POLYPUBLIE

Effet de la prédéformation sur la CSC l'acier inoxydable 316L, mesuré en traction lente

Richard Chambon

Document en libre accès dans PolyPublie
Open Access document in PolyPublie

Date	2000
Type	Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis Mémoire de maîtrise/Master's thesis
URL de PolyPublie PolyPublie URL	https://publications.polymtl.ca/6949/
Conditions d'utilisation Terms of use	© Tous droits réservés / All rights reserved
Référence Citation	Chambon, R. (2000). Effet de la prédéformation sur la CSC l'acier inoxydable 316L, mesuré en traction lente [Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal]. PolyPublie. https://publications.polymtl.ca/6949/

Détails de la thèse
Thesis details

Directeurs de recherche Advisors	J. Ivan Dickson
Programme Program	Non spécifié

Ce fichier a été téléchargé à partir de PolyPublie, le dépôt institutionnel de Polytechnique Montréal
This file has been downloaded from PolyPublie, the institutional repository of Polytechnique Montréal
https://publications.polymtl.ca

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

EFFET DE LA PRÉDÉFORMATION SUR LA CSC L'ACIER INOXYDABLE 316L, MESURÉ EN TRACTION LENTE

RICHARD CHAMBON

DÉPARTEMENT DE GÉNIE PHYSIQUE

ET DE GÉNIE DES MATÉRIAUX

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION

DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES

NOVEMBRE 2000

@ Richard CHAMBON, 2000

National Library of Canada
Acquisitions and Bibliographic Services
395 Wellington Street
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Bibliothèque nationale du Canada
Acquisitions et services bibliographiques
395, rue Wellington
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Your file Votre référence

Our file Notre référence

The author has granted a non-exclusive licence allowing the National Library of Canada to reproduce, loan, distribute or sell copies of this thesis in microform, paper or electronic formats.

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque nationale du Canada de reproduire, prêter, distribuer ou vendre des copies de cette thèse sous la forme de microfiche/film, de reproduction sur papier ou sur format électronique.

The author retains ownership of the copyright in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur qui protège cette thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

0-612-65558-X

Canada

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé :

EFFET DE LA PRÉDÉFORMATION

SUR LA CSC L'ACIER INOXYDABLE 316L,

MESURÉ EN TRACTION LENTE

Présenté par : Richard CHAMBON

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

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

M. BAÏLON Jean Paul, Ph.D., membre

M. DICKSON J. Ivan, Ph.D., membre et directeur de recherche

M. ZHENG Wenyue, Ph.D., membre

Dédicace

Je tiens à dédier ce travail à ma famille,

et tout particulièrement à mon père.

Remerciements

Je voudrais tout d'abord remercier le Professeur J. Ivan Dickson, mon superviseur de mémoire, de m'avoir accueilli au département de génie physique et des matériaux et soutenu financièrement tout au long de mes études. Son aide, tant théorique que pratique, et ses directives m'ont été précieuses pour l'avancement de cette étude et un travail dans de bonnes conditions. Je voudrais aussi le remercier pour son aide lors de la rédaction de ce mémoire.

Je tiens aussi à remercier toutes les personnes du département de métallurgie que j'ai côtoyées pendant la durée de ma maîtrise pour leur support tant moral, que administratif ou technique. Je tiens à souligner l'aide constante et les conseils que m'ont apportés tous les techniciens du département, en particulier André Désilets et Carole Massicotte, avec qui j'ai eu plus l'occasion de travailler.

Je voudrais aussi remercier Messieurs les Professeurs Jean Paul Baïlon et J. Ivan Dickson de m'avoir permis d'être chargé de travaux pratiques et chargé de cours, pour l'expérience de 'professeur' que cela m'a apporté. Je voudrais aussi les remercier avec le Dr Wenyue Zheng d'avoir investi leur temps dans la lecture de ce mémoire.

Enfin, je tiens à remercier tout particulièrement Lhoucine Azzi, pour sa bonne humeur et son soutien moral, et toutes les discutions scientifiques ou non que nous avons eues autour de nos repas à la cafétéria.

Résumé

La corrosion sous contrainte est une cause de rupture pour de nombreuses pièces dans de nombreux environnements. Les aciers inoxydables austénitiques dans un milieu chloré chaud sont reconnus pour briser de manière fragile macroscopiquement bien qu'ils soient en d'autres circonstances très ductiles. Plusieurs modèles présentés dans la littérature montrent que les interactions entre la solution et la structure de dislocations jouent un rôle primordial dans la résistance à la CSC de ces aciers. Le but ultime de toutes recherches dans le domaine de la CSC est de soit trouver un matériau qui n'est pas sensible à la CSC, soit de faire en sorte que le matériau utilisé résiste mieux à la CSC.

Dans nos travaux, nous avons étudié l'influence de divers préécrouissages sur la résistance de l'acier inoxydable 316L en CSC dans un milieu de $MgCl_2$ bouillant à 154°C. Pour cela, nous avons utilisé six séries de trois éprouvettes. Elles correspondent tout d'abord à une série non prédéformée (utilisée comme référence), une autre déformée en traction (allongement de 5%), et enfin quatre séries en fatigue (deux à faible amplitude de déformation totale ±0.25% pour 50 et 500 cycles, et deux à forte amplitude de déformation totale ±0.75% pour 20 et 50 cycles). Chaque série comporte trois éprouvettes de surface et/ou géométrie différentes. La première éprouvette de chaque série est de section ronde avec un fini de surface brut d'usinage. Les deux autres

sont polies, la deuxième étant de section ronde comme la première, et la troisième de section carrée.

Les résultats ont été séparés et analysés en deux temps. La première étape a consisté en une étude de l'allongement total. La première constatation que nous avons faite, est en rapport avec le fini de surface. Plus les fissures secondaires sont nombreuses, plus l'allongement final est grand. En effet, nous avons montré que beaucoup de petites fissures accumulent plus de déformation plastique que quelques (ou une seule) grandes fissures. La plupart des éprouvettes avec un fini de surface brut d'usinage ont donc mieux résisté de part leur initiation de fissure facilitée partout sur leur fût.

La deuxième constatation faite est au niveau des différences de préécrouissage. Tout d'abord, nous avons remarqué que plus la prédéformation est grande et monotone, moins le matériau résiste à la CSC. Les éprouvettes prédéformées en traction ont ainsi présenté des résultats très inférieurs à ceux des autres. En fatigue, les éprouvettes prédéformées à une amplitude de ±0.75% ont moins bien tenu que les éprouvettes prédéformées à plus faible amplitude (±0.25%). Plus le nombre de cycles est grand, moins le matériau peut s'allonger en CSC, sauf pour le cas des éprouvettes à surface lisse prédéformées en fatigue à grande amplitude où la procédure expérimentale a eu une influence non-désirée mais très intéressante (déformation monotone très légère introduite).

La deuxième étape de nos travaux a consisté à l'étude fractographique des surfaces de rupture des éprouvettes carrées. Toutes les éprouvettes présentent une

fractographie en trois étapes consécutives. Elles correspondent approximativement aux trois stades typiques de la vitesse de propagation des fissures en CSC. La première étape est caractérisée par une rupture complètement transgranulaire, dans laquelle nous retrouvons la présence de microfacettes cristallographiques typiques de la propagation discontinue en CSC. Lors de la deuxième étape, la fissuration est à la fois transgranulaire et intergranulaire, la proportion de rupture intergranulaire augmentant avec l'avancée de la fissure et donc du facteur d'intensité de contrainte K. Cependant, au niveau des joints de grains, nous pouvons remarquer la présence d'initiation de rupture transgranulaire très cristallographique. Des précipités de ferrite δ sont aussi présents, ce qui explique le dégagement d'hydrogène lors des essais. Nous devons cependant faire remarquer que ces précipités sont en très faible nombre et en taille, et ne peuvent donc pas être associés à la cause principale de la rupture intergranulaire (qui est l'augmentation de K). Dans la troisième étape, la rupture présente des fissures secondaires macroscopiques et la fractographie présente vite une rupture ductile, qui correspond à la rupture finale ductile très rapide.

Nous déconseillons donc fortement toutes prédéformations monotones et en fatigue à forte amplitude cyclique. Une prédéformation cyclique à faible amplitude n'est pas très dommageable, et s'avère même bénéfique si nous prenons comme critère de tenue la contrainte maximum plutôt que l'allongement. Contrairement à d'autres travaux, nous n'avons pas obtenu d'amélioration indéniable pour le matériau prédéformé en fatigue à faible amplitude. Cependant, une prédéformation à faible amplitude semble cependant potentiellement représenter un moyen de faire face à la CSC, c'est pourquoi

nous recommandons que d'autres essais soient faits à faibles amplitudes avec plusieurs méthodes expérimentales (contrainte imposée, plusieurs vitesses de déplacement imposées).

Abstract

Many components fracture in different environments because of the stress corrosion cracking (SCC) phenomenon. Austenitic stainless steels are usually very ductile, but it is well known that, when they are in an environment which contains hot chloride, they can undergo SCC. A great number of the SCC models from the literature show that the interactions, between the solution and the structure of the dislocations, are very important for this type of steel. The aim of any research in the SCC field is to find either a material in which SCC does not occur, or to find a way to decrease the amount of cracking in a given material.

In the present investigation, we have studied the influence of different pre-strains on the SCC of a 316L stainless steel subjected to slow strain rate testing in a 154°C boiling magnesium chloride solution. For this study, we employed six groups of three specimens. The first group consists of non-pre-strained specimens, the second consists of specimens pre-strained 5% in tension,. The four last groups were per-strained by cyclic deformation with two different total amplitudes (±0.25% and ±0.75%) and two different number of cycles for each amplitude (50 or 500 cycles and 20 or 50 cycles, respectively). In each group, there were three specimens with different surface and /or design. The first was cylindrical and the surface was not polished, the second was

cylindrical and chemically polished, and finally the last group had a square cross-section and was chemically polished.

As concerns the total elongation and the maximum stress attained in the specimens, two conclusions can be drawn. The first one deals with the influence of the surface of the samples. When they are more secondary cracks, the total elongation is greater. In fact, we showed that many small cracks result in a plastic elongation greater than when there are only a few (or just one) large cracks. This effect explain why the specimens with an unpolished surface usually had a better resistance to the SCC fracture in these tests.

The second effect clearly shown concerns the influence of the different pre-strains. First a monotonic pre-strain was found to reduce the resistance to SCC. All of the 5% monotonic pre-strain specimens had a low total elongation .In the same way, the cyclic pre-strained specimens with high amplitude (±0.75%) had a lower resistance compared with those cycled at low amplitude ones (±0.25%). When the number of cycles was larger, the elongation in SCC was lower, except for the high amplitude cyclic pre-strained specimens with a polished surface, for which the experimental procedure played an unexpected but interesting role. In fact, a non-negligible monotonic deformation was introduced during the pre-strain of these specimens.

The fractographic study of the square-shaped and polished specimens was the second part of our work. For all these specimens, the cracking fractography can be separated into three consecutive steps. Each step should approximately correspond to a

stage of the crack velocity versus stress intensity factor K three stage curve. In the first stage, the fracture is completely transgranular, and we can find typical crystallographic microfacets of SCC. In the second stage, the cracking process is both transgranular and intergranular. The proportion of intergranular cracking increases with the length of the crack and with increasing K. It was noticed, that on the intergranular facets some crystallographic transgranular cracking initiated. The presence of δ-ferrite at the grain boundaries was also found and suspected of being the cause of the gas-hydrogen release during the tests. But the δ-ferrite present is too small amount to be the principal cause of the intergranular cracking. In the last stage, most of the macro-cracking initiated was intergranular, before the final fracture portion by rapid ductile cracking.

The results of our study indicate that a monotonic or a high amplitude cyclic pre-strain decreases the life of the 316L stainless steel in SCC. A low amplitude cyclic pre-strain had a small deliterious on the SCC of the steel. If we are condidering the maximum stress as the criterium for SCC resistance, a low amplitude cyclic prestrain increases this resistance. We did not find a clearly increased SCC life for the any low amplitude cyclic pre-strained specimens. It is therefore recommended that the effect of even lower levels of cyclic pre-straining be tested as these have a greater chance of increasing the SCC life. The influence of the strain rate during slow strain rate testing and the influence of cyclic prestraining in stress-controlled tests should be studied too.

Table des matières

DÉDICACE ..... **IV**

REMERCIEMENTS ..... **V**

RÉSUMÉ ..... **VI**

ABSTRACT ..... **X**

TABLE DES MATIÈRES ..... **XIII**

LISTE DES FIGURES ..... **XVII**

LISTE DES TABLEAUX ..... **XXV**

LISTE DES ANNEXES ..... **XXVI**

INTRODUCTION **1**

1 REVUE DE LA LITTÉRATURE **4**

1.1. INTRODUCTION **4**

1.2. LA CSC **7**

1.2.1. CSC des aciers inoxydables ***7***

1.2.1.1. Fractographie 8

1.2.1.2. Cristallographie....9

1.2.2. Mécanisme de fissuration par CSC *12*

1.2.2.1. Modèles liés à la dissolution....13

1.2.2.2. Interaction entre dissolution et plasticité....20

1.3. FRAGILISATION À L'HYDROGÈNE **30**

1.3.1. H dans les alliages de fer *30*

1.3.1.1. Propriétés générales de l'hydrogène dans les aciers 30

1.3.1.2. Transport de l'hydrogène par les dislocations....33

1.3.1.3. Adsorption et entrée de l'hydrogène....34

1.3.2. Effet de l'hydrogène sur la plasticité *37*

1.3.3. Mécanismes de rupture due à l'hydrogène *38*

1.3.3.1. Modèle de transport 38

1.3.3.2. Théorie de la pression interne....39

1.3.3.3. Modèles liés au glissement....39

1.3.3.4. Énergie de surface....40

1.3.3.5. Clivage induit par l'hydrogène 40

1.3.3.6. Formation d'hydrure 42

1.3.3.7. Théorie de la décohésion....43

1.3.3.8. Modèle lié au changement de structure....45

1.4. INFLUENCE D'UN PRÉÉCROUISSAGE SUR LA CSC **46**

1.4.1. Déformation monotone..... *46*

1.4.2. Déformation cyclique *51*

1.4.3. Modélisation de l'influence sur le comportement en CSC des deux types de préécrouissages *53*

1.5. CONCLUSION 57

2 PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE 58

2.1. LE MATÉRIAU 58

2.2. LA PRÉPARATION DES ÉPROUVETTES 60

2.3. PRÉÉCROUISSAGE 61

2.3.1. Les différents préécrouissages choisis *61*

2.3.2. Les dispositifs *63*

2.4. DISPOSITIF DE CSC 68

2.5. FRACTOGRAPHIE 72

3 RÉSULTATS 73

3.1. COURBE DE PRÉÉCROUISSAGE 74

3.1.1. Courbes de traction *74*

3.1.2. Courbes de fatigue *74*

3.2. COURBE DE CSC 78

3.2.1. Résultats bruts *78*

3.2.2. Résultats corrigés *89*

4 DISCUSSION 97

4.1. DÉFORMATION DES ÉPROUVETTES EN CSC 97

4.1.1. Influence de l'état de surface 98

4.1.2. Influence de la prédéformation 102

4.1.2.1. Prédéformation en traction 102

4.1.2.2. Prédéformation en fatigue 103

4.1.3. Critère de contrainte maximum 110

4.2. VITESSE DE FISSURATION 112

4.3. FRACTOGRAPHIE 114

4.3.1. Éprouvettes rondes 114

4.3.2. Éprouvettes carrées 114

4.3.2.1. Direction de propagation des fissures et rupture finale 115

4.3.2.2. Évolution microscopique de la fractographie 116

CONCLUSION 140

RÉFÉRENCES 148

Liste des figures

Figure 1 - 1 : Domaine d'application de la CSC 7

Figure 1 - 2 : Influence de la vitesse de déformation sur la contrainte maximum en traction pour un acier 316 dans un milieu $MgCl_2$ à 153°C [3] 10

