortement lié à la stabilité mécanique de l'austénite en présence, elle-même fonction de la dureté de la matrice martensitique en fonction de la teneur en carbone et ainsi du revenu intrinsèque de la martensite. Le ΔK_{th} augmente avec la teneur en austénite de réversion comme on le voit sur la Figure 5-19, mais cette augmentation a une valeur maximale avoisinante à 4.5 MPa.m$^{1/2}$

quelle que soit la teneur atteinte par l'austénite de réversion. Donc le ΔK_{th} varie de 3.75 MPa.m$^{1/2}$ pour un acier ne contenant pas d'austénite de réversion, et la valeur de seuil peut augmenter jusqu'à 4.5 MPa.m$^{1/2}$ pour une augmentation de 15% en austénite de réversion. Ceci est dû à l'effet de fermeture par effet TRIP qu'on a expliqué précédemment

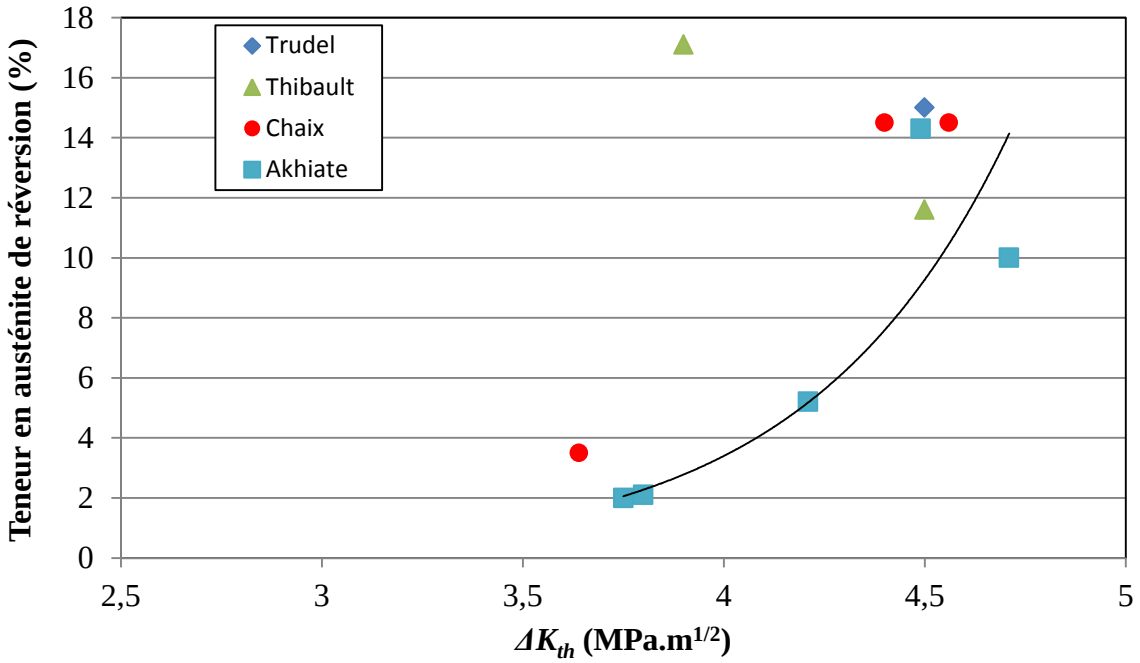


Figure 5-19 : Variation de ΔK_{th} en fonction de la teneur en austénite de réversion [34, 75,128].

CONCLUSION GÉNÉRALE

L’effet de la teneur en carbone sur les propriétés mécaniques monotones et en fatigue-propagation ont fait le sujet de plusieurs études pour le contrôle de la microstructure d'un matériau et pour optimiser ses propriétés mécaniques.

D’après notre étude sur trois matériaux CA6NM à différentes pourcentages de carbone, on a pu constater l’effet des traitements thermiques sur la taille des grains ainsi que sur la quantité et la stabilité thermique et mécanique d’austénite, sans oublier le rôle de la présence ou non de l’austénite dans la microstructure sur les propriétés mécaniques monotones et en fatigue propagation.

Conclusions principales

Les conclusions principales issues de la recherche dont ce mémoire fait l’objet sont :

L'austénitisation a un impact sur la taille des grains parents austénitiques : Nous avons observé que le temps et la température d’austénitisation font croître la taille des grains parents austénitiques. Cet accroissement dépend de la teneur en carbone. Tant qu’un acier a plus de carbone, le temps de maintien sera plus long. De multiples cycles d’austénitisation peuvent recristalliser les grains parents austénitiques et diminuer leurs tailles.

Le revenu a un effet sur la dureté d’un acier CA6NM : Bien que le revenu n'ait pas d'influence notable sur la taille de la microstructure, l’évaluation de la macro et microdureté des échantillons à différentes teneurs en carbone ont permis de confirmer ces effets. Tant que le revenu est effectué à une température et à un temps de revenu élevés, cela implique que la martensite revenue est moins dure, sauf pour l’alliage à 0.033% C qui a été plus résistant au ramollissement. D’autre part, l'acier qui a la teneur en carbone la plus élevée a une plus grande dureté, indépendamment des conditions de revenu. On a aussi confirmé l’absence de durcissement secondaire trouvé pour des aciers au carbone dont la température de revenu est comprise entre 500°C et 620°C.

Effet de la teneur en carbone et du revenu sur les propriétés mécaniques monotones de traction et de résilience : En ne considérant que l’effet du carbone, les résultats des essais de traction s’accordent avec ce que l’on trouve dans la littérature c’est-à-dire que la limite d’élasticité et la résistance à la traction augmentent avec la teneur en carbone par contre

l’allongement diminue. Mais cela diffère pour le revenu à 610°C pendant 8h du 0.033% C qui a une valeur de la limite d’élasticité plus haute que celle du 0.067% C. De même pour les résultats d’essais Charpy produits qui sont différents de ceux attendus. Ainsi, l'alliage dont la teneur en carbone intermédiaire a une énergie de résilience plus élevée. Alors, il n’est pas possible de relier l'énergie de résilience à la teneur en carbone ou aux conditions de revenu. L'augmentation de la température et du temps de revenu n'améliorent pas de manière significative sa ténacité. C’est pourquoi, on a conclu que la teneur en carbone et les conditions de revenu ne sont pas les seuls paramètres affectant la ténacité de ces aciers. On a donc proposé que l'énergie de résilience peut être améliorée en réduisant la quantité de la teneur en azote et la précipitation de carbures aux joints de grains.