Figure 1 - 3 : Schéma des principaux détails microfractographiques de la CSC 10

Figure 1 - 4: Évolution du courant anodique en fonction du potentiel électrochimique [8] 16

Figure 1 - 5: Formation du film passif par déprotonation de l'eau [17] 16

Figure 1 - 6 : Représentation schématique du modèle par rupture fragile du film de surface [] 17

Figure 1 - 7 :Schéma représentant la corrosion sur les traces de glissement [] 18

Figure 1 - 8 : Modèle de corrosion par tunnel 19

Figure 1 - 9 : Modèle de Galvele [23] 20

Figure 1 - 10 : Modèle lié à l'effet de lacunes [24] 21

Figure 1 - 11 : Clivage induit par rupture du film [25] 22

Figure 1 - 12 : Schéma du modèle proposé par Magnin [3] 27

Figure 1 - 13 : Arrangement des dislocations en fond de fissure [32] 28

Figure 1 - 14 : Formation d'empilements à l'interface existant entre la zone durcie et la zone adoucie [34] 28

Figure 1 - 15 : Évolution de l'empilement des dislocations avec la diffusion de l'hydrogène en fond de fissure [35]. 29

Figure 1 - 16 : Solubilité de l'hydrogène dans les aciers inoxydables [39] 31

Figure 1 - 17 : Coefficient de diffusion de l'hydrogène dans les aciers inoxydables 32

Figure 1 - 18: Variation du potentiel au fond de fissure [Ateya] 36

Figure 1 - 19 : Modèle du clivage induit par l'hydrogène [60] 42

Figure 1 - 20 : Modèle basé sur la formation d'hydrures [] 43

Figure 1 - 21 : Modèle de la décohésion due à l'hydrogène [66] 45

Figure 1 - 22 : Effet du taux d'écrouissage sur la vitesse de fissuration de CSC [73]. 48

Figure 1 - 23 : Allongement à la rupture en CSC pour des échantillons de 316L non préécrouis ou préécrouis en traction 49

Figure 1 - 24 : Fûts du 316L polycristallin et monocristallin (orientation <110>) 50

Figure 1 - 25 : Allongement à la rupture en CSC pour des échantillons de 316L non préécrouis ou préécrouis en fatigue....52

Figure 1 - 26 : Évolution du potentiel libre sur polycristaux en CSC [8]....55

Figure 1 - 27 : Structures de dislocations obtenues par Dickson et al [76]....56

Figure 1 - 28 : Structure de dislocation obtenue par Chambreuil [8]....56

Figure 2 - 1 : Microstructure de l'acier inoxydable austénitique 316L utilisé (avant prédéformation)....59

Figure 2 - 2 : Schéma des éprouvettes de CSC....61

Figure 2 - 3 : Courbe $\Delta\sigma$ en fonction du nombre de cycles à différentes températures....66

Figure 2 - 4 : Schéma du montage de fatigue....67

Figure 2 - 5 : Schéma du montage de CSC....70

Figure 2 - 6 : Photo du montage de CSC....71

Figure 3 - 1 : Prédéformation en fatigue de 0.75%, 20 cycles....76

Figure 3 - 2 : Prédéformation en fatigue de 0.75%, 50 cycles....76

Figure 3 - 3 : Prédéformation en fatigue de 0.25%, 50 cycles 77

Figure 3 - 4 : Prédéformation en fatigue de 0.25%, 500 cycles 77

Figure 3 - 5 : Résultat brut d'un essai de CSC. (rond brut 0.25% 500 cycles) 84

Figure 3 - 6 : Expansion thermique de la machine 85

Figure 3 - 7 : Comparaison de résultats bruts (rond brut, sans prédéformation) 86

Figure 3 - 8 : Schéma de l'allongement dû à l'alignement 87

Figure 3 - 9 : Courbe de l'angle de désalignement et de la déformation de réalignement en fonction de la force. 88

Figure 3 - 10 : Résultat brut d'un essai de CSC. (carré lisse 0.25% 500 cycles) 88

Figure 3 - 11 : Courbes de CSC corrigées pour les éprouvettes rondes brutes 93

Figure 3 - 12 : Courbes de CSC corrigées pour les éprouvettes rondes lisses 94

Figure 3 - 13 : Courbes de CSC corrigées pour les éprouvettes carrées lisses 95

Figure 3 - 14 : Fût d'une éprouvette avec étirement plastique final localisé 96

Figure 3 - 15 : Fût d'une éprouvette sans étirement plastique final localisé 96

Figure 4 - 1 : Fût d'une éprouvette ronde brute (éprouvette 0.25% 50 cycles) 100

Figure 4 - 2 : Fût d'une éprouvette ronde lisse (éprouvette 0.25% 500 cycles) 100

Figure 4 - 3 : Fût d'une éprouvette ronde lisse (éprouvette 0%) 101

Figure 4 - 4 : Courbe de la vitesse de propagation (da/dt) en fonction du facteur d'intensité de contrainte (K) [3] 101

Figure 4 - 5 : Fût d'une éprouvette ronde brute (éprouvette 0%) 105

Figure 4 - 6 : Fût d'une éprouvette ronde brute (éprouvette 0.25% 500 cycles) 105

Figure 4 - 7 : Vue microscopique du fût d'une éprouvette ronde brute (0.25% 500 cycles) 106

Figure 4 - 8 : Vue microscopique du fût d'une éprouvette ronde brute (0.25% 50 cycles) 107

Figure 4 - 9 : Avancée de la fissure en fonction de la déformation 113

Figure 4 - 10 : Vue d'ensemble de la surface de rupture (carrée lisse 0.75% 20 cycles) 116

Figure 4 - 11 : Vue du début de la surface de rupture (carrée lisse 0.75% 20 cycles) ... 117

Figure 4 - 12 : Vue de la surface de rupture au milieu de la propagation de la fissure (carrée lisse 0.75% 20 cycles) 118

Figure 4 - 13 : Vue de la fin de la surface de rupture (carrée lisse 0.75% 20 cycles) 118

Figure 4 - 14 : Zone 1 de la figure 4.10, à 25 µm du bord (carrée lisse 0.75% 20 cycles) 121

Figure 4 - 15 : Agrandissement de la figure 4.14 (carrée lisse 0.75% 20 cycles) 121

Figure 4 - 16 : Fissuration par microfacette, à 160 µm du bord (carrée lisse 0.75% 20 cycles) 122

Figure 4 - 17 : Fissuration transgranulaire hybride, à 270 µm du bord (carrée lisse 0.75% 20 cycles) 122

Figure 4 - 18 : Fissuration intergranulaire, à 1.6 mm du bord (carrée lisse 0.75% 20 cycles) 125

Figure 4 - 19 : Analyse chimique par RX au MEB. a) sur tout l'échantillon, b) sur une particule aux joints de grains 126

Figure 4 - 20 : Fissuration transgranulaire initiée à un joint de grain, à 2.1 mm du bord (carrée lisse 0.75% 20 cycles) 127

Figure 4 - 21 : Fissuration transgranulaire initiée à un joint triple, à 1.45 mm du bord (carrée lisse 0.75% 20 cycles) 127

Figure 4 - 22 : Petite fissuration transgranulaire initiée à un joint de grain, à 2 mm du bord (carrée lisse 0.75% 20 cycles) 128

Figure 4 - 23 : Aspect rugueux d'un joint de grain, à 2,3 mm du bord (carrée lisse 0.75% 20 cycles) 128

Figure 4 - 24 : Agrandissement du coin inférieur gauche de la figure 4.23, à 2,3 mm du bord (carrée lisse 0.75% 20 cycles) 129

Figure 4 - 25 : Fissuration de la ferrite δ obtenue par Wu [16] 129

Figure 4 - 26 : Zone avec fissure secondaire et rupture finale (carrée lisse 0.75% 20 cycles) 131

Figure 4 - 27 : Fissure secondaire macroscopique par rupture intergranulaire (carrée lisse 0.75% 20 cycles) 131

Figure 4 - 28 : Petite fissure secondaire juste avant la rupture finale (carrée lisse 0.75% 20 cycles) 132

Figure 4 - 29 : Premières demi-cupules du déchirement ductile final (carrée lisse 0.75% 20 cycles) 132

Figure 4 - 30 : Fissuration secondaire microscopique dans la zone de rupture transgranulaire initiale (carrée lisse 5% traction) 136

Figure 4 - 31 : Quasi-inexistance de fissuration secondaire microscopique dans la zone de rupture transgranulaire initiale (carrée lisse 0.25% 500 cycles) 137

Figure 4 - 32 : Faible fissuration secondaire microscopique dans la zone de rupture transgranulaire initiale (carrée lisse 0%) 137

Figure 4 - 33 : Fissuration transgranulaire initiée à un joint de grain (carrée lisse 5% traction) 139

Figure 4 - 34 : Fissuration transgranulaire initiée à un joint de grain (carrée lisse 0%) 139

Liste des tableaux

Tableau 1 - 1 : Revue bibliographique des différentes facettes cristallographiques observées sur le faciès de CSC des aciers inoxydables austénitiques [Chambreuil 97] 11

Tableau 2 - 1 : Composition de l'acier inoxydable austénitique 316L utilisé 58

Tableau 3 - 1 : Caractéristique élastique du matériau 74

Tableau 3 - 2 : Tableaux récapitulatifs des données de CSC (classement par surface) .. 90

Tableau 3 - 3 : Tableaux récapitulatifs des données de CSC (classement par prédéformation) 91

Liste des annexes

Annexe A : Fûts des éprouvettes brutes rondes.....156

Annexe B : Fûts des éprouvettes lisses rondes.....158

Annexe C : Fûts des éprouvettes lisses carrées.....161

INTRODUCTION

La corrosion sous contrainte (CSC) est un phénomène reconnu depuis maintenant plus de 50 ans. En 1971 Scully [1] décrivait déjà l'importance accordée à ce phénomène. Les conséquences d'une rupture engendrée par une fissuration par CSC peuvent être très grave (avion en service, ...) ou très coûteuses (générateur de vapeurs dans les centrales nucléaires, ...).

Ainsi beaucoup de recherches ont été effectuées pour tenter soit de trouver des métaux non sensibles à la CSC dans un environnement correspondant à une application donnée, soit de comprendre les mécanismes de fissuration afin de prédire la durée de vie des pièces en service. Ces travaux ont mené leurs différents auteurs à proposer des modèles qui décrivent la CSC. Ces modèles ont bien entendu évolué au fil des années et des travaux effectués.

Notre étude porte sur la résistance de l'acier inoxydable 316L face à la CSC. Cet acier est très employé dans l'industrie, pour justement son caractère inoxydable et sa résistance à la corrosion en général. Cependant, la présence de Cl est un poison pour cet acier, et favorise la CSC. Or pour beaucoup d'applications, le chlore peut être soit obligatoirement soit involontairement présent. Que ce soit pour éviter des catastrophes, ou des dommages très coûteux, pouvoir améliorer la résistance de l'acier inoxydable 316L à la CSC, serait d'un grand avantage.

Comme nous le verrons dans la recherche bibliographique, les interactions entre le matériau et son environnement sont un point crucial. Donc, si l'environnement est très important (couche protectrice présente ou non, concentration d'éléments facilitant la CSC ...), il est malheureusement souvent imposé par l'application donnée. Une manière de prévenir la CSC serait donc d'agir sur le matériau lui-même.

Nous avons ainsi étudié dans nos travaux l'influence de divers préécrouissages. Des éprouvettes témoins sans préécroissage ont aussi été testées. Deux types de préécrouissages ont été choisis : traction et fatigue symétrique (R = -1).

Le but de notre recherche était de savoir si un préécrouissage quelconque pouvait augmenter la résistance de l'acier inoxydable à la CSC.

Ce mémoire débute donc avec une revue de la littérature sur les différents modèles proposés pour expliquer le phénomène de CSC. Nous décrivons ensuite les différentes expériences menées et ainsi que leur procédure. Dans une troisième partie,

nous présentons les résultats bruts et leur dépouillement. Un accent particulier est apporté sur les précautions à prendre avant de pouvoir analyser ces mêmes résultats. Dans le chapitre 4, nous discuterons des renseignements que nous apportent les résultats bruts, à savoir quelle est l'influence de chaque type de préécrouissage sur le comportement en CSC. Enfin, nous conclurons sur quel type de préécrouissage est indésirable ou alors plutôt souhaitable.

CHAPITRE 1

1 REVUE DE LA LITTÉRATURE

1.1. Introduction

Le domaine dans lequel le phénomène de CSC s'applique est illustré sur la figure 1-1. La rupture par CSC correspond à une synergie des phénomènes de corrosion et de contraintes appliquées pour un métal dans un environnement donné. La CSC peut se produire à des niveaux de contraintes inférieures à la limite d'élasticité.

Aujourd'hui comme en 1971 [1], la CSC n'est que partiellement comprise. La seule affirmation possible est de dire que ce type de rupture dépend du système métal – environnement – contrainte. Il n'y a pas de mécanisme unique valable dans tous les cas. La fractographie des surfaces de rupture est là pour le démontrer. Le recueil des articles de la conférence «Corrosion – Deformation Interactions CDI 96» [2] peut être cité comme exemple parmi de nombreuses références possibles.

Le nombre d'alliages grandissant, l'étude de la CSC n'en est que plus compliquée. En fait dans une étude en CSC, trois domaines sont à considérer : corrosion, métallurgie et mécanismes de ruptures. C'est en fait là que réside le plus grand problème de la CSC, quelle est l'importance relative de chacun de ces domaines dans la rupture. De plus il paraît évident que la part de chacun d'eux dépend aussi du système en cause.

Un autre paramètre, et non le moindre, influençant la CSC n'a pas été mentionné jusqu'à ic. C'est le temps ou plutôt la cinétique des phénomènes. En effet, que ce soit d'un point de vue électrochimique ou mécanique, la diffusion d'espèces chimiques depuis ou vers le font de fissure, et la compétition entre le nombre de traces de glissement émergeant sur les bords de la fissure en fonction du temps de repassivation sont deux exemples qui montrent bien l'influence du temps sur la CSC.

Il est donc important de comprendre en détail à quoi correspond la CSC. C'est pourquoi quelques exemples de CSC dans le cas des aciers inoxydables (qui nous intéressent plus particulièrement) seront présentés. Nous analyserons ensuite plus en détail les surfaces de rupture obtenues dans le cas des aciers inoxydables (d'un point de vue fractographique et cristallographique). Enfin nous décrirons les différents modèles des mécanismes de rupture proposés dans la littérature.

La fragilisation à l'hydrogène est un mécanisme de rupture qui sera traité séparément pour trois raisons. Premièrement, ce mécanisme n'implique pas forcément la présence de la corrosion. Il ne fait donc pas partie au sens strict du terme de la CSC. Deuxièmement, la contribution de l'hydrogène dans la rupture peut se traduire de

différentes manières qu'il serait impossible de décrire en quelques mots seulement. Enfin la fragilisation à l'hydrogène et la CSC peuvent avoir lieu en même temps comme deux mécanismes superposés voir en synergie.

Le but ultime d'une étude de CSC est de comprendre comment la rupture s'est produite pour pouvoir soit l'empêcher soit la prédire avec le plus d'exactitude dans le temps, comme il l'a été dit au début de ce chapitre. Pour cela une compréhension des divers paramètres est nécessaire. Nous décrirons donc plusieurs paramètres ainsi que leur influence sur la tenue en CSC. Le cas d'un préécrouissage sera étudié plus particulièrement.

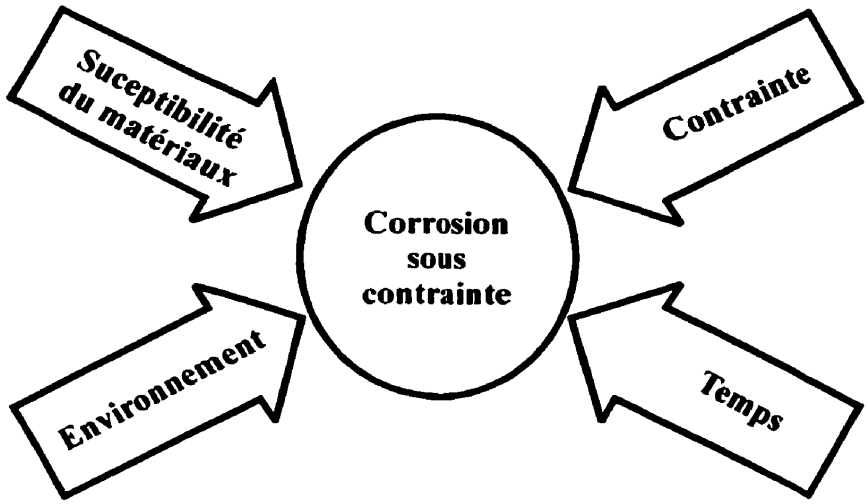


Figure 1 - 1 : Domaine d'application de la CSC

1.2. La CSC

1.2.1. CSC des aciers inoxydables

Les aciers inoxydables sont des métaux normalement ductiles. Quand il y a CSC, les aciers inoxydables ont un comportement fragile d'un point de vue macroscopique. De plus en présence de CSC leurs propriétés mécaniques sont transformées. L'allongement et la diminution de section à la rupture sont de beaucoup diminués. Un

exemple très connu est la mauvaise tenue des aciers inoxydables austénitiques dans un milieu $MgCl_2$.

1.2.1.1. Fractographie

La présence d'un milieu corrosif n'entraîne pas forcément la CSC. En effet si la vitesse de fissuration est trop importante, alors la corrosion n'a plus le temps d'agir au niveau du fond de fissure. La figure 1–2 montre bien qu'avec une vitesse de déformation trop grande, le comportement d'un acier 316 dans un milieu $MgCl_2$ redevient ductile [3].

Une étude fractographique de la surface de rupture typique obtenue en CSC des aciers inoxydables a été réalisée par Dickson et al [4]. La figure 1–3 montre schématiquement l'ensemble des différentes topographies observées en général. Le caractère primordial à noter est la discontinuité de la fissuration. La présence de lignes de rivières, de ligaments et de microfacettes est généralement très importante. Cependant les détails de la fissuration sont souvent très fins. Pour bien voir ces détails, il faut employer un grossissement suffisamment élevé et des conditions de travail favorisant une bonne résolution.

Cependant la rupture n'est pas toujours transgranulaire. En effet Magnin et Russell et al [3, 5] ont montré que la proportion de rupture intergranulaire augmente avec la force des sollicitations dans le cas de l'acier inoxydable.

1.2.1.2. Cristallographie

Comme la figure 1 – 3 le suggère, les microfacettes observées lors de la rupture en CSC sont très géométriques. En fait, elles suivent des plans cristallographiques très précis. L'orientation de ces microfacettes diffère suivant les auteurs. Deux revues détaillées ont été faites par Meletis et Hochmann [6] et Dickson et al [7]. Un récapitulatif des observations faites par différents auteurs sur les aciers inoxydables austénitiques est donné par le tableau 1-1 [8].

Les surfaces de rupture sont en général très accidentées. C'est pourquoi Dickson [7] propose de travailler sur des paires stéréographiques de micrographies (environ 6° d'inclinaison) pour avoir une meilleure idée du relief. De même pour augmenter la netteté et la précision, une faible distance de travail (approximativement de 10mm) est recommandé par l'auteur lors des observations au microscope électronique à balayage (MEB). Pour avoir une bonne définition, il est aussi nécessaire de diminuer l'intensité du faisceau d'électrons.

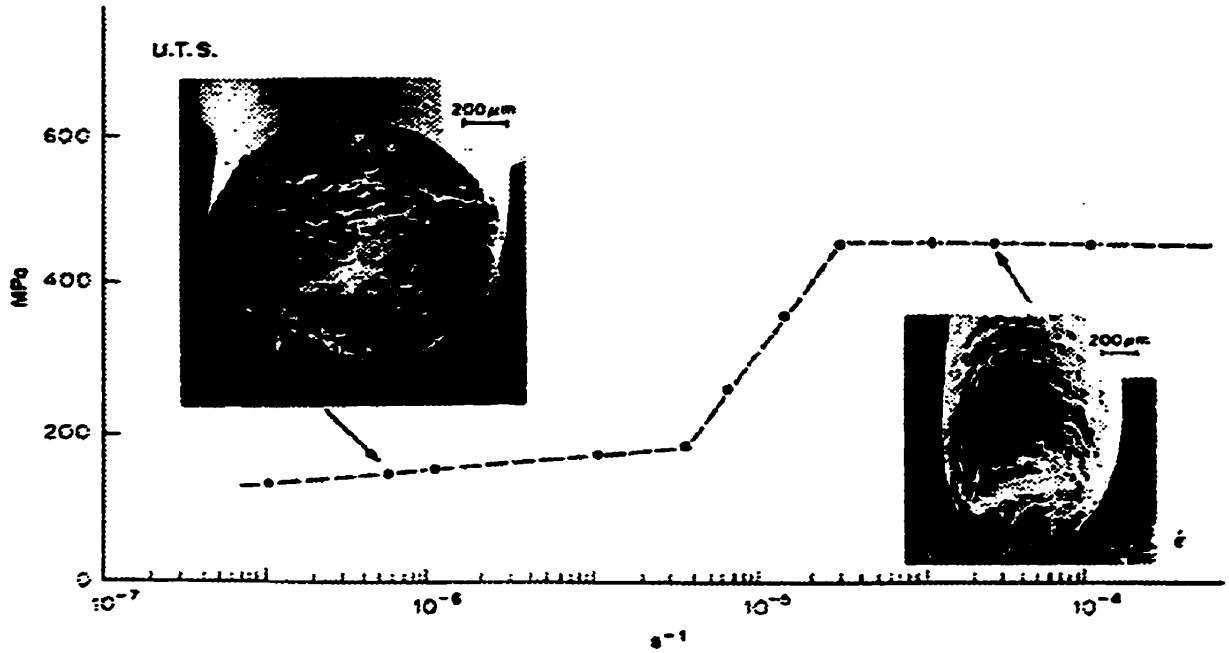


Figure 1 - 2 : Influence de la vitesse de déformation sur la contrainte maximum en traction pour un acier 316 dans un milieu $MgCl_2$ à 153°C [3]

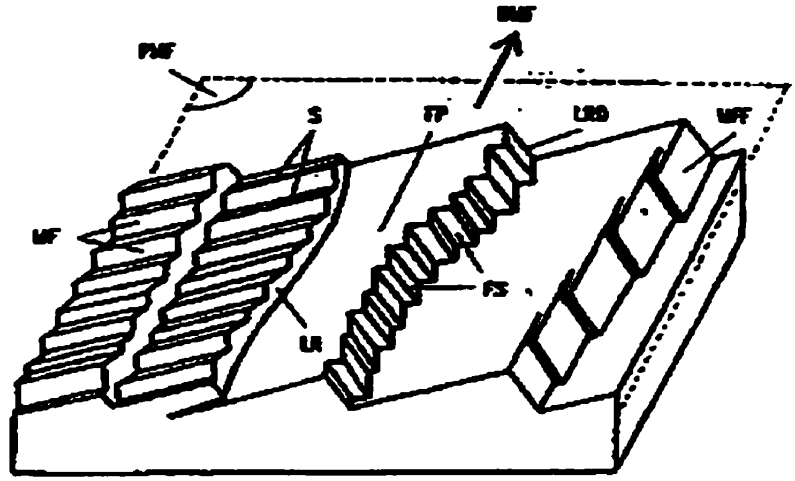


Figure 1 - 3 : Schéma des principaux détails microfractographiques de la CSC Facettes primaires (FP), stries (s), lignes de rivières (LR), lignes de rivières dentelées (LRD), facettes secondaires (FS), microfacettes (MF), microfacettes en feuillets (MFF). Le plan moyen et la direction moyenne sont notés PMF et DMF respectivement. [4]

Tableau 1 - 1 : Revue bibliographique des différentes facettes cristallographiques observées sur le faciès de CSC des aciers inoxydables austénitiques [8]

Alliages	Milieux	Technique d'analyse des facettes	Orientation cristallographique	Références
Fe-20Cr-20Ni Fe-20Cr-12Ni 304	$MgCl_2$ à 154°C	2 surfaces trace analysis	{100}+petites facettes cristallographiques	Reed & Paxton (1962)
304	$MgCl_2$ à 154°C	paires stéréo sur répliques d'oxyde	{110} ou{100}	Nielsen (1964)
304 & 304L	$MgCl_2$ à 154°C		{111}	Louthan (1965)
316	$MgCl_2$ à 154°C	étude MET de répliques d'oxyde	{110} ou{100} et alternance sur {111}	Nielsen (1970)
304	H_2SO_4 / NaCl $MgCl_2$ à 154°C	2 surfaces trace analysis	{111} {110}	Harston & Scully (1970)
316	$MgCl_2$ à 154°C	2 surfaces trace analysis		Marek & Hochman (1971)
310 316	$MgCl_2$ à 154°C & LiCl à 150°C	MEB	amorçage <111>{110}	Scamans & Swann (1978)
Fe-25Cr-20Ni monocristaux	$MgCl_2$ à 154°C	2 surfaces trace analysis	{100}	Ahlers & Rieke (1978)
304	$MgCl_2$ à 154°C	figures d'attaque	Proche de {100}	Mukai (1978)
310 304	$MgCl_2$ à 154°C	photogrammétrie	{100} {211} & {110}	Liu et al. (1980)
304	$MgCl_2$ à 154°C	figures d'attaque	{110}<110> parfois {111} & {100}	Kuwano et coll. (1980)
304	$MgCl_2$ à 154°C		{100} ou {110}	Nakayama & Takano
310 316	$MgCl_2$ à 154°C		{100} {210} & {310}	Silcock (1981)
304L	$MgCl_2$ à 154°C	photogrammétrie	facettes primaires {100} & facettes secondaires {110}	Meletis & Hochmann (1986)
310 faible K 310 Kélevé	$MgCl_2$ à 154°C	figures d'attaque	{100}<110> parfois{100}<001> {111}	Dickson et coll. (1987)
316 faible K 316 K élevé	$MgCl_2$ à 154°C	figures d'attaque	{100}, parfois {111} microfeuillets {111}	Shiquiong et coll. (1989)
316	$MgCl_2$ à 154°C	figures d'attaque	facette primaire {100} & cisaillement sur {111}	Magnin et coll. (1990)
304L 316L	$MgCl_2$ à 154°C acide borique + chlorures	figures d'attaque	{100}<100> {100}<110> {110}<110> facettes secondaires {111}	Olive (1992)

1.2.2. Mécanisme de fissuration par CSC

Comme nous avons pu le voir dans les deux paragraphes précédents, les surfaces de rupture en CSC peuvent être très différentes d'un cas à l'autre ou paraître très différentes suivants les conditions d'observation. C'est ainsi que plusieurs modèles de mécanisme de CSC ont été proposés pour tenter d'expliquer les différents résultats. Depuis un demi-siècle que la CSC est étudiée, beaucoup de modèles de CSC ont été proposés. Plusieurs auteurs ont déjà regroupé ces modèles lors de la parution de diverses publications au cours de ces 30 dernières années [9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 8, 16]. Nous décrierons donc brièvement la plupart des modèles, en insistant plus particulièrement sur deux d'entre eux : *film induced clivage et enhanced plasticity model.* Tout ce qui est relatif à la fragilisation à l'hydrogène sera traité plus en détail dans le chapitre suivant.

Comme nous l'avons dit dans l'introduction la CSC est basée sur l'interaction de plusieurs mécanismes d'endommagement du matériau : la corrosion, la contrainte. Les différents modèles de CSC proposées dans la littérature peuvent être séparés en deux groupes : ceux qui sont basés sur la dissolution seulement, et ceux qui prennent aussi en compte la déformation plastique en fond de fissure. Nous traiterons donc les mécanismes de rupture proposés dans la littérature suivant cette optique.

1.2.2.1. Modèles liés à la dissolution

Les modèles suivants sont parmi les premiers qui ont été proposés. Ils sont basés sur le principe d'une corrosion localisée.

1.2.2.1.1. Électrochimie et film passif

La formation du film passif se produit par dissolution anodique. A l'interface métal environnement les deux réactions suivantes se produisent :

$M^n \rightarrow M^{n+} + n\ e^-$ réaction de dissolution (A)

où n est la valence de l'ion stable.

$2\ H_2O + 2\ e^- \rightarrow H_2 + 2\ OH^-$ réduction de l'eau (K)

$2\ H^+ + 2\ e^- \rightarrow H_2$ ... en milieu acide

$O_2 + 2\ H_2O + 4\ e^- \rightarrow 4\ OH^-$ réduction de l'oxygène

$O_2 + 4H^+ + 4\ e^- \rightarrow 2\ H_2O$ ... en milieu acide

Le potentiel chimique E relié à ces deux réactions est défini par la variation d'enthalpie libre $-\Delta G$ des atomes qui passent de l'état solide à ion solvaté.

$$-\Delta G = n.E.F$$

Le courant de dissolution I correspondant au nombre d'atomes dissous par unité de temps, est défini par $I \propto \exp(-\Delta G^*/RT)$, où $-\Delta G^*$ est l'énergie d'activation.

Si l'état est stationnaire, le courant anodique (réaction A) est égal à l'opposé du courant cathodique (réaction K). Ceci défini un potentiel de corrosion E_{corr}. Si le potentiel E varie par rapport à cette valeur, alors une des deux réactions A ou K sera favorisée.