Effet de revenu sur l’austénite de réversion : Les différents revenus effectués ont montré que l’alliage contenant 0.067% C commence à former de l’austénite à une température plus basse (550°C) que son Ac1. Mais pour une même température (610°C) au-dessus de Ac1, c’est par quantité de Ni en présence que l’acier forme de l’austénite et non par teneur en carbone. Donc le Ni est un meilleur stabilisateur d’austénite que le carbone.

Les images d’analyse au MEB ont montré que l’austénite est plus grossière pour l’alliage dont la quantité en Ni est élevée, fine pour l’alliage dont la teneur en Ni est intermédiaire et plus fine pour l’alliage à faible teneur en Ni. La morphologie de l’austénite de réversion a révélé que l’austénite de réversion était majoritairement lamellaire pour les trois alliages et qu’elle se situait généralement à l’interface des lattes de martensite. Enfin, on a constaté que la présence d’austénite en grande quantité semble augmenter la dureté dans le cas de l’alliage à 0.033% C.

L’effet de la teneur en carbone sur le comportement en fatigue propagation : Les courbes des essais de fatigue propagation identique des trois alliages revenus à une température de 550°C et dont leur microstructure ne contient pas d’austénite de réversion montrent significativement que le carbone n’a pas d’effet sur la propagation des fissures, sauf au seuil où les résultats obtenus reflètent probablement la présence de fermeture par rugosité à cause de la différence de taille des paquets martensitiques.

L’effet de l’austénite de réversion sur le comportement en fatigue propagation : Nous avons observé une réduction de la vitesse de propagation pour deux alliages à différentes teneurs en carbone contenant de l’austénite de réversion par rapport au même alliage sans

austénite de réversion. La présence d'austénite a eu pour effet de permettre aux mécanismes de fermeture par effet TRIP d'avoir lieu. Donc, la présence d'austénite de réversion après un revenu au-dessus de Ac1 s'est avérée bénéfique pour le comportement en fatigue propagation.

La stabilité d'austénite de réversion a une grande influence sur le comportement en fatigue propagation. Dans cette étude, il s'est avéré que deux aciers à différentes teneurs en austénite de réversion ont un comportement en fatigue propagation identique pour des ΔK élevés, bien que leur comportement au voisinage de seuil soit différent. La vitesse de propagation pour l'acier à forte quantité d'austénite de réversion est plus élevée que celle de l'acier à faible quantité. Probablement l'austénite de réversion plus stable contribue à une meilleure résistance à la propagation et générera plus de fermeture ce qui se traduit par une augmentation du seuil. Par contre, le moins stable se transforme en martensite fraîche qui augmente la vitesse de propagation.

RECOMMANDATIONS ET TRAVAUX FUTURS

Il serait utile de poursuivre les efforts de cette recherche en réalisant des essais de fatigue-propagation en double pour les essais déjà réalisés. En plus il serait préférable de compléter l'étude par des essais de fatigue-propagation pour le 0.033% C revenu à 610°C afin de confirmer les résultats déjà trouvés et d'avoir plus de certitude dans les hypothèses soulevées dans ce mémoire.

Il serait aussi important d'obtenir des résultats à un rapport de charge sans effet de fermeture à R=0.7 pour les trois nuances d'aciers aux deux températures de revenu et les comparer aux résultats déjà trouvés.

L'étude ne sera pas complète sans une étude de la microstructure en étudiant d'autres paramètres importants, tels que la taille des paquets, blocs et lattes par la méthode de EBSD. De même, l'usage de microscope électronique à transmission pour confirmer la présence et préciser la nature des précipités aux intra et intergranulaires sera d'une grande importance surtout pour les nitrures de chrome car on croit que leur absence en 0.033% C explique sa grande résilience.

De plus, il faut confirmer l'hypothèse de la stabilité chimique et mécanique d'austénite de réversion dans les trois nuances en mesurant la teneur des différents composants chimiques dans cette phase.

BIBLIOGRAPHIE

[1] M. Blair, *Cast Stainless Steels, Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys, ASM Handbook, ASM International* vol. 1, 1990.

[2] ASTM.A743/A743M-06, "Standard Specification for Castings, Iron-Chromium, Iron-Chromium-Nickel, Corrosion Resistant, for General Application1," ed. USA: ASTM, 2010.

[3] J. M. Masson. (2005, Aciers performants et développement durable.

[4] P. Bilmes, M. Solari, and C. Llorente, "Characteristics and effects of austenite resulting from tempering of 13Cr–NiMo martensitic steel weld metals," *Materials Characterization,* vol. 46, pp. 285-296, 2001.

[5] T. Gooch, "Heat treatment of welded 13% Cr-4% Ni martensitic stainless steels for sour service," *Welding Journal-Including Welding Research Supplement,* vol. 74, p. 213s, 1995.

[6] E. Folkhard, G. Rabensteiner, and E. Perteneder, *Welding metallurgy of stainless steels* vol. 98: Springer-Verlag New York, NY, 1988.

[7] Y. Desalos, *Bases métallurgiques des traitements thermiques*: Ed. Techniques Ingénieur, 2004.

[8] V. Neubert, J. Reuter, N. El-Mahalawy, H. Hoffmeister, and R. Hoffmann, "Effect of welding technique on weld morphology and hardness of supermartensitic 13% Cr steels," *Materials science and technology,* vol. 20, pp. 1551-1562, 2004.

[9] W. Gysel, E. Gerber, and A. Trautwein, "CA6NM: New developments based on 20 years experience," *Stainless Steel Castings,* vol. 3, pp. 403-435, 1982.

[10] C. Nalbone, "Effects of carbon content and tempering treatment on the mechanical properties and sulfide stress corrosion cracking resistence of AOD-Refined CA6NM," in *ASTM*, 1982, pp. 315-331.

[11] R. Castro, " Les inclusions non métalliques dans l'acier," *Cours du CESSID, Metz,* 1969.

[12] J. Desbiens, "Etudes de la résilience des soudures en acier inoxydable 410 NiMo," 2011.

[13] J.-P. Baïlon and J.-M. Dorlot, *Des matériaux*: Presses inter Polytechnique, 2000.

[14] J. Barralis and G. Maeder, "Précis de métallurgie," *Élaboration, structure-propriétés, édition Nathan,* 2002.

[15] "http://commons.wikimedia.org/wiki/File:Diagramme_phase_Fe_Cr.svg." consulte le 06-11-2013

[16] R. Castro and J. J. de Cadenet, *Métallurgie du soudage des aciers inoxydables et résistant à chaud*: Dunod, 1968.

[17] R. Knutsen and R. Hutchings, "Occurrence of non-metallic inclusions in 3CR12 steel and their effect on impact toughness," *Materials science and technology,* vol. 4, pp. 127-135, 1988.