En CSC dans tous les modèles où la dissolution joue un rôle, c'est la réaction anodique qui est favorisée (pour permettre la dissolution du métal). La figure 1–4 illustre la variation du courant anodique en fonction du potentiel. Les réactions à l'interface métal – environnement peuvent être de 5 types suivant le potentiel E, dans chaque domaine une réaction sera prépondérante :

- $E < E_{th}$, adsorption d'hydrogène $H^+ + e^- + M \rightarrow MH_{ads}$
- $E_{th} < E < E_p$, dissolution généralisée (A)
- $E_p < E < E_{pp}$, domaine prépassif
- $E_{pp} < E < E_{tp}$, formation d'un film passif
- $E_{tp} < E$, domaine transpassif, apparition de piqûres de corrosion.

Les cations M^{n+} produit lors de la dissolution anodique (A) peuvent être transformés en hydroxydes et oxydes comme illustrée par les réactions suivantes :

$M^{n+} + n\ H_2O \rightarrow M(OH)_n + n\ H^+$ formation d'un hydroxyde

$2\ M^{n+} + n\ H_2O \rightarrow M_2O_n + 2n\ H^+$ formation d'un oxyde

La formation de ces oxydes et hydroxydes est suffisamment bien agencée de manière à rendre à rendre quasi-impossible la diffusion des cations. La corrosion est ainsi diminuée voir stoppée, et le film passif est formé. La composition du film va progressivement varier, pour se transformer en oxydes par déprotonation. Une étude du film passif a été conduite par Marcus [17] sur sa composition en oxydes, et dans le cas des aciers inoxydables [18]. La formation typique d'un film passif est représentée sur la figure 1–5. Marcus a aussi noté dans le cas des aciers inoxydables un enrichissement en Cr important en surface en milieu produisant la CSC.

Tout événement qui vient endommager le film passif va entraîner une déstabilisation de celui-ci et une corrosion préférentielle à l'endroit correspondant. Ce modèle est particulièrement attrayant dans le cas des aciers inoxydables puisqu'il y a formation d'un film protecteur [19]. Les trois paragraphes suivants illustrent trois modèles de CSC qui sont basés sur l'endommagement du film passif.

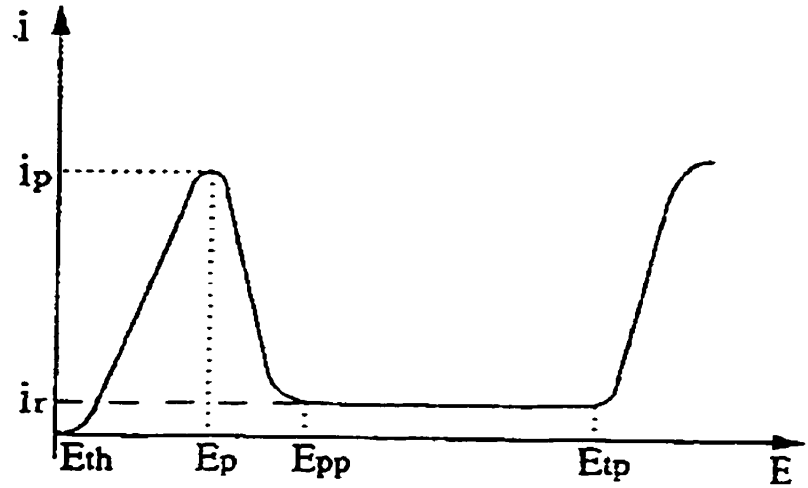


Figure 1 - 4: Évolution du courant anodique en fonction du potentiel électrochimique [8]

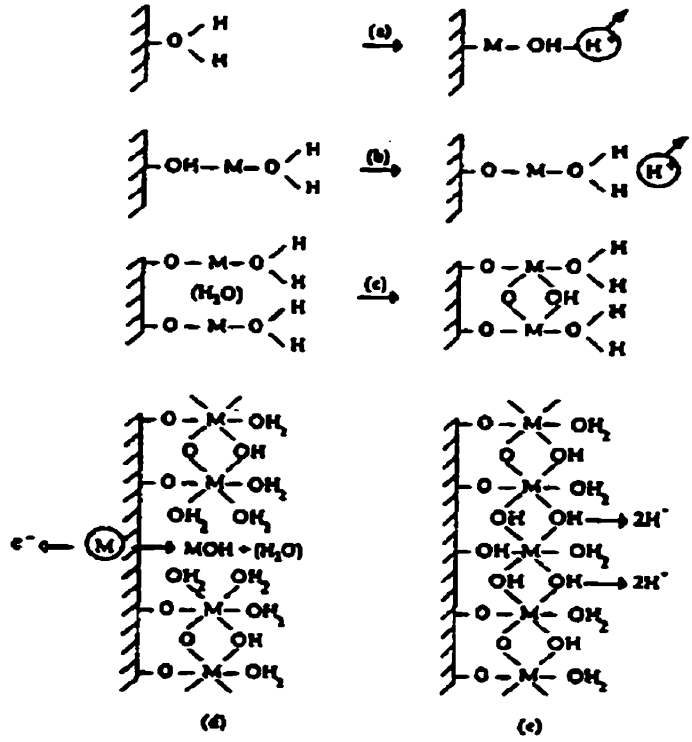


Figure 1 - 5: Formation du film passif par déprotonation de l'eau [17]
a – dissolution d'un cation et déprotonation de l'eau
b – répétition du processus
c – pontage entre sites voisins
d – film partiellement formé
e – film consolidé par déprotonation

1.2.2.1.2. Rupture fragile du film passif

Le modèle de rupture fragile du film passif a été proposé par Forty et Humble [20] pour le laiton-α dans une solution d'ammoniac (*tarnish rupture*). Il est illustré sur la figure 1 – 6. Dans un premier temps un film en surface est crée (film passif ou désallié). Le modèle suppose que ce film va croître préférentiellement au niveau des joints de grains. Ensuite la contrainte appliquée entraîne une rupture fragile du film au niveau du joint de grains jusqu'au métal ductile et une déformation en fond de fissure. Le film se reforme et avance toujours préférentiellement au niveau des joints de grains. Le schéma se répétant, la fissure avance pas à pas, ce qui se traduit par des lignes sur la surface de rupture comme représenté sur la figure 1 – 6 (g).

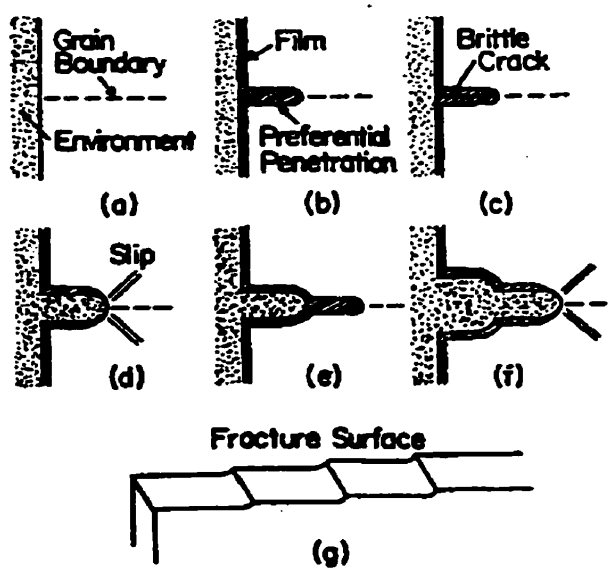


Figure 1 - 6 : Représentation schématique du modèle par rupture fragile du film de surface [21]

1.2.2.1.3. Corrosion sur les traces de glissement

Dans le cas du modèle [14, 22] de dissolution sur des traces de glissement (*slip dissolution*), le glissement des dislocations sous l'action de la contrainte appliquée entraîne des traces de glissement à la surface. Celles-ci occasionnent à leur tour une rupture du film de surface (figure 1 - 7). Une corrosion localisée a alors lieu en fond de fissure sur la marche jusqu'à une complète reformation du film.

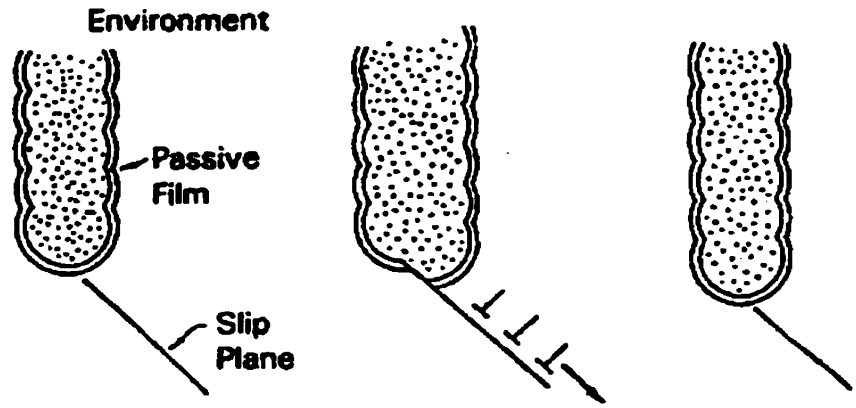


Figure 1 - 7 :Schéma représentant la corrosion sur les traces de glissement [23]

1.2.2.1.4. Corrosion par tunnel

Comme dans le cas précédant, le film est brisé par glissement des dislocations. Mais dans le cas du modèle de corrosion par tunnel (*tunnel corrosion*) proposé par Swann [24], la corrosion n'a pas lieu sur toute la surface non protégée de la trace de

glissement, mais seulement dans des tunnels comme le montre la figure 1 - 8. Quand les ligaments de matière restant entre les tunnels deviennent trop faibles face à la contrainte appliquée, alors s'en suit une rupture ductile du métal.

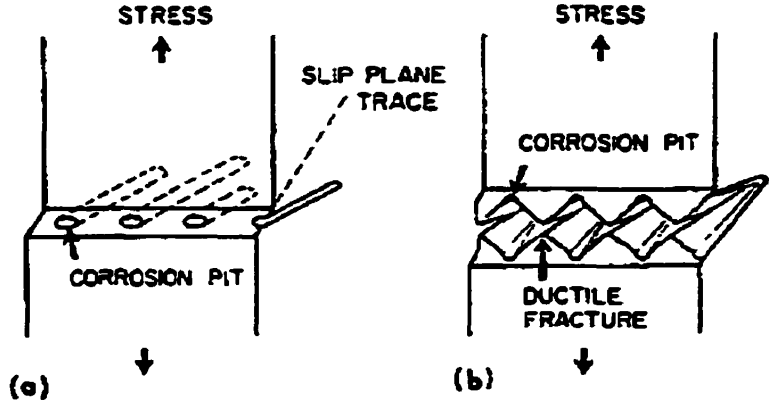


Figure 1 - 8 : Modèle de corrosion par tunnel

1.2.2.1.5. Mobilité des atomes de surface

Le modèle de la mobilité de surface (*surface mobility*) proposé par Galvele [25] propose un rôle indirect de la corrosion sur la propagation de la fissure. En fait, la corrosion augmente l'autodiffusion de surface du métal et l'apport en lacunes (figure 1 – 9). Le rôle primordial est joué par la diffusion de lacunes le long des surfaces de rupture. Ainsi le point critique de ce modèle est l'autodiffusion des atomes de surface. Aux températures où la CSC a lieu en général, cette diffusion serait très faible sans le phénomène de corrosion. Ce mécanisme serait alors quasi impossible, s'il n'y avait pas de contaminateurs.

A partir de ce modèle, il est possible de prédire la durée de vie des échantillons. Cependant l'influence de l'hydrogène est difficilement quantifiable. Il en est de même si la fissure ne reste pas perpendiculaire à l'axe de traction. Enfin ce mécanisme n'explique pas le caractère discontinu que peut avoir une fissuration en CSC.

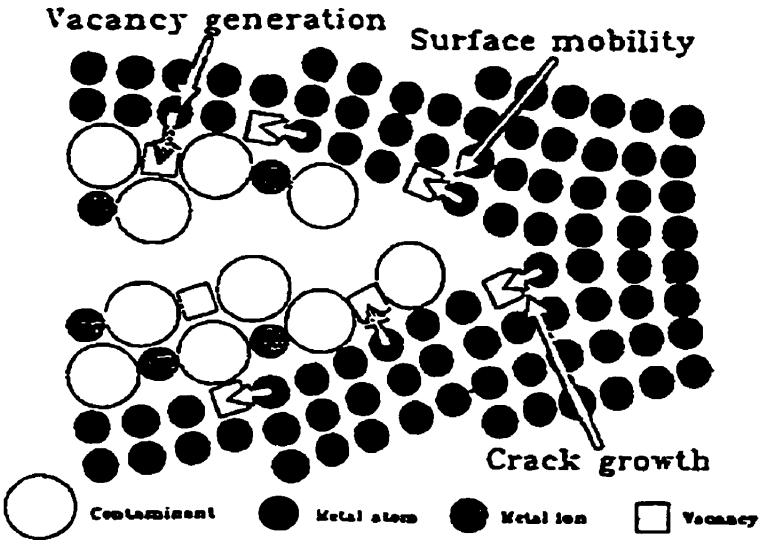


Figure 1 - 9 : Modèle de Galvele [23]

1.2.2.2. Interaction entre dissolution et plasticité

1.2.2.2.1. Modèle lié à l'effet de lacunes

Pour expliquer une rupture d'apparence fragile en CSC des métaux ductiles, Jones [26] a proposé un modèle qui repose sur l'accumulation de lacunes sur des plans prismatiques. Le mécanisme complet de ce modèle est illustré sur la figure 1 – 10. Par glissement les dislocations entraînent une rupture du film passif en fond de fissure (1).

Le modèle suppose alors un adoucissement localisé du métal pour les raisons suivantes. Il y a un retard de la repassivation (2) à cause de l'adsorption (de Cl^- dans le cas des aciers inoxydables), ce qui cause une dissolution anodique accentuée (3). D'après l'auteur il y a formation de lacunes qui permettent une relaxation des contraintes et qui augmente la mobilité des dislocations (4). Il y a ensuite formation de bilacunes (5) qui diffusent plus rapidement et qui s'accumulent sur les plans prismatiques {100} et {110} (6). Ceci entraîne l'amorçage de fissures puis la rupture par clivage car les glissements sont difficiles (7). Puis le processus recommence.

Le problème lié à ce modèle est le rôle très important qu'il attribue aux bilacunes, et le type de plan prismatique qu'il prévoit.