[18] J. C. Lippold and D. J. Kotecki, "Welding metallurgy and weldability of stainless steels," *Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels, by John C. Lippold, Damian J. Kotecki, pp. 376. ISBN 0-471-47379-0. Wiley-VCH, March 2005.,* vol. 1, 2005.

[19] O. Bletton, "Les aciers inoxydables martensitiques, de l'ouvrage de P," *Lacombe, B. Baroux, G. Béranger: Les aciers inoxydables, Les éditions de physique Paris,* pp. 491-518, 1990.

[20] G. Krauss, *Steels: processing, structure, and performance*: ASM International, 2005.

[21] Y.-R. Liu, D. Ye, Q.-L. Yong, J. Su, K.-Y. Zhao, and W. Jiang, "Effect of heat treatment on microstructure and property of Cr13 super martensitic stainless steel," *Journal of Iron and Steel Research, International,* vol. 18, pp. 60-66, 2011.

[22] Y. Meyzaud and C. Sauzay, "Prediction of Residual Austenite Percentages From the Transformation Curves During Continuous Cooling of Steels," *Mem. sci. Rev. Met.,* vol. 69, pp. 763-774, 1972.

[23] A. G. Aubert & Duval, "communication personnelle " 2007.

[24] S. Maropoulos, S. Karagiannis, and N. Ridley, "Factors affecting prior austenite grain size in low alloy steel," *Journal of materials science,* vol. 42, pp. 1309-1320, 2007.

[25] G. Murry, "Transformations dans les aciers," *Techniques de l'ingénieur M,* vol. 1, 1998.

[26] M. Durand-Charre, "La microstructure des aciers et des fontes," *Genèse et interprétation, SIRPE,* 2003.

[27] D. A. Porter and K. E. Easterling, *Phase transformations in metals and alloys*: CRC press, 1992.

[28] C. Beranger, B. Baroux, and P. Lacombe, *Les aciers inoxydables*: Les editions de physique, 1990.

[29] M. Hantcherli, "Influence d'éléments d'addition sur les transformations de la martensite revenue dans les aciers faiblement alliés," Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2010.

[30] I. Alvarez-Armas and S. Degallaix-Moreuil, *Duplex stainless steels*: John Wiley & Sons, 2013.

[31] A. Shibata, T. Nagoshi, M. Sone, S. Morito, and Y. HIGO, "Micromechanical characterization of boundary strength in martensitic steel," *Materials Science & Technology 2010,* 2010.

[32] S. Morito, H. Yoshida, T. Maki, and X. Huang, "Effect of block size on the strength of lath martensite in low carbon steels," *Materials Science and Engineering: A,* vol. 438, pp. 237-240, 2006.

[33] S. Morito, H. Saito, T. Ogawa, T. Furuhara, and T. Maki, "Effect of austenite grain size on the morphology and crystallography of lath martensite in low carbon steels," *ISIJ international,* vol. 45, pp. 91-94, 2005.

[34] A. Trudel, M. Lévesque, and M. Brochu, "Microstructural effects on the fatigue crack growth resistance of a stainless steel CA6NM weld," *Engineering Fracture Mechanics,* vol. 115, pp. 60-72, 2014.

[35] K. Cooper and H. Jones III, "Phase transformation-induced grain refinement in rapidly solidified ultra-high-carbon steels," *Metallurgical and Materials Transactions A,* vol. 33, pp. 2789-2799, 2002.

[36] W. Kaluba, T. Kaluba, and R. Taillard, "The austenitizing behaviour of high-nitrogen martensitic stainless steels," *Scripta materialia,* vol. 41, pp. 1289-1293, 1999.

[37] J.-H. Jun and C.-S. Choi, "Variation of stacking fault energy with austenite grain size and its effect on the M< sub> S</sub> temperature of< i> γ</i>→< i> ε</i> martensitic transformation in Fe–Mn alloy," *Materials Science and Engineering: A,* vol. 257, pp. 353-356, 1998.

[38] N. Nakada, T. Tsuchiyama, S. Takaki, and S. Hashizume, "Variant selection of reversed austenite in lath martensite," *ISIJ international,* vol. 47, pp. 1527-1532, 2007.

[39] Y. Song, D. Ping, F. Yin, X. Li, and Y. Li, "Microstructural evolution and low temperature impact toughness of a Fe–13% Cr–4% Ni–Mo martensitic stainless steel," *Materials Science and Engineering: A,* vol. 527, pp. 614-618, 2010.

[40] S. Godin, "Effet d'un enrichissement en nickel sur la stabilité mécanique de l'austénite de réversion lorsque soumise à de la fatigue oligocyclique," Master's thesis, Génie Mécanique, École de Technologie Supérieure Université du Québec, École de Technologie Supérieure Université du Québec, 2014.

[41] N. Nakada, T. Tsuchiyama, S. Takaki, and N. Miyano, "Temperature dependence of austenite nucleation behavior from lath martensite," *ISIJ international,* vol. 51, pp. 299-304, 2011.

[42] L. Liu, Z.-G. Yang, and C. Zhang, "Effect of retained austenite on austenite memory of a 13% Cr–5% Ni martensitic steel," *Journal of Alloys and Compounds,* vol. 577, pp. S654-S660, 2013.

[43] P. Bilmes, C. Llorente, and J. P. Ipiña, "Toughness and microstructure of 13Cr4NiMo high-strength steel welds," *Journal of materials engineering and performance,* vol. 9, pp. 609-615, 2000.

[44] D. Thibault, P. Bocher, M. Thomas, J. Lanteigne, P. Hovington, and P. Robichaud, "Reformed austenite transformation during fatigue crack propagation of 13% Cr–4% Ni stainless steel," *Materials Science and Engineering: A,* vol. 528, pp. 6519-6526, 2011.

[45] Y. Song, X. Li, L. Rong, and Y. Li, "The influence of tempering temperature on the reversed austenite formation and tensile properties in Fe–13% Cr–4% Ni–Mo low carbon martensite stainless steels," *Materials Science and Engineering: A,* vol. 528, pp. 4075-4079, 2011.

[46] B. Akhavan Tabatabae, F. Ashrafizadeh, and A. M. Hassanli, "Influence of Retained Austenite on the Mechanical Properties of Low Carbon Martensitic Stainless Steel Castings," *ISIJ international,* vol. 51, pp. 471-475, 2011.

[47] P. Wang, S.-p. Lu, D.-z. Li, X. Kang, and Y. Li, "Investigation on phase transformation of low carbon martensitic stainless steel ZG06Cr13Ni4Mo in tempering process with low heating rate," *Acta Metallurgica Sinica,* vol. 44, p. 681, 2008.

[48] P. Robichaud, "Stabilité de l'austénite résiduelle de l'acier inoxydable 415 soumis à la fatigue oligocyclique," École de technologie supérieure, 2007.

[49] J. Kim and J. Morris, "The composition of precipitated austenite in 5.5 ni steel," *Metallurgical Transactions A,* vol. 12, pp. 1957-1963, 1981.

[50] Y. Iwabuchi, "Factors affecting on mechanical properties of soft martensitic stainless steel castings," *JSME international journal. Series A, Solid mechanics and material engineering,* vol. 46, pp. 441-446, 2003.

[51] K. Balan, A. Venugopal Reddy, and D. Sarma, "Austenite precipitation during tempering in 16Cr-2Ni martensitic stainless steels," *Scripta Materialia,* vol. 39, pp. 901-905, 1998.

[52] M. Roberts, "Effect of transformation substructure on the strength and toughness of Fe−Mn alloys," *Metallurgical Transactions,* vol. 1, pp. 3287-3294, 1970.

[53] S. Ostrach, "Natural convection in enclosures," *Advances in heat transfer,* vol. 8, pp. 161-227, 1972.

[54] H. Yang, K. Yang, and Q. Xia, "Periodic laminar convection in a tall vertical cavity," *International journal of heat and mass transfer,* vol. 32, pp. 2199-2207, 1989.

[55] M. Kazmierczak and Z. Chinoda, "Buoyancy-driven flow in an enclosure with time periodic boundary conditions," *International journal of heat and mass transfer,* vol. 35, pp. 1507-1518, 1992.

[56] M. Abareshi and E. Emadoddin, "Effect of retained austenite characteristics on fatigue behavior and tensile properties of transformation induced plasticity steel," *Materials & Design*, vol. 32, pp. 5099-5105, 2011.

[57] A. Bejan and D. Poulikakos, "The nondarcy regime for vertical boundary layer natural convection in a porous medium," *International journal of heat and mass transfer*, vol. 27, pp. 717-722, 1984.

[58] Y. Iwabuchi and S. Sawada, "Metallurgical characteristics of a large hydraulic runner casting of type 13Cr-Ni stainless steel," *Stainless Steel Castings*, pp. 332-354, 1982.

[59] W. Mantle-Miller, M. Kazmierczak, and B. Hiawy, "Natural convection in a horizontal enclosure with periodically changing bottom wall temperature," *ASME-PUBLICATIONS-HTD*, vol. 198, pp. 49-49, 1992.

[60] E. Lakhal, M. Hasnaoui, P. Vasseur, and E. Bilgen, "Natural convection in a square enclosure heated periodically from part of the bottom wall," *Numerical Heat Transfer, Part A: Applications*, vol. 27, pp. 319-333, 1995.

[61] N. E. Dowling, *Mechanical behavior of materials: engineering methods for deformation, fracture, and fatigue*: Prentice hall, 1993.

[62] G. Hansen, A. Hellawell, S. Lu, and R. Steube, "Some consequences of thermosolutal convection: the grain structure of castings," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 27, pp. 569-581, 1996.

[63] C. J. Chang and R. A. Brown, "Radial segregation induced by natural convection and melt/solid interface shape in vertical Bridgman growth," *Journal of crystal Growth*, vol. 63, pp. 343-364, 1983.

[64] V. Nicolette, K. Yang, and J. Lloyd, "Transient cooling by natural convection in a two-dimensional square enclosure," *International journal of heat and mass transfer,* vol. 28, pp. 1721-1732, 1985.

[65] J. C. Patterson and S. Armfield, "Transient features of natural convection in a cavity," *J. Fluid Mech,* vol. 219, p. C873, 1990.

[66] B. M. Sadeghi, "Analyses et Identification du comportement mécanique d'aciers à effet TRIP à partir de mesures de champs cinématiques," Arts et Métiers ParisTech, 2010.

[67] I. Timokhina, P. Hodgson, and E. Pereloma, "Effect of microstructure on the stability of retained austenite in transformation-induced-plasticity steels," *Metallurgical and Materials Transactions A,* vol. 35, pp. 2331-2341, 2004.

[68] M.-L. Zhu and F.-Z. Xuan, "Effect of microstructure on appearance of near-threshold fatigue fracture in Cr–Mo–V steel," *International journal of fracture,* vol. 159, pp. 111-120, 2009.

[69] H. Niederau, "A new low-carbon 16Cr-5Ni stainless martensitic cast steel," in *Stainless Steel Castings: A Symposium Sponsored by ASTM Committee A-1 on Steel, Stainless Steel, and Related Alloys, Bal Harbour, Fla., 12-13 Nov. 1980*, 1982, p. 382.

[70] J. Lanteigne, M. Sabourin, T. Bui-Quoc, and D. Julien, "The characteristics of the steels used in hydraulic turbine runners," in *IAHR 24th Symposium on Hydraulic Machinery and Systems, Foz Do Iguassu, Brazil*, 2008.

[71] M. Natsume, Y. Hayashi, H. Akebono, M. Kato, and A. Sugeta, "Fatigue properties and crack propagation behavior of stainless cast steel for turbine runner of hydraulic power generation," *Procedia Engineering,* vol. 2, pp. 1273-1281, 2010.

[72] J. Chaboche, C. Bathias, and J. Baïlon, "La fatigue des matériaux et des structures," *Hermès,* pp. 617-644, 1997.

[73] K. Tanaka, "Fatigue crack propagation," *Comprehensive structural integrity,* vol. 4, pp. 95-127, 2003.

[74] P. Paris and F. Erdogan, "A critical analysis of crack propagation laws," *Journal of Fluids Engineering,* vol. 85, pp. 528-533, 1963.

[75] D. Thibault, "Contribution à l'étude du comportement en fatigue des aciers inoxydables 13% CR-4% NI: contraintes résiduelles de soudage et transformation sous contrainte de l'austénité de réversion," École de technologie supérieure, 2010.

[76] P. K. Liaw, "Overview of crack closure at near-threshold fatigue crack growth levels," *Mechanics of fatigue crack closure, ASTM STP,* vol. 982, pp. 62-92, 1988.

[77] V. Radhakrishnan and Y. Mutoh, "On fatigue crack growth in stage I," *Mechanical Engineering Publications, The Behaviour of Short Fatigue Cracks,* pp. 87-99, 1986.

[78] A. McEvily and J. G. Velazquez, "Fatigue crack tip deformation," *Metallurgical Transactions A,* vol. 23, pp. 2211-2221, 1992.

[79] S. Zhu, L. Peng, T. Moriya, and Y. Mutoh, "Effect of stress ratio on fatigue crack growth in TiAl intermetallics at room and elevated temperatures," *Materials Science and Engineering: A,* vol. 290, pp. 198-206, 2000.