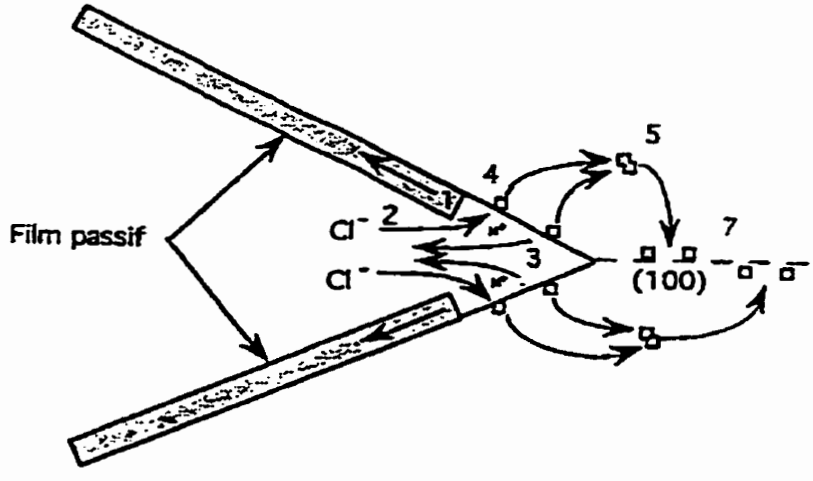


Figure 1 - 10 : Modèle lié à l'effet de lacunes [24]

1.2.2.2.2. Clivage induit par rupture du film

Dans le modèle de clivage par rupture du film, ce dernier peut être un film passif, une couche d'oxyde, une couche désalliée. D'après Sieradski et Newman [27], le film formé est plus fragile. Une fissure va s'initier et se propager très rapidement. Quand la fissure arrive à l'interface à une vitesse de plusieurs centaines de m/s [28], elle continue de se propager dans le substrat métallique. La distance typique d'avancée de la fissure dans le métal est de quelques microns. Elle dépend de la cohésion à l'interface du film avec le substrat. Lorsque la fissure arrête, il y a émoussement du fond de fissure par émission de dislocations. La figure 1 –11 résume ce modèle.

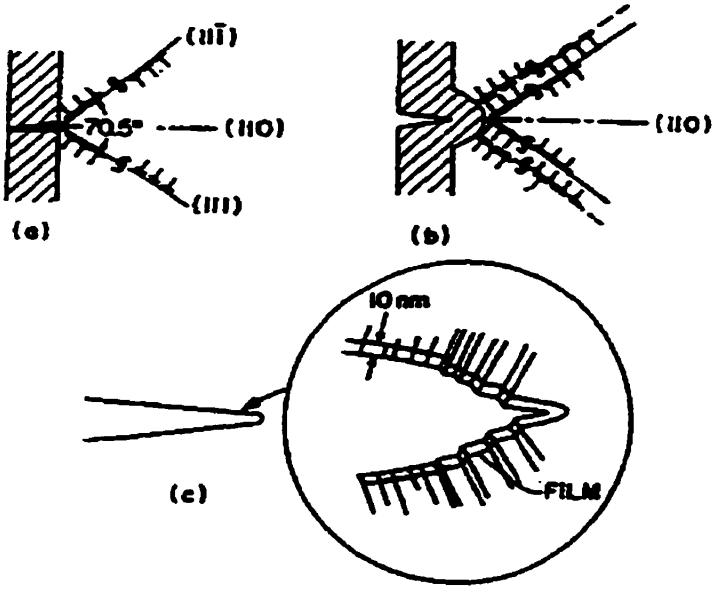


Figure 1 - 11 : Clivage induit par rupture du film [25]

1.2.2.2.3. Quasi-clivage assisté par la corrosion

Le modèle proposé par Flanagan et Lichter [29] est surtout destiné à expliquer la rupture de matériaux formant une couche désalliée (Cu – Zn, Cu – Au) dans les lesquels l'hydrogène n'a semble-t-il aucune influence. La rupture a lieu sur des plans cristallographiques {110}. Si la fissure se propage dans une direction autre que <001>, la fissuration est continue. En fait d'après les auteurs, la propagation est bloquée par des barrières de Lomer-Cottrell. Dans le cadre de ce modèle, ils supposent que la corrosion diminue le K_{IC} nécessaire à l'ouverture de telles barrières, ce qui facilite une rupture fragile sur {110}.

Si la direction de propagation est <001>, alors le fond de fissure appartient aux plans de glissements. L'émission de dislocations va alors permettre la relaxation des contraintes et l'émoussement du fond de fissure. La fissuration sera stoppée et donc discontinue.

D'autres travaux réalisés par les auteurs [30, 31] dénotent une très bonne corrélation entre le modèle et les observations. Cependant Jones [32] souligne qu'avec l'importante corrosion supposée par le modèle, le fond de fissure devrait difficilement rester effilé. Donc K ne devrait pas être suffisamment important pour pouvoir atteindre K_{IC}, même une valeur diminuée de K_{IC} comme le propose ce modèle.

1.2.2.2.4. Quasi-clivage induit par adoucissement localisé

Le modèle de plasticité augmentée localement par corrosion (*corrosion enhanced plasticity model*) proposé par Magnin [33, 34] donne une explication des surfaces de rupture en zigzag sur des plans {111} dans les alliages ductiles passivables cubiques faces centrées. La base du modèle repose sur un adoucissement engendré par la dissolution anodique. Le modèle peut être décomposé en 5 étapes (figure 1 - 12).

Premièrement les dislocations qui glissent sur les plans {111} provoquent une rupture du film passif en arrivant à la surface. Ceci entraîne une dissolution anodique sur ces plans, qui est augmentée par couplage galvanique et retard de la passivation à cause des ions Cl^- s'ils sont présents. (1).

Deuxièmement, il y a une augmentation localisée de la plasticité en avant du fond de fissure sur les plans de glissement {111} à cause de cette corrosion et d'une absorption d'hydrogène localisées sur ces même plans. La contrainte critique de cisaillement est diminuée. Le glissement sur les plans de type A (figure 1 – 13) est donc favorisé par rapport aux plans de types B (légèrement en arrière du fond de fissure), ce qui réduit l'émoussement de la fissure. (2)

L'augmentation de la plasticité est restreinte à une zone proche de la surface. Les dislocations émises vont interagir avec des obstacles tels que des précipités, des joints de grains, des configurations de dislocations (amas, barrières de Lomer-Cottrell). Derrière

cet obstacle la plasticité du matériau est restée la même. Il y a donc deux zones, ce qui entraîne un empilement des dislocations et une augmentation locale des contraintes. (3).

Quatrièmement, si l'obstacle est assez fort, K_{IC} peut être atteint localement. Ceci est d'autant plus probable si K_{IC} a été diminué par adsorption. Ainsi une fissure embryonnaire va être formée un peu comme par le mécanisme de Stroh [35]. (4)

Enfin l'énergie de décohésion sur les microfacettes {111} peut être atteinte, entraînant ainsi une rupture sur ces plans. Là encore ce phénomène est facilité par l'absorption d'hydrogène. Des dislocations sont émises sur un plan symétrique ce qui permet d'empêcher la fissure de se propager plus loin sur le premier plan de glissement mis en jeu. (5).

Le modèle se répète ainsi, ce qui permet à la fissure d'avancer en zigzag sur des plans {111} et / ou {100}. Même s'il n'accorde qu'un rôle indirect à la corrosion, le modèle explique bien la synergie qu'il y a en CSC entre la corrosion et la contrainte. En effet la corrosion permet de localiser le glissement des dislocations sur des plans de type A, empêchant ainsi l'émoussement du fond de fissure. Le caractère discontinu de la fissuration n'est donc pas inexplicable malgré la sollicitation monotone.

Deux points faibles potentiels de ce modèle sont cependant à noter. Premièrement, pour pouvoir atteindre K_{IC}, il faut un empilement de dislocations suffisant. Ceci est possible dans le cas des alliages cubiques à faces centrées à faibles $\Gamma/\mu b$ comme les aciers inoxydables austénitiques car le glissement dévié est peu

probable. Deuxièmement, les obstacles tels que les précipités, les barrières de Lomer-Cottrell sont ponctuels, ils expliquent donc difficilement le caractère rectiligne des arêtes des microfacettes. L'auteur a récemment proposé [36] que l'obstacle est en fait la limite de la zone où il y a eu diffusion d'hydrogène (et / ou de lacunes), c'est à dire où il y a eu une augmentation de la plasticité (figure 1 – 14). Une compétition entre la diffusion de l'hydrogène et l'émission des dislocations régit donc l'évolution et la stabilité de l'empilement [37] comme illustré sur la figure 1- 15. Ce modèle permet cependant d'expliquer l'augmentation de la taille des microfacettes avec K. En effet, quand la fissure avance et que le facteur d'intensité de contrainte K augmente, la taille de la zone de déformation plastique augmente. Donc la zone où l'hydrogène a pu diffuser et interagir avec les dislocations, devient de plus en plus grande aussi.

1.2.2.2.5. Le mécanisme d'adsorption

Le modèle proposé par Uhlig [38] fait partie d'un groupe de modèle tendant à vouloir expliquer la CSC, la fragilisation à l'hydrogène et la fragilisation par métal liquide par un unique modèle. Ce modèle (*stress sorption*) est basé sur une réduction de l'énergie de surface par adsorption spécifique de certaines espèces. Une rupture fragile peut alors avoir lieu, d'autant plus que les espèces adsorbées peuvent interagir avec les liens élastiques entre atomes en fond de fissure.

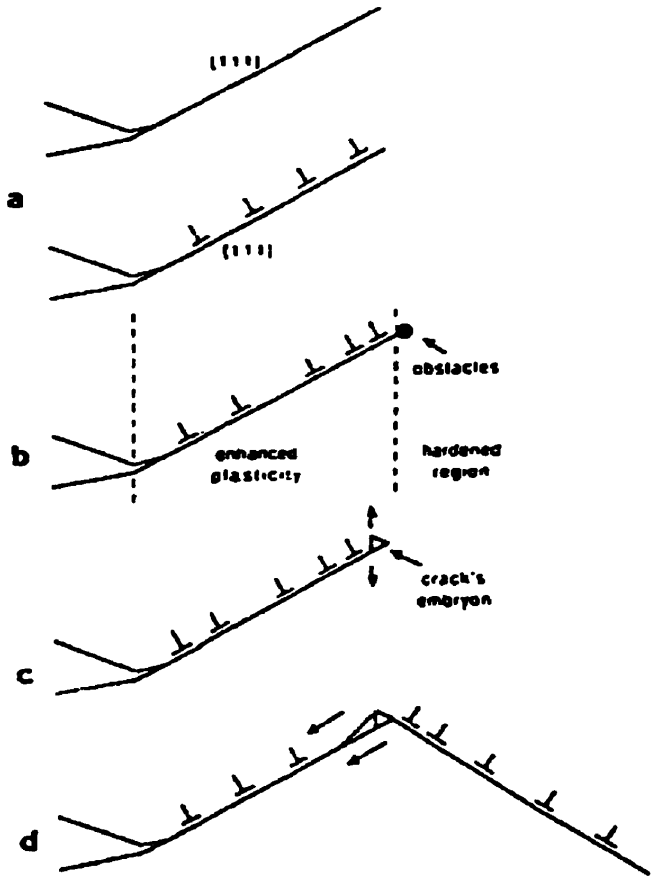


Figure 1 - 12 : Schéma du modèle proposé par Magnin [3]

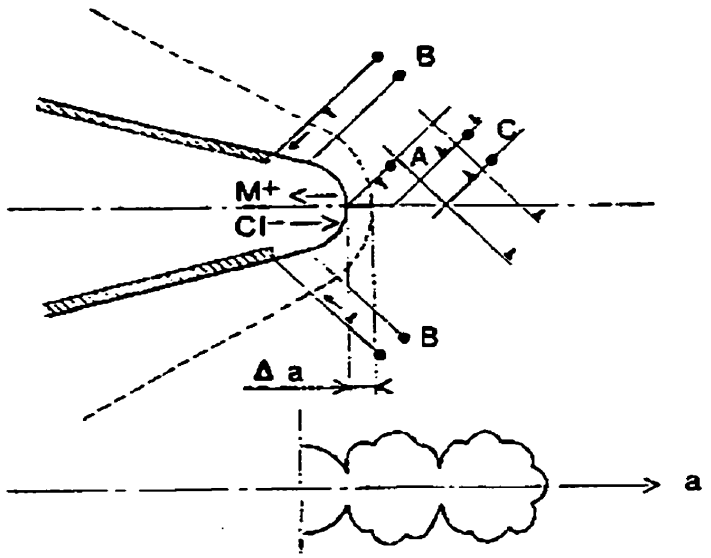


Figure 1 - 13 : Arrangement des dislocations en fond de fissure [32]

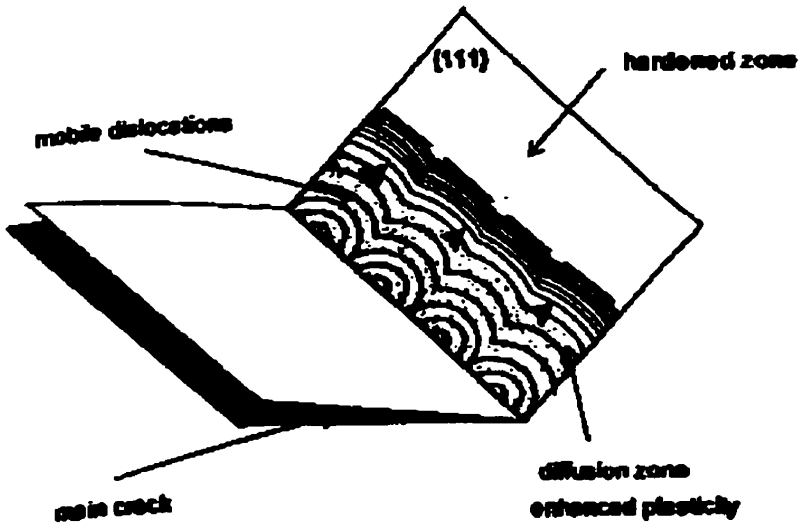


Figure 1 - 14 : Formation d'empilements à l'interface existant entre la zone durcie et la zone adoucie [34]

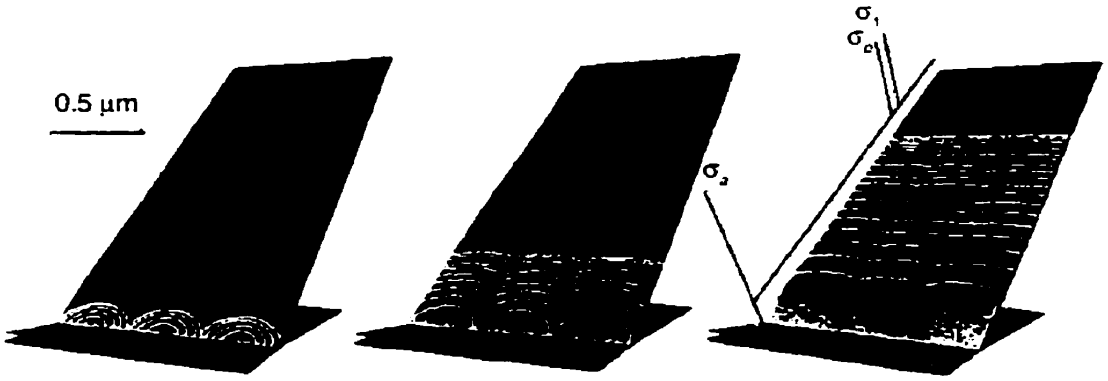


Figure 1 - 15 : Évolution de l'empilement des dislocations avec la diffusion de l'hydrogène en fond de fissure [35].