[80] O. Oni, "Contribution à l'étude des fissures courtes se propageant en fatigue dans les aciers," 1986.

[81] R. Ritchie, B. Boyce, J. Campbell, O. Roder, A. Thompson, and W. Milligan, "Thresholds for high-cycle fatigue in a turbine engine Ti–6Al–4V alloy," *International Journal of Fatigue,* vol. 21, pp. 653-662, 1999.

[82] T. Bui-Quoc, M. Levesque, and D. Julien, "Étude du comportement en fatigue-propagation d’un acier martensitique ca6nm en eau douce," École Polytechnique De Montréal, ALSTOM HYDRO CANADA Inc.2009.

[83] H. Tanaka, "Studies on dynamic stress of runners for the design of 760 meter head pump-turbines," in *IAHR 16th Symposium, Sao Paulo, Brazil*, 1992.

[84] S. Suresh, R. Ritchie, and D. Davidson, "Fatigue crack growth threshold concepts," *TMS-AIME, Warrendale, PA*, p. 227, 1984.

[85] ASTM.E18/E18-08b, "Standard Test Methods for Rockwell Hardness of Metallic Materials," ed. USA: ASTM, 2009.

[86] ASTM.E384–11, "Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials," ed. USA: ASTM, 2011.

[87] A. International, "Standard Test Methods for Determining Average Grain Size Using Semiautomatic and Automatic Image Analysis," in *E1382-97*, ed. West Conahohocken, USA: ASTM International, 2010.

[88] A. International, "Standard Test Methods for Determining Average Grain Size," in *ASTM E112-12*, ed. West Conshohocken, USA: ASTM International, 2012.

[89] X. Xiwen, "Metallurgical Property Testing," in *Handbook of Aluminum: Alloy Production and Materials Manufacturing*. vol. 2, 2 ed New York: CRC Press, 2006.

[90] ASTM.E647-11, "Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates," ed. USA: ASTM, 2011.

[91] M. El Wahabi, L. Gavard, F. Montheillet, J. Cabrera, and J. Prado, "Effect of initial grain size on dynamic recrystallization in high purity austenitic stainless steels," *Acta materialia*, vol. 53, pp. 4605-4612, 2005.

[92] R. Homma, "Studies on Austenite Grain of 3. 5 per cent Ni-Cr-Mo-V Steel," *Trans. Iron Steel Inst. Jap.*, vol. 14, pp. 434-443, 1974.

[93] L. Porter and D. Dabkowski, "Grain-size control by thermal cycling," *Ultra-fine Grain Metals. Syracuse University Press, New York*, 1970.

[94] A. Rajasekhar, G. Madhusudhan Reddy, T. Mohandas, and V. Murti, "Influence of austenitizing temperature on microstructure and mechanical properties of AISI 431 martensitic stainless steel electron beam welds," *Materials & Design,* vol. 30, pp. 1612-1624, 2009.

[95] F. Barcelo and J.-C. Brachet, "Quantification par analyse d'images de la taille de l'ancien grain austenitique d'aciers martensitiques 9Cr-1Mo," *REVUE DE METALLURGIE CAHIERS D INFORMATION TECHNIQUES,* vol. 91, pp. 255-255, 1994.

[96] A. Huntz, P. Guiraldenq, M. Aucouturier, and P. Lacombe, "Relationship between the diffusion processes of radioactive iron and chromium in tion-chromium alloys with 0-15 per cent chromium and their--reversible-- alpha to--alpha plus gamma-- transformation," *MEM SCI REV MET,* vol. 66, pp. 85-104, 1969.

[97] N. Hannerz and F. KAZINCZY, "Kinetics of Austenite Grain Growth in Steel," *J IRON STEEL INST,* vol. 208, pp. 475-481, 1970.

[98] R. LEVEQUE, "Aciers à outils: données numériques normalisées," *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques,* 2004.

[99] D. François, *Endommagement et rupture de matériaux*: EDP sciences, 2012.

[100] r. L. Yu, D. YE, and l. Y. Qi, "Effect of Heat Treatment on Microstructure and Property of Cr13 Super Martensitic Stainless Steel [J]," *Journal of Iron and Steel Research, International,* vol. 18, pp. 11-60, 2011.

[101] I. Calliari, M. Zanesco, M. Dabala, K. Brunelli, and E. Ramous, "Investigation of microstructure and properties of a Ni–Mo martensitic stainless steel," *Materials & Design,* vol. 29, pp. 246-250, 2008.

[102] E. Braud, " Rapport de stage élève-ingénieur: Mesure de lataille des grains austenitique pour le sujet :Effet de la teneur en carbone sur la résistance du CA6NM à la propagation des fissures de fatigue" *Ecole polytechnique de Montréal*, 2013.

[103] C. H. S. K.H. Lo, J.K.L. Lai, "R: Reports 65," *Materials Science and Engineering,* pp. 39-104, 2009.

[104] L. N. W. H. Qiu, J.G. Qi, H. Zuo, K. Hiraoka, *Materials Science and Engineering,* vol. A 579, pp. 71-76, 2013.

[105] H. Song and Z.-j. Wang, "Grain refinement by means of phase transformation and recrystallization induced by electropulsing," *Transactions of the Nonferrous Metals Society of China,* vol. 21, pp. 353-7, 2011.

[106] S. O. G. Chai, P. Liu, T. Larsson, "Fatigue behaviours of a martensitic compressor valve stainless steel with small amount of retained austenite," 2013.

[107] P. Robichaud, "Stabilité de l'austénite résiduelle de l'acier inoxydable 415 soumis à la fatigue oligocyclique," 2007.

[108] J. Mola and B. C. De Cooman, "Quenching and Partitioning (Q&P) Processing of Martensitic Stainless Steels," *Metallurgical and Materials Transactions A,* vol. 44, pp. 946-967, 2013.

[109] H. B. Wu, L. Li, K. Zhang, and D. Tang, "Stability of reversed austenite in 9Ni steel," *Advanced Materials Research,* vol. 535, pp. 580-585, 2012.

[110] X. Ma, L. Wang, C. Liu, and S. Subramanian, "Microstructure and properties of 13Cr5Ni1Mo0. 025Nb0. 09V0. 06N super martensitic stainless steel," *Materials Science and Engineering: A,* vol. 539, pp. 271-279, 2012.

[111] D. Carrouge, H. Bhadeshia, and P. Woollin, "Effect of δ-ferrite on impact properties of supermartensitic stainless steel heat affected zones," *Science and Technology of Welding & Joining*, vol. 9, pp. 377-389, 2004.