1.3. Fragilisation à l'hydrogène

1.3.1. H dans les alliages de fer

1.3.1.1. Propriétés générales de l'hydrogène dans les aciers

L'hydrogène malgré sa faible taille ne se dissout que peu dans les aciers. Sa solubilité varie beaucoup suivant la composition et la structure des aciers (figure I – 16) [39]. Elle est beaucoup plus grande dans le cas de l'austénite que de la ferrite mais reste quand même peu importante.

L'hydrogène lors de sa diffusion va facilement interagir avec les défauts du réseau. Le piégeage de l'hydrogène peut être classé en 3 groupes :

- les pièges forts tels que les lacunes, les joints de grains ou de phases, les surfaces et les dislocations.
- les pièges modérés tels que les atomes substitutionels : Cr, Ti
- les pièges faibles tels que les atomes interstitiels (C, N), le champ hydrostatique des contraintes en fond de fissure et autour des dislocations.

Le piégeage de l'hydrogène par les défauts de structure en augmente sa solubilité dans les aciers.

La diffusion de l'hydrogène dans les aciers inoxydables est représentée sur la figure 1 – 17 [39]. La présence d'éléments d'alliages diminue la diffusion par comparaison au cas du fer pur. Ceci est dû au piégeage par rapport à un réseau parfait.

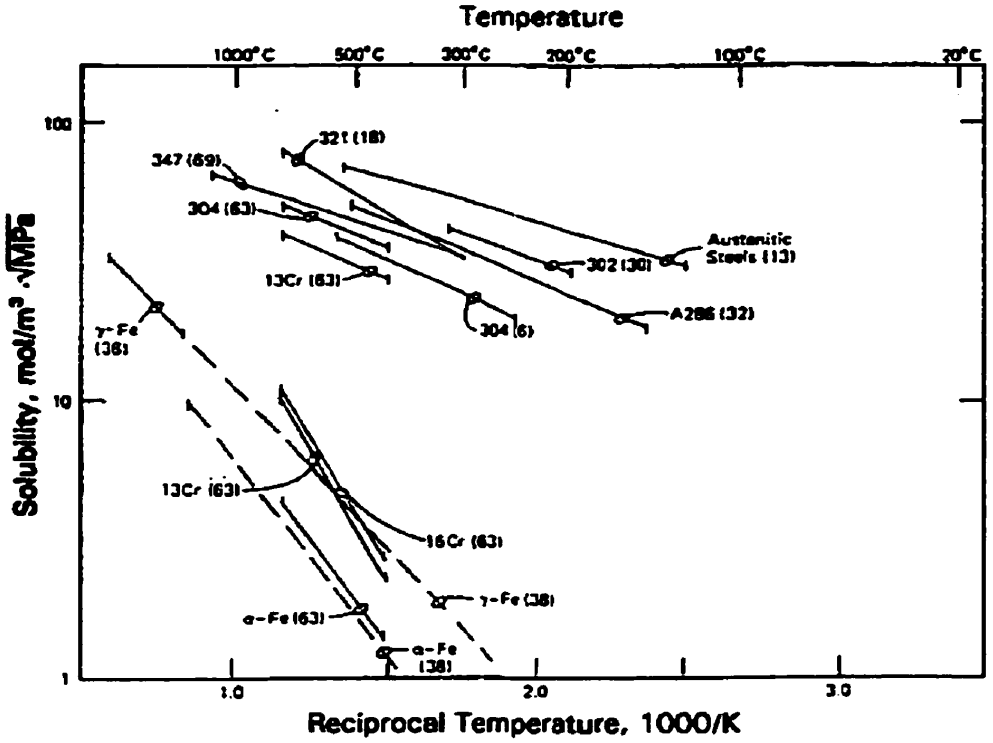


Figure 1 - 16 : Solubilité de l'hydrogène dans les aciers inoxydables [39]

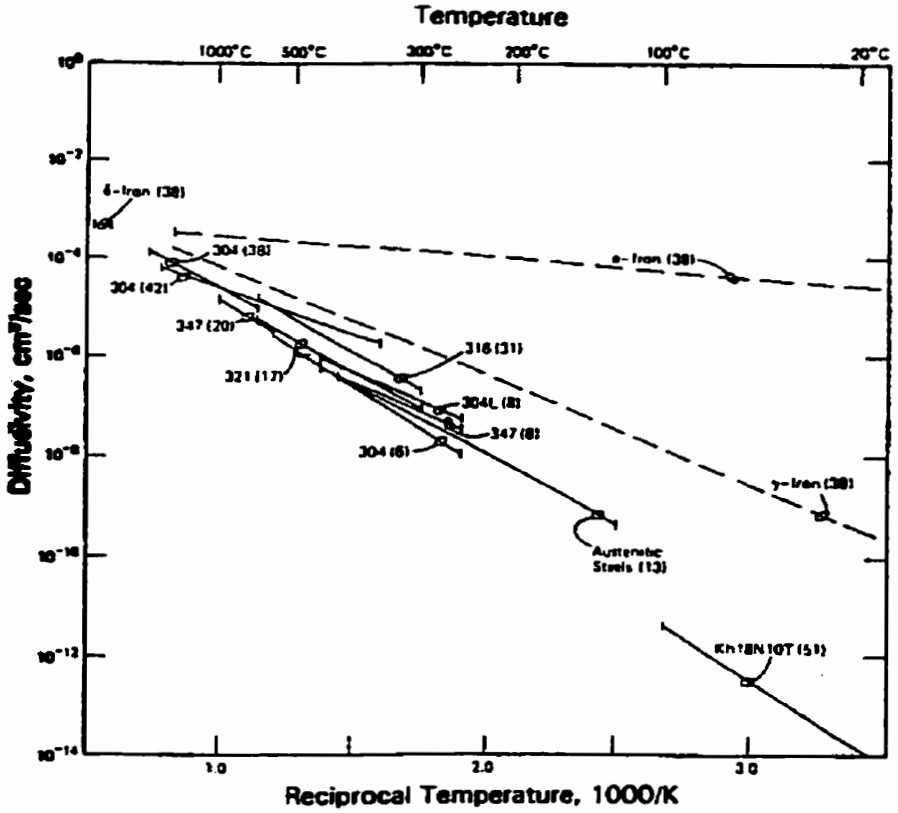


Figure 1 - 17 : Coefficient de diffusion de l'hydrogène dans les aciers inoxydables [39]

1.3.1.2. Transport de l'hydrogène par les dislocations

Une étude des interactions hydrogène – dislocations a été publiée par Hirth [40]. Même si le champ élastique autour des dislocations est un faible piège pour l'hydrogène, l'atmosphère de Cottrell est définie comme l'ensemble des atomes d'hydrogène qui interagissent avec la dislocation. Selon l'auteur l'atmosphère de Cottrell est très faible dans le cas des dislocations coins étant donné la faible solubilité de l'hydrogène dans le fer. Elle est encore plus faible dans le cas des dislocations vis, car il n'y a théoriquement aucune contrainte hydrostatique créée.

L'ensemble des atomes d'hydrogènes piégés près de la dislocation est appelé l'atmosphère cœur (*core atmosphere*). Cela correspond à des pièges forts. Toujours selon l'auteur, l'atmosphère cœur est saturée en hydrogène pour les dislocations coins à température ambiante et en dessous de 200K pour les dislocations vis. Cette atmosphère peut être transportée avec la propagation des dislocations sur de grandes distances (environ 1mm) avant que les atomes d'hydrogènes ne se soit échappés de leur trappes, et aient diffusé. Sur une telle distance, soit les dislocations se sont annihilées, soit l'hydrogène a été capturé par une trappe plus forte. Les dislocations peuvent donc être considérées comme le moyen de transport de l'hydrogène par l'intermédiaire de l'atmosphère cœur.

Enfin d'après Hirth, l'atmosphère cœur n'exerce qu'une force de traînée négligeable sur le déplacement des dislocations à température ambiante.

1.3.1.3. Adsorption et entrée de l'hydrogène

L'entrée de l'hydrogène dans les alliages de fer à partir d'une phase liquide a été étudiée par Zakroczymski [41]. Les conditions électrochimiques peuvent fortement varier entre la surface et le fond de fissure. Même si une polarisation cathodique (respectivement : anodique) est appliquée, alors le potentiel va varier de celui en surface pour devenir plus (respectivement : moins) noble dans la fissure (figure 1 – 18). Ceci va alors permettre à la fois une dissolution du métal et une réaction de l'hydrogène.

L'évolution de l'hydrogène est donnée par la réaction globale suivante :

$2\ H^+ + 2\ e^- \rightarrow H_2$

Cette réaction a lieu en fait deux étapes :

$H^+ + M + e^- \rightarrow MH_{ads} + H_2O$ où H est l'hydrogène adsorbé.

Soit $MH_{ads} + MH_{ads} \rightarrow H_2 + 2\ M$

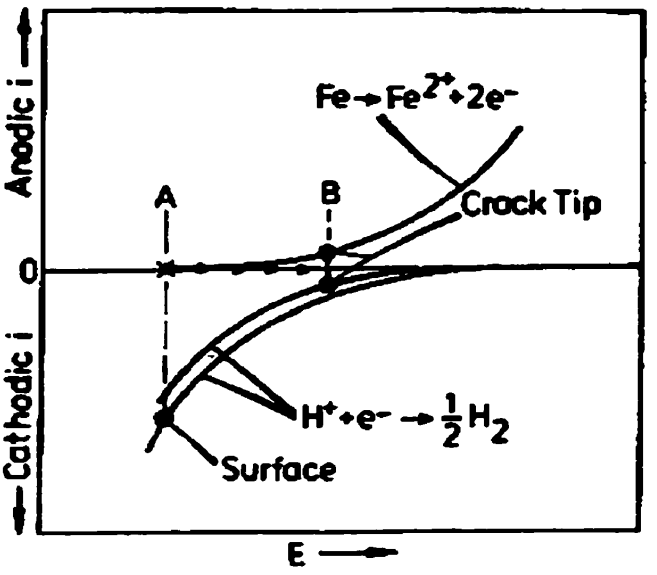
Soit $MH_{ads} + H^+ + e^- \rightarrow H^2 + M$

Ces réactions sont celles qui se passent en milieu acide, des réactions équivalentes peuvent être écrites dans un milieu alcalin.

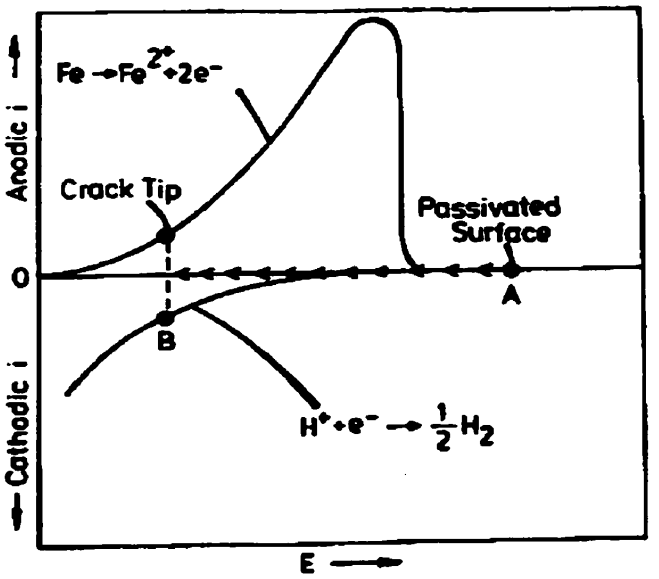
L'entrée de l'hydrogène dans le métal peut avoir lieu en même temps que l'évolution de l'hydrogène si le métal est susceptible à l'absorption. Deux modèles sont proposés dans la littérature :

(1) le modèle de Bockris qui propose que l'hydrogène absorbé provienne des atomes adsorbés [42].

(2) le modèle de Bagotskaya qui suppose une absorption directe des protons H^+ de la solution aqueuse [43].



a)



b)

Figure 1 - 18: Variation du potentiel au fond de fissure [Ateya]
sous une polarisation cathodique
sous une polarisation anodique

1.3.2. Effet de l'hydrogène sur la plasticité

La présence d'hydrogène dans les métaux se traduit par la baisse de l'allongement à la rupture et de la réduction de section pour les métaux sensibles à la fragilisation à l'hydrogène.

Cependant cette chute de ductilité peut se traduire tout aussi bien par une diminution qu'une augmentation de la contrainte d'écoulement. Une étude de Matsui et Kimura [44] montre que, pour le fer relativement pur, la contrainte d'écoulement est augmentée en dessous de 190°K et diminuée au-dessus. Dans le cas d'un fer moins pur, l'hydrogène a plus tendance à durcir le métal à température ambiante. En ce qui concerne le mécanisme expliquant l'adoucissement, les auteurs proposent une interaction entre l'hydrogène et les dislocations vis. La présence d'hydrogène piégé au cœur des dislocations permettrait une augmentation de leur mobilité. Selon les auteurs, le durcissement et l'adoucissement par l'hydrogène seraient des propriétés intrinsèques au fer pur.

Cet avis n'est pas partagé par tous les auteurs : Birnbaum [45, 46, 47, 48]. Leurs études in situ en microscopie à transmission ont révélé que la mobilité des dislocations est directement reliée à la teneur en hydrogène, ceci quel que soit le caractère des dislocations. Ce phénomène ayant été observé aussi bien dans des alliages que des métaux purs, dans des cfc, des hc et des cc, les auteurs ont concluent qu'il est général.

1.3.3. Mécanismes de rupture due à l'hydrogène

La fractographie des ruptures facilitées par l'hydrogène peut présenter des zones ductiles, recouvertes de cupules, de cisaillement ductile, de quasi-clivage ou de clivage. Elles peuvent tout aussi bien être recouvertes de zones transgranulaires et/ou intergranulaires. C'est pourquoi plusieurs mécanismes d'endommagement ont été proposés dans la littérature. Là encore comme dans le cas de la CSC, plusieurs auteurs ont déjà publié des articles regroupant quelques modèles [11, 49, 50, 51, 8, 16], cependant aucun d'entre eux n'a réuni jusqu'à lors l'ensemble des mécanismes proposés.

1.3.3.1. Modèle de transport

Le transport de l'hydrogène se fait par les dislocations (cf. 1.3.1.2). Il est nécessaire pour qu'une fissuration en avant du fond de fissure se produise. L'hydrogène ainsi transporté va donc se déposer aux niveaux des défauts (joins de grains, précipités, microvides ...). Mais tous les auteurs ne sont pas d'accord sur la façon dont l'hydrogène est stocké. Selon Tien et al [52], ce phénomène va entraîner une sursaturation en hydrogène dans les vides (cf. 1.3.3.2). Au contraire Johnson et Hirth [53] disent qu'il n'y a aucune sursaturation.

1.3.3.2. Théorie de la pression interne

La théorie de la pressioninterne a été proposée par Zapffe [54] et Tetelman [55]. L'hydrogène transporté précipite au niveau des microvides, ce qui augmente la pression interne dans ces cavités. Elle peut atteindre 105 atmosphères selon Tetelman [56]. Cette pression élevée permet alors la formation de microfissures en avant du fond de fissures, et ceci même si la contrainte externe appliquée est faible. Quand la fissure avance, il y a une augmentation significative du volume du microvide, ce qui en diminue la pression interne. Il faut alors attendre que plus d'hydrogène précipite, ce qui explique le caractère discontinu de la propagation.

1.3.3.3. Modèles liés au glissement

Le modèle lié au glissement proposé par Beachem [57] est basé sur des observations faites sur la variation de la plasticité d'un acier 1020. En fait ce n'est pas un modèle en tant que tel mais une contribution à l'endommagement des matériaux. L'auteur montre que la présence d'hydrogène facilite la mobilité des dislocations. Ce phénomène est en fait à relier avec le phénomène d'adoucissement décrit au paragraphe 1-3-2.

1.3.3.4. Énergie de surface

Le mécanisme proposé par Petch et Stables [58] qui considère l'énergie de surface, est analogue au modèle de Griffith. Comme dans le cas de la CSC, l'énergie de surface et le travail fourni lors de la propagation de la fissure sont diminués par l'adsorption d'hydrogène (dans ce cas). Ceci favorise donc la fissuration

Cependant ce modèle est très controversé. En effet, d'après Lynch [59], il sous-estime le travail nécessaire à la fissuration. De plus il ne rend pas compte du caractère discontinu de la fissuration.

1.3.3.5. Clivage induit par l'hydrogène

Le modèle de clivage induit par l'hydrogène proposé par Jani et al [60] est représenté sur la figure 1 – 19. Il a été développé pour expliquer les observations d'une rupture transgranulaire en CSC des aciers inoxydables. Il peut être résumé en quatre étapes :

Dans la zone immédiatement en avant du fond de fissure, le réseau est dilaté sous l'effet de la triaxialité des contraintes. L'hydrogène diffuse à travers cette zone, ce qui crée une région affectée (HAR). (figure 1 – 19 a)

L'hydrogène dans l'HAR entraîne une réduction de l'énergie de faute d'empilement, ce qui diminue le glissement dévié.

Une barrière de Lomer-Cottrell est crée sur un plan {100} par glissement sur des plans {111} de deux dislocations. (figure 1 – 19 b)

Comme la barrière de Lomer-Cottrell est très stable, elle va agir comme un obstacle au glissement des autres dislocations sur ces mêmes plans. Ceci va créer un empilement qui va entraîner une concentration de contraintes. La résultante des contraintes est dirigée selon la normale à (001). À un moment donné, la contrainte sera suffisante (selon le critère de Griffith) pour que le plan (100) clive. La fissure ainsi créée rejoint le fond de fissure. (figure 1 – 19 c et d).

Une fois la fissure avancée, le fond de fissure s'émousse par déformation plastique. Le schéma peut ainsi se répéter.

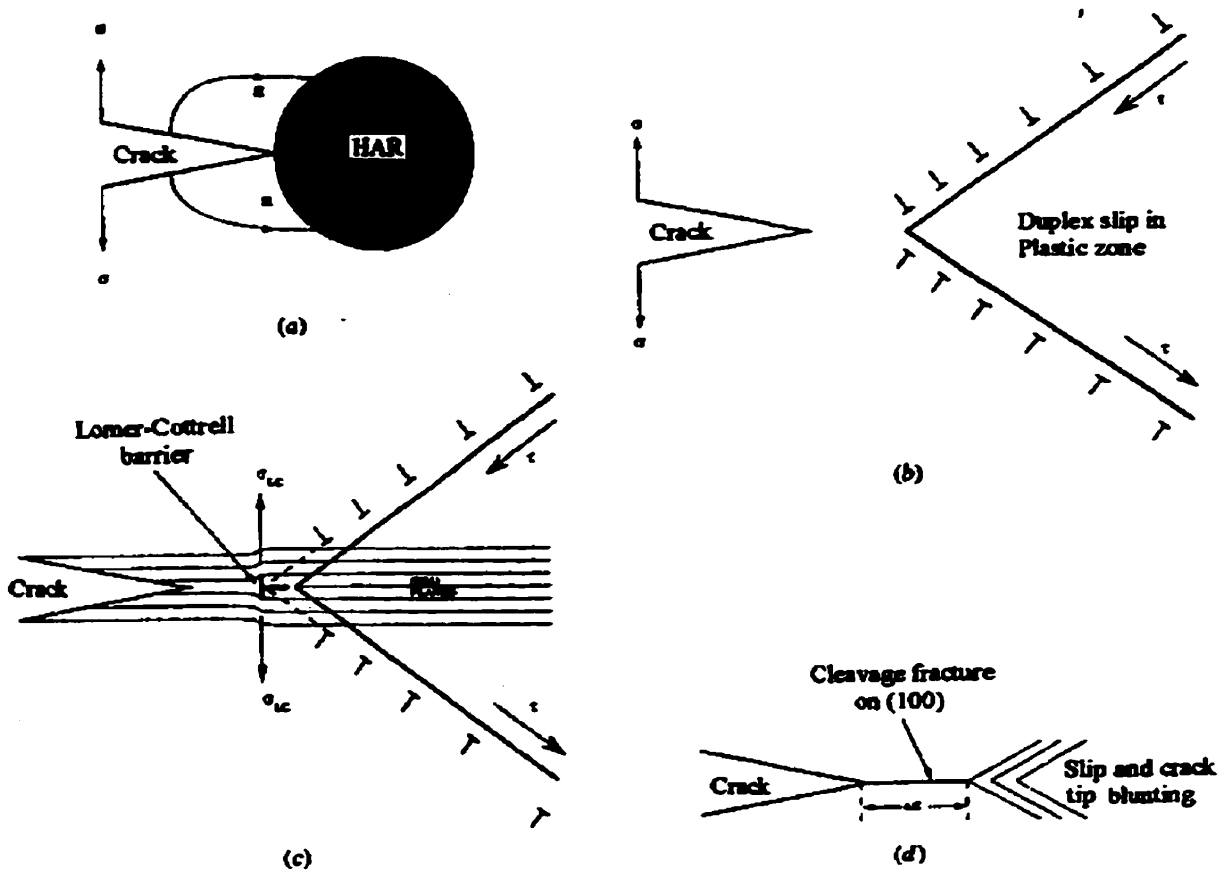


Figure 1 - 19 : Modèle du clivage induit par l'hydrogène [60]

1.3.3.6. Formation d'hydrure

La formation d'hydrure, modèle proposé à l'origine par Westlake [61], n'est en fait valable que pour certains alliages non-ferreux selon Baranovski [62]. En effet l'auteur suppose la formation d'hydrures stable près du fond de fissure, ce qui n'est pas possible dans le cas du fer à moins d'une pression en hydrogène de 2 GPa.

Cependant Gahr et al [63] ont montré que le champ de contrainte hydrostatique en fond de fissure pouvait stabiliser les hydrures. La formation de cette phase réduit en

général K_{IC} du fait du caractère fragile des hydrures en général. La fissure se propage donc dans cette phase comme illustré à la figure 1 – 20, puis s'arrête à la limite avec le métal ductile donc avec un K_{IC} plus grand. Le processus peut recommencer.

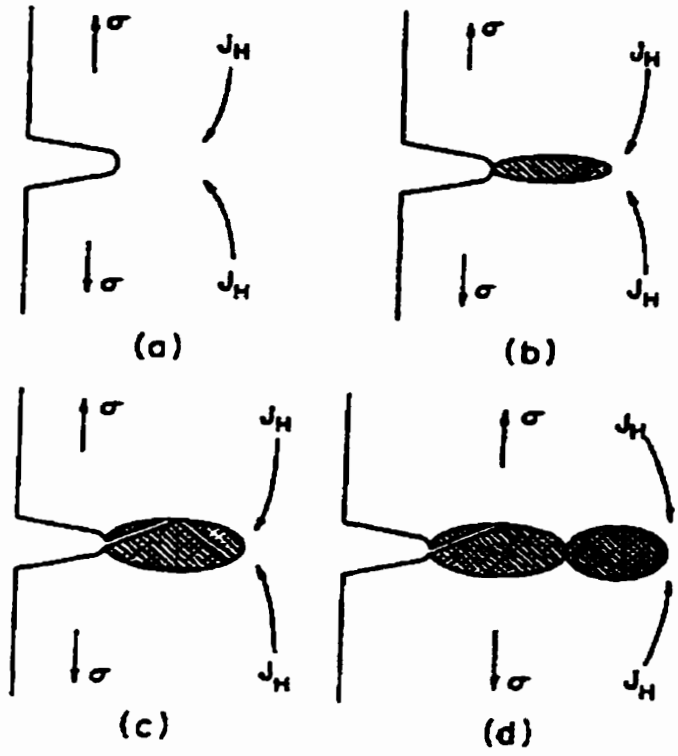


Figure 1 - 20 : Modèle basé sur la formation d'hydrures [64]

1.3.3.7. Théorie de la décohésion

Un modèle proposé par Pfeil en 1926 [65], puis étendu par Troiano et al [66, 67] et puis par Oriani [68, 69] repose sur l'idée que l'hydrogène diminue la force de cohésion des atomes métalliques (figure 1 - 21). Pour que ceci entraîne une décohésion, les auteurs proposent que l'hydrogène soit concentré dans les zones de triaxialité des

contraintes de tension. Ainsi quand l'accumulation en hydrogène est suffisante, des microfissures se forment en avant du fond de fissure.

Pour Troiano, ces microfissures se propagent dans les deux sens. Quand elles rejoignent le fond de fissure, la fissuration s'arrête, et une déformation plastique en fond de fissure a lieu. Le processus peut ainsi se répéter.

Pour Oriani, la concentration de contraintes peut atteindre E/10 (environ égale à R_{th} la résistance théorique à la traction) à quelques distances atomiques du fond de fissure. Avec une telle concentration de contrainte, la teneur critique en hydrogène va facilement être atteinte. La rupture sera selon l'auteur alors continue, et contrôlée par le transport.

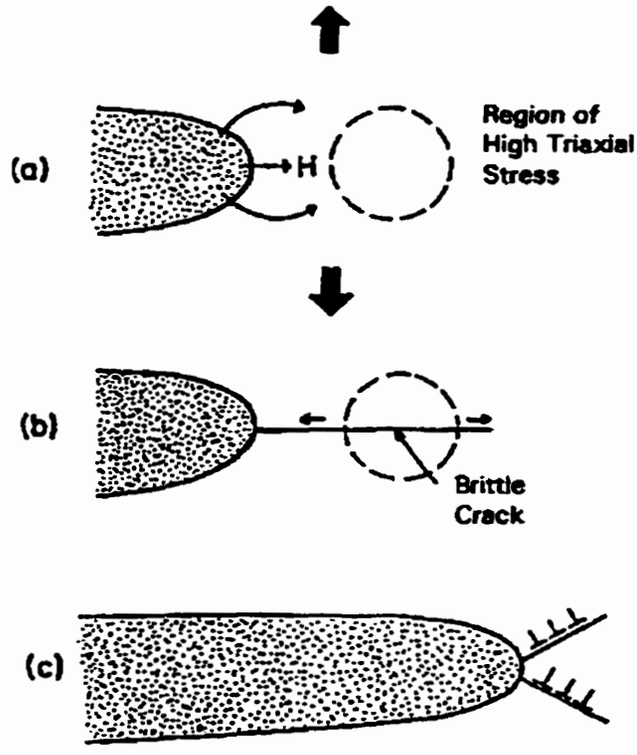


Figure 1 - 21 : Modèle de la décohésion due à l'hydrogène [66]

1.3.3.8. Modèle lié au changement de structure

La présence d'hydrogène dans les aciers inoxydables métastables comme le 304 ou le 316, peut entraîner une transformation de l'austénite en martensite en fond de fissure [70, 71]. Des observations en microscopie à transmission [72] ont montré une nette différence entre une rupture en présence d'hydrogène avec une fragilisation et une rupture classique par coalescence de microvides.

1.4. Influence d'un préécrouissage sur la CSC

Comme nous l'avons vu dans les paragraphes 1.2 et 1.3, les interactions corrosion – déformation sont souvent à la base de la CSC. Le modèle de Magnin [31] qui attribue beaucoup d'importance à ces interactions, a été utilisé par Chambreuil [8] pour expliquer l'influence de deux types de préécrouissage sur la CSC. L'auteur a étudié l'influence d'une déformation monotone et d'une déformation cyclique sur la CSC du 316L dans une solution de $MgCl_2$ bouillante à 117°C.

1.4.1. Déformation monotone

La déformation monotone choisie est de 5% (à $\dot{\varepsilon} = 10^{-3}$ s^{-1}) car selon Magdowski [73] un taux plus grand de déformation n'entraîne pas une augmentation significative de la vitesse de fissuration (figure 1 – 22). Les résultats obtenus par Chambreuil montrent qu'une déformation monotone avant CSC diminue encore plus la durée de vie en CSC. Ces résultats sont valables tant sur les monocristaux que sur les polycristaux (figure 1 – 23).

Des résultats similaires ont été obtenus par d'autres auteurs [74, 73]. Ils ont en effet montré que ce type de déformation accélère l'amorçage et la propagation de la fissuration en CSC.

La baisse de l'allongement à la rupture n'est pas le seul désavantage en CSC d'une prédéformation monotone. En effet, une telle déformation augmente aussi la corrosion généralisée (figure I - 24). Là encore que ce soit pour les polycristaux ou les monocristaux, le fût est beaucoup plus corrodé dans le cas d'une prédéformation monotone. Ceci se traduit par une couleur verte de la solution de $MgCl_2$ en fin d'essai (dissolution du Cr et Ni), alors qu'elle reste quasi transparente en temps normal.

La fractographie est relativement la même, avec cependant plus de facettes et de microfeuillets, mais moins de facettes primaires. Ces résultats sont en accord avec ceux de Dickson [75] qui a montré qu'un préécrouissage a tendance à complexifier les surfaces de rupture.