[112] A. Ramirez, J. Lippold, and S. Brandi, "The relationship between chromium nitride and secondary austenite precipitation in duplex stainless steels," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 34, pp. 1575-1597, 2003.

[113] X. Ma, L. Wang, C. Liu, and S. Subramanian, "Role of Nb in low interstitial 13Cr super martensitic stainless steel," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 528, pp. 6812-6818, 2011.

[114] ASTM.E45-13, "Standard test methods for determining the inclusion content of steel," ed. USA: ASTM, 2013.

[115] Y. Iwabuchi, "Intergranular failure along prior austenite grain boundary of type CA 6 NM stainless cast steel," *Trans. Jpn. Foundrymen's Soc.(Japan)*, vol. 13, pp. 1-12, 1994.

[116] H. Zheng, X. Ye, J. Li, L. Jiang, Z. Liu, G. Wang, *et al.*, "Effect of carbon content on microstructure and mechanical properties of hot-rolled low carbon 12Cr–Ni stainless steel," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 527, pp. 7407-7412, 2010.

[117] Y. Murata, M. Morinaga, R. Hashizume, K. Takami, T. Azuma, Y. Tanaka, *et al.*, "Effect of carbon content on the mechanical properties of 10Cr–5W ferritic steels," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 282, pp. 251-261, 2000.

[118] Y. Iwabuchi and I. Kobayashi, "A Study of Toughness Degradation in CA6NM Stainless Steel," in *Materials Science Forum*, 2010, pp. 2515-2518.

[119] S. G. Zeeshan Chaudhari, "Effet de la concentration en CO2 du gaz de protection sur les propriétés de soudures faites d'acier 410NiMo," *Institut de recherche d'Hydro Québec*, 2013.

[120] M. McDonald and D. Ludwigson, "Fractographic examination in the scanning electron microscope as a tool in evaluating through-thickness tension test results," *Journal of testing and evaluation,* vol. 11, pp. 165-173, 1983.

[121] ASTM.E23-07a, "Standard test methods for notched bar impact testing of metallic materials," ed. Philadelphia, PA, USA: ASTM, Sept. 2007.

[122] T. Gooch, P. Woollin, and A. Haynes, "Welding metallurgy of low carbon 13% chromium martensitic steels," *Supermartensitic stainless steels,* vol. 99, p. S99, 1999.

[123] C. Beevers, "Fatigue crack growth characteristics at low stress intensities of metals and alloys," *Metal Science,* vol. 11, pp. 362-367, 1977.

[124] R. Ritchie, "Influence of microstructure on near-threshold fatigue-crack propagation in ultra-high strength steel," *Metal Science,* vol. 11, pp. 368-381, 1977.

[125] E. Priddle, "The influence of grain size on threshold stress intensity for fatigue crack growth in AISI 316 stainless steel," *Scripta Metallurgica,* vol. 12, pp. 49-56, 1978.

[126] A. W. Thompson and R. J. Bucci, "The dependence of fatigue crack growth rate on grain size," *Metallurgical and Materials Transactions B,* vol. 4, pp. 1173-1175, 1973.

[127] C. Escaich, "Effet des inclusions et des précipités sur les propriétés mécaniques d'un CA6NM," École Polytechnique de Montréal, 2014.

[128] J. Chaix, "Influence de la température de revenu sur la résistance du CA6NM à la propagation des fissures de fatigue" 2014.

[129] E. Wolf, "Fatigue crack closure under cyclic tension," Engineering Fracture Mechanics, vol. 2, pp. 37-45, 1970.

[130] A. Akhiate, C. Escaich, D. Thibault, and M. Brochu « Carbon content and heat treatment effects on microstructures and mechanical properties of 13Cr-4Ni martensitic stainless steel», *Metallurgical and Materials Transactions B.*

ANNEXE A - DILATOMÉTRIE

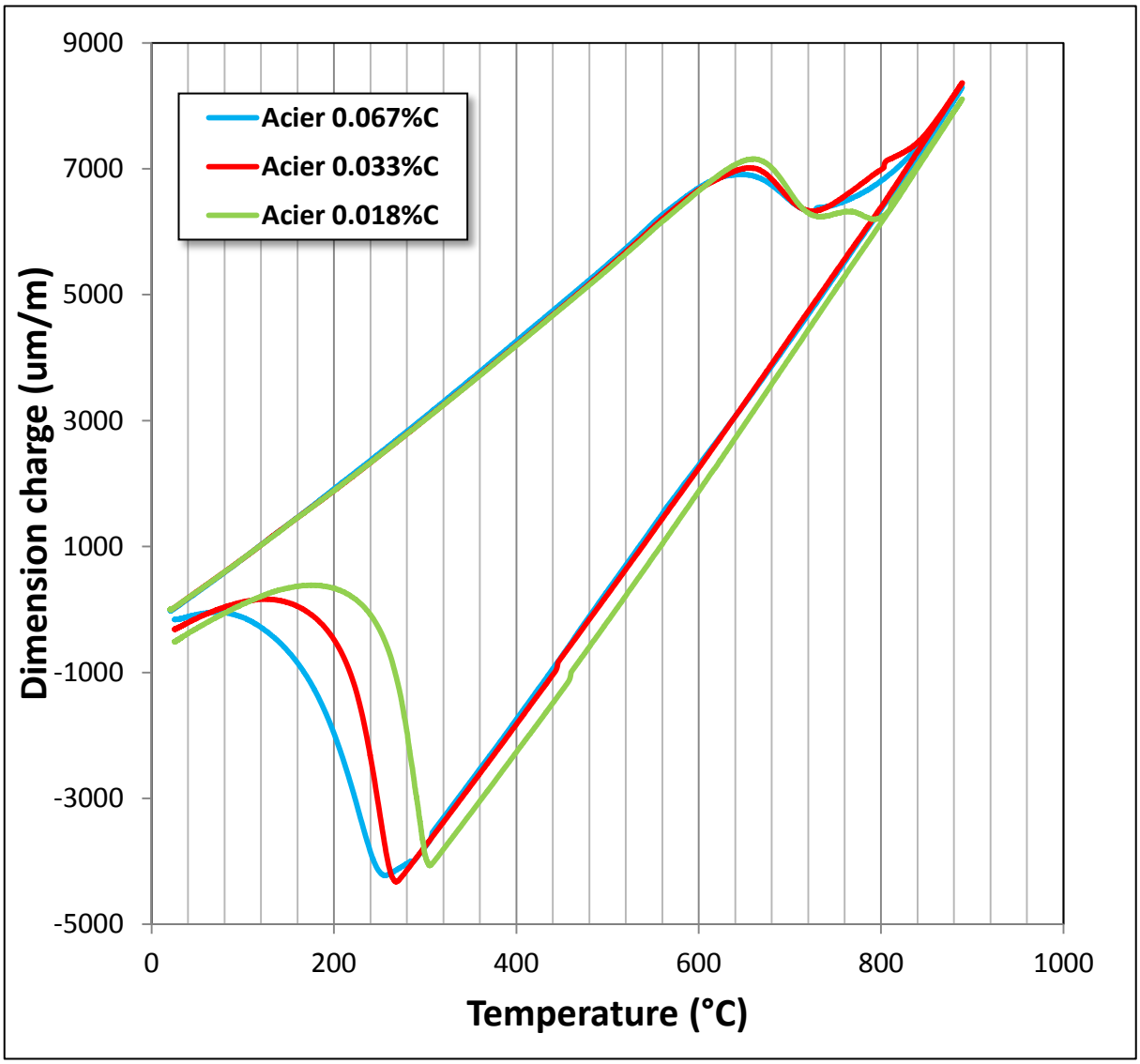


Figure A-1 : Courbes de dilatométrie des trois aciers CA6NM, pour un chauffage et un refroidissement à un taux de 2 ◦C/min.

ANNEXE B - DESSIN DES ÉPROUVETTES UTILISÉES

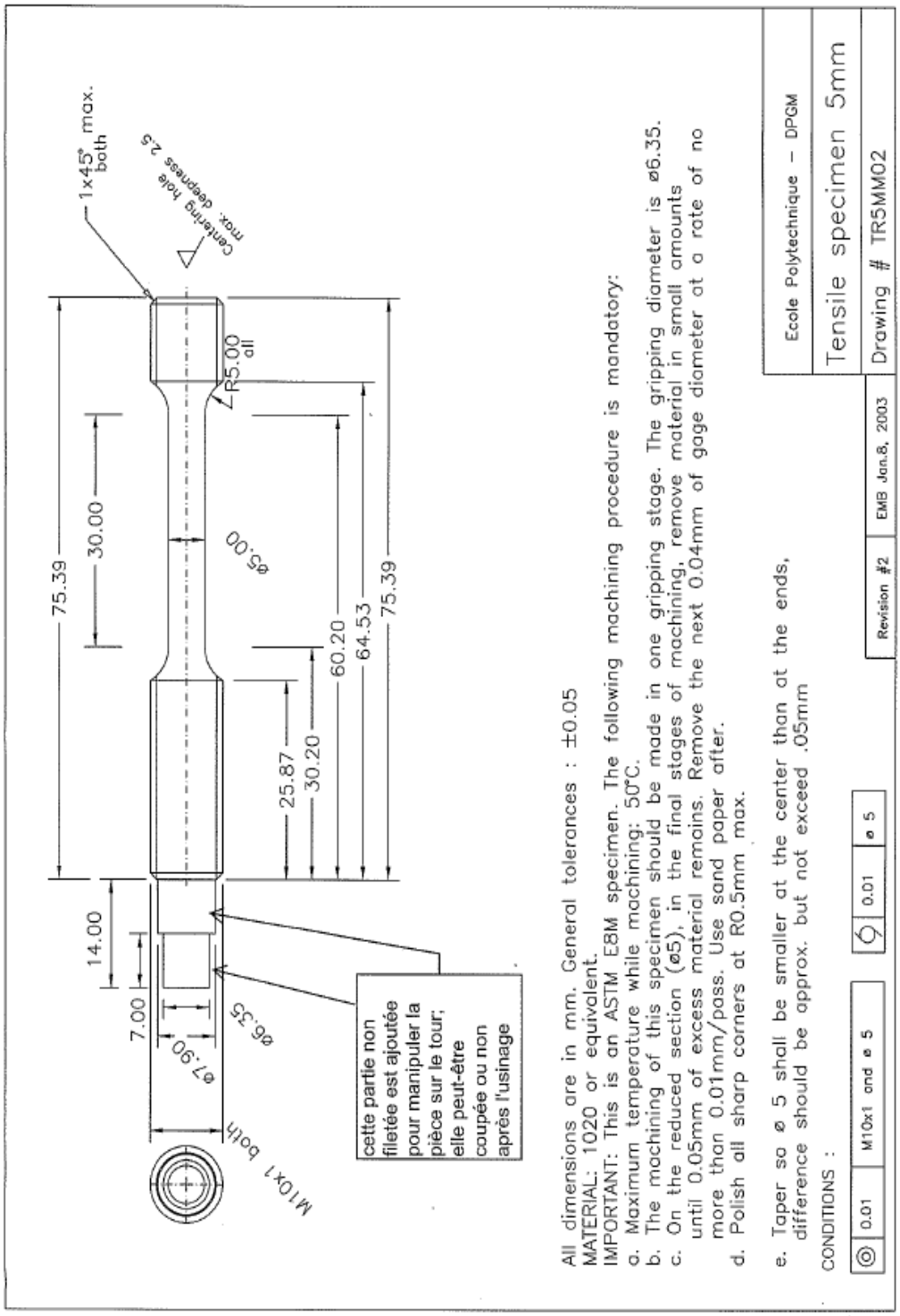


Figure B-1 : Schéma d'une éprouvette de traction; L=30 mm et d_0 = 5 mm, selon la norme ASTM E8/E8M-11

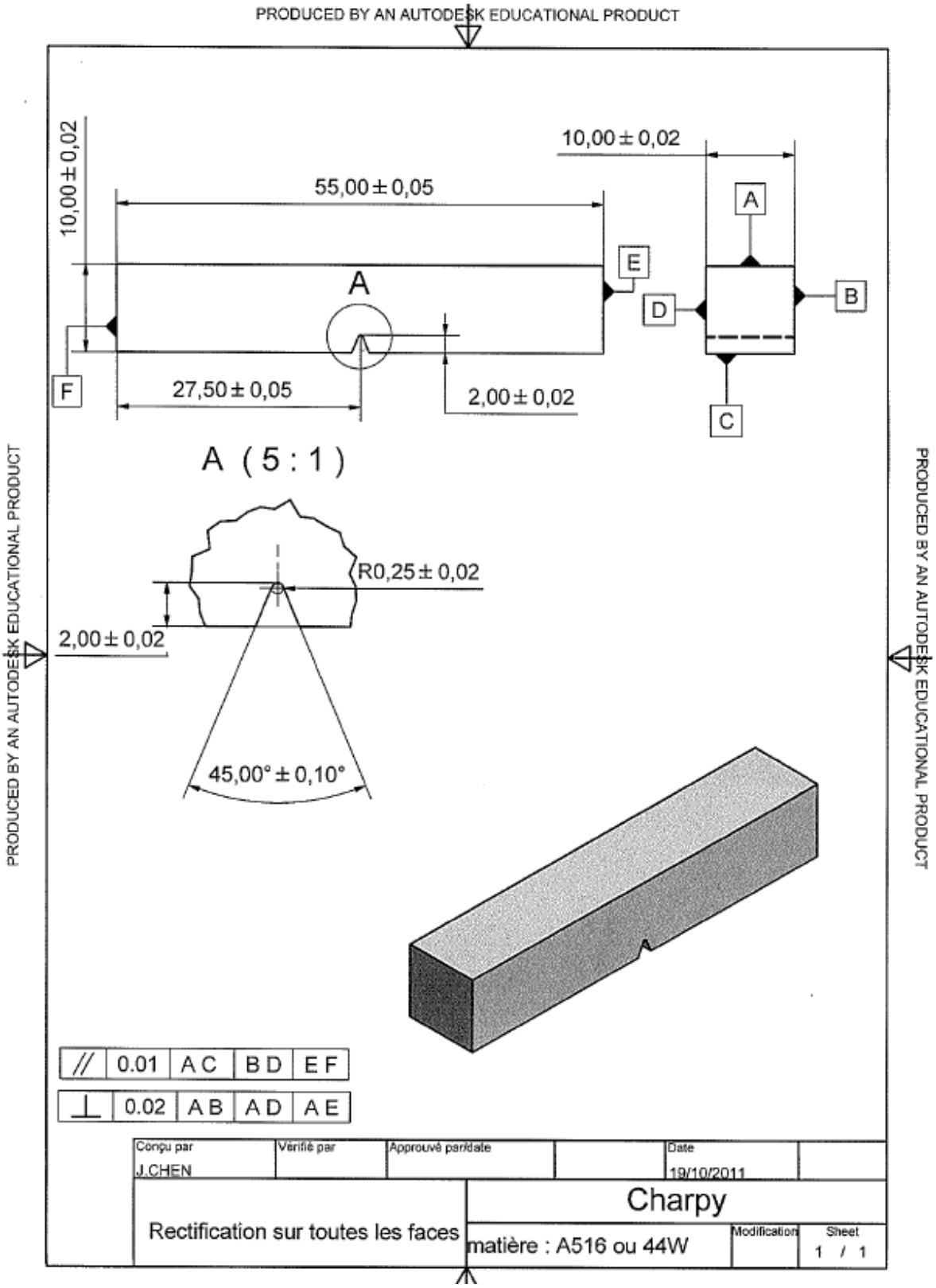


Figure B-2 : Dimensions des éprouvettes d'essai Charpy utilisés, selon la norme ASTM E23-12c.

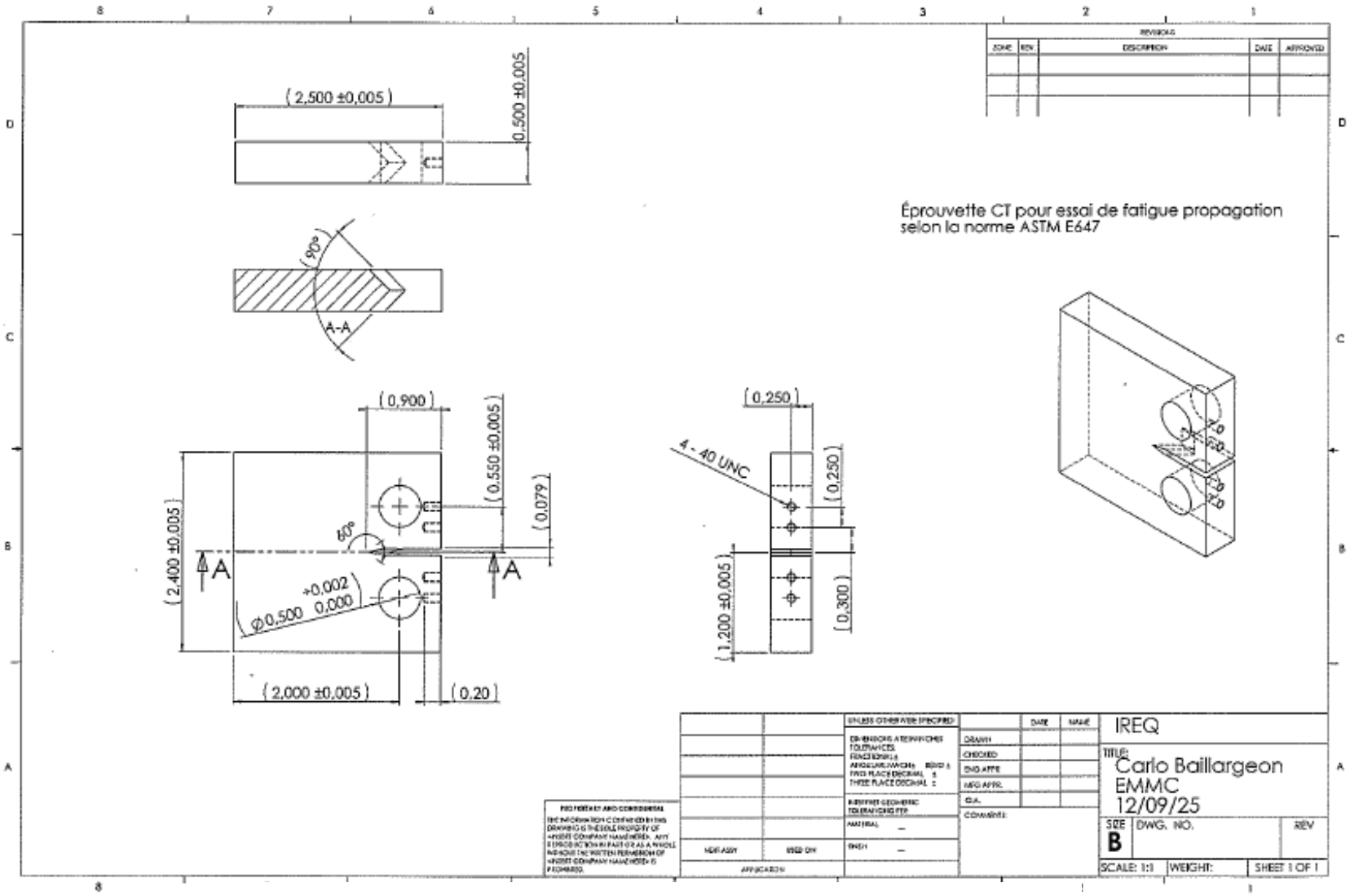


Figure B-3 : Dessin d'une éprouvette CT, selon la norme ASTM.E647-11