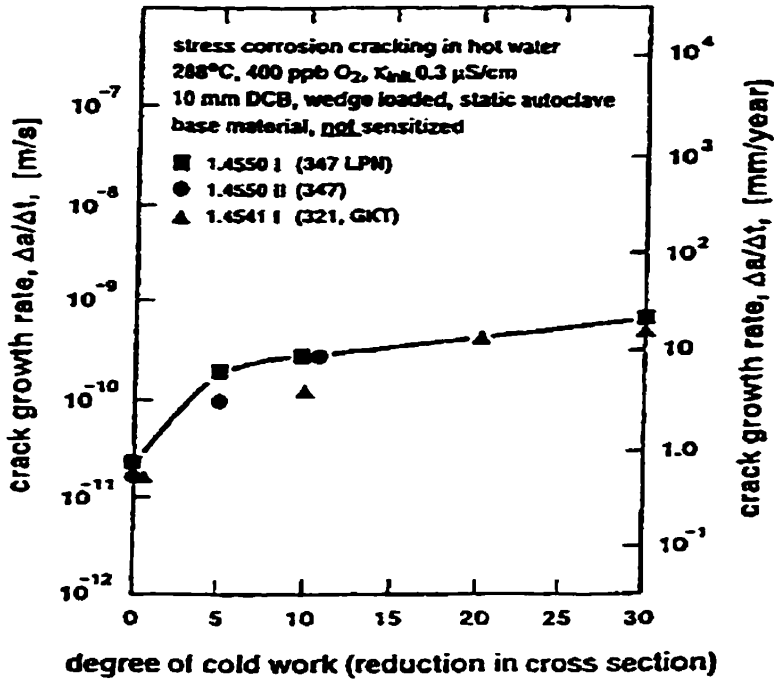
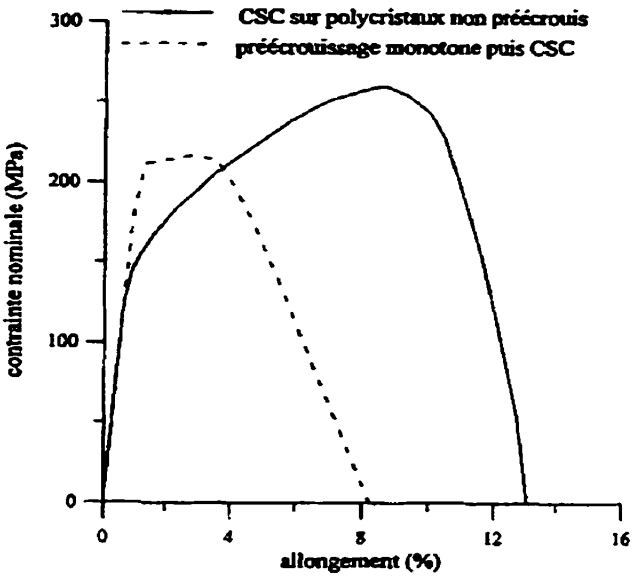
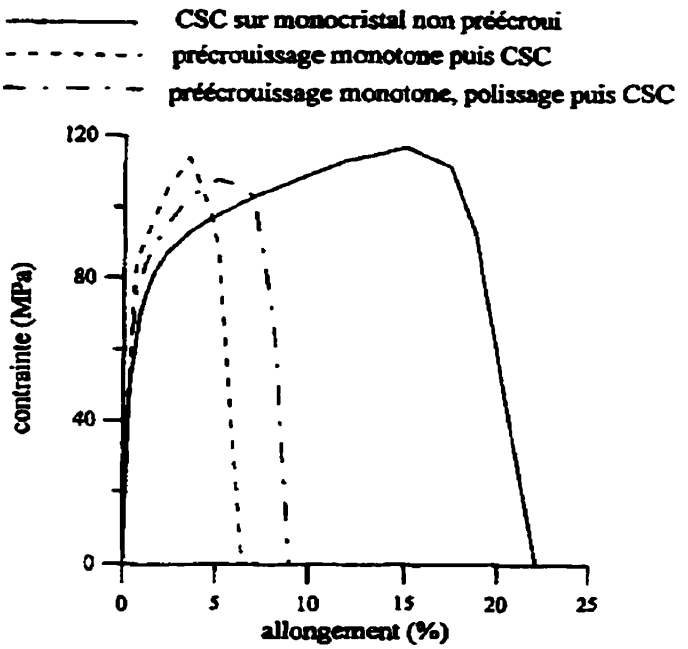


Figure 1 - 22 : Effet du taux d'écrouissage sur la vitesse de fissuration de CSC [73].



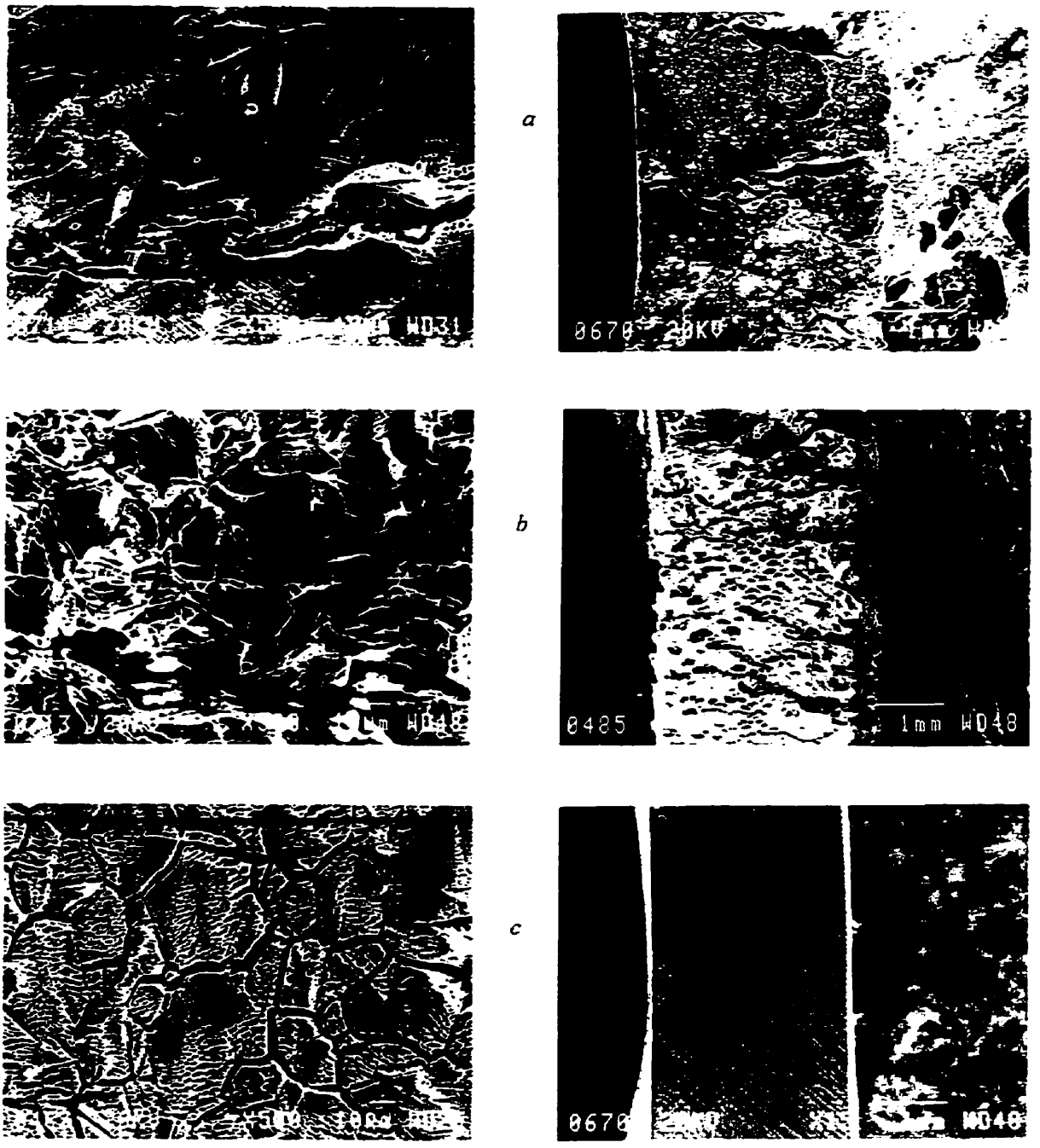
a)



b)

Figure 1 - 23 : Allongement à la rupture en CSC pour des échantillons de 316L non préécrouis ou préécrouis en traction
(a) polycristal (b) monocristal d'orientation <110> [8]

polycristal *monocristal*



(a) CSC (b) écrouissage monotone puis CSC
(c) écrouissage cyclique puis CSC [8]

Figure 1 - 24 : Fûts du 316L polycristallin et monocristallin (orientation <110>)

1.4.2. Déformation cyclique

La déformation cyclique choisie par Chambreuil est une déformation de 50 cycles à une amplitude de $\Delta\varepsilon_p/2 = 10^{-3}$, $\dot{\varepsilon} = 10^{-3}\ s^{-1}$. La déformation cumulée ainsi obtenue est de $\varepsilon = 0.2$. Les résultats obtenus montrent qu'au contraire, une déformation cyclique permet une meilleure résistance en CSC. Un préécrouissage cyclique avant la CSC augmente non seulement la durée de vie mais aussi la contrainte nominale maximum (figure I – 25). Il y a aussi une amélioration à la corrosion généralisée (figure I – 24 (c)).

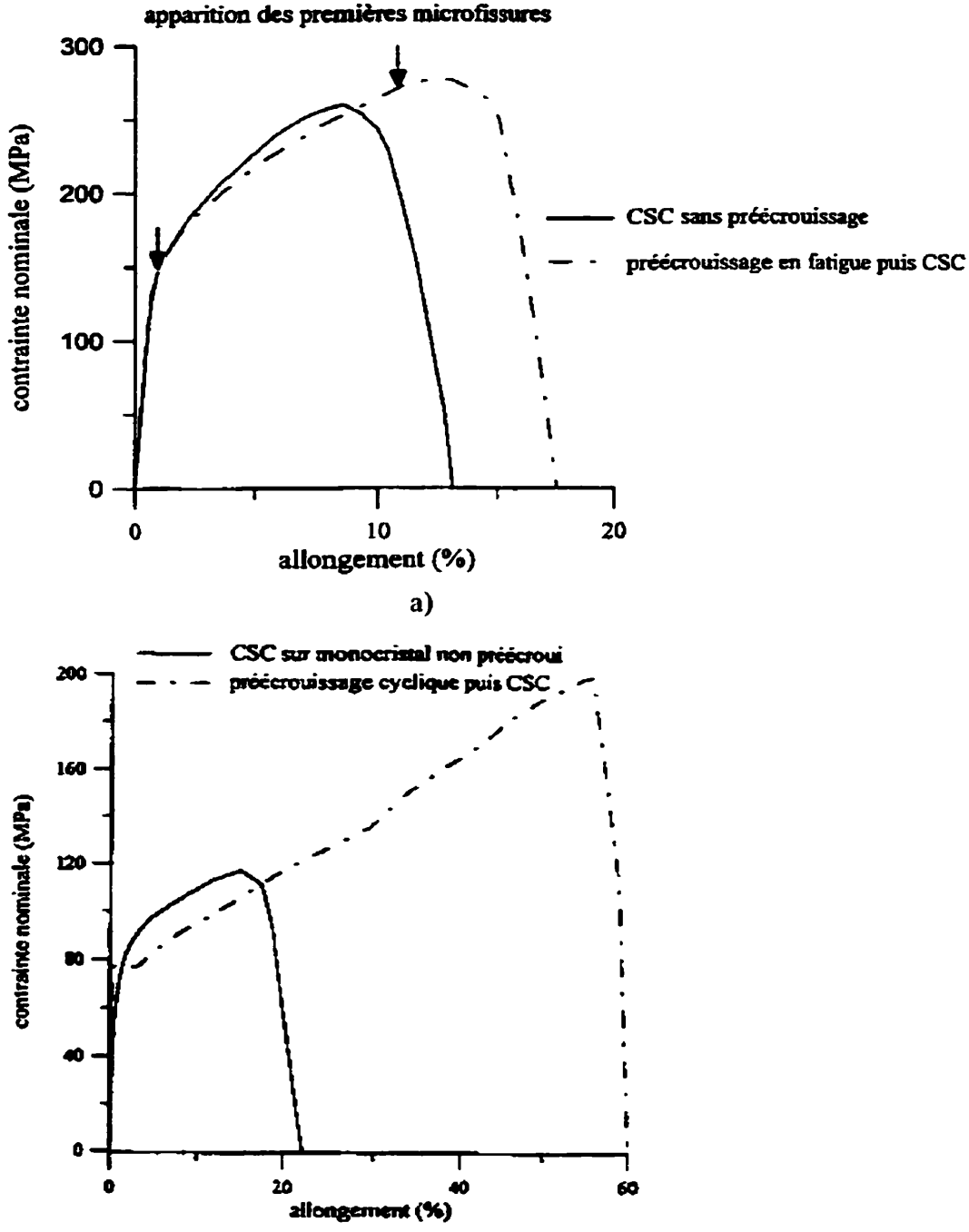


Figure 1 - 25 : Allongement à la rupture en CSC pour des échantillons de 316L non préécrouis ou préécrouis en fatigue
(a) polycristal (b) monocristal d'orientation <110> [8]

1.4.3. Modélisation de l'influence sur le comportement en CSC des deux types de préécrouissages

La modélisation de l'influence d'un préécrouissage sur la CSC est basée sur les structures de dislocations.

Dans le cas d'une déformation monotone, de nombreux systèmes de glissements sont activés. À la surface extérieure des traces de glissements d'au moins deux systèmes apparaissent, elles sont relativement peu nombreuses mais hautes. Selon Chambreuil, lors de la CSC, les fissures s'initient au niveau des croisements des marches à la surface car il y a là une corrosion localisée très importante.

Au contraire dans le cas d'une prédéformation cyclique, il n'y a qu'un seul système de glissement activé. À la surface, il y a beaucoup plus de traces de glissements, mais leur hauteur est faible en comparaison avec celles produites lors d'une traction monotone. Ainsi quand la corrosion a lieu, elle est plus généralisée, l'amorçage d'une fissure est alors plus difficile.

L'initiation des fissures commence donc naturellement plus tard dans le cas d'une prédéformation cyclique (figure 1 – 26). La dissolution généralisée obtenue avec une déformation cyclique se traduit par une chute du potentiel, il faut attendre qu'une

déformation en traction suffisante soit atteinte pour que le potentiel revienne à son point de départ, et c'est seulement à ce moment que les fissures s'amorcent.

Le modèle proposé par Magnin suppose la création d'un obstacle en avant du fond de fissure pour permettre un empilement de dislocations. Chambreuil propose que la structure de dislocations obtenue avec une déformation monotone accentue encore plus la différence de dureté entre la zone juste en avant du fond de fissure et le reste de l'acier. La valeur critique de la contrainte pour l'apparition d'une microfissure sera atteinte plus vite. La fissure se propage donc aussi plus vite. Dans le cas d'une déformation cyclique, le phénomène inverse se produit. La structure de dislocations est de basse énergie et stable. L'annihilation et la création des dislocations sont facilitées, ce qui se traduit par une formation plus difficile d'obstacles forts. La propagation en est donc ralentie.

Un autre désavantage d'une déformation monotone est la formation d'une phase martensitique. Lors de la déformation plastique une phase martensitique peut être créée. Cette phase est plus sensible à la CSC. Chambreuil a montré cependant que si cette transformation de phase aide à la diminution de durée de vie, elle n'en est pas la seule responsable.

S'il paraît évident à la vue des résultats de Chambreuil [8] qu'une déformation cyclique améliore le comportement en CSC du 316L, en est il de même quelle que soit la déformation cyclique. L'effet bénéfique repose sur la structure de dislocation. Or Chambreuil a choisi une amplitude et un nombre de cycle faible. Bernard et al [76] ont

montré que la structure de dislocations change suivant l'amplitude de la déformation. Les structures obtenues à $\Delta\varepsilon/2$ de 0.25 et 0.75 % à 20°C (figure I – 27) sont différentes de celle obtenues par Chambreuil (figure I – 28). Le nombre de cycle n'est pas précisé dans la référence, cependant les structures présentées sont les structures stables de dislocations. Il y a alors peut être une limitation à l'avantage d'une déformation en fatigue. En effet il ne faudrait pas qu'une structure de dislocation produite en fatigue trop stable favorise la CSC comme la prédéformation monotone. Dans le cas étudié par Bernard et al, les structures dislocations sont beaucoup plus formées, et donc plus stables que dans le cas de Chambreuil.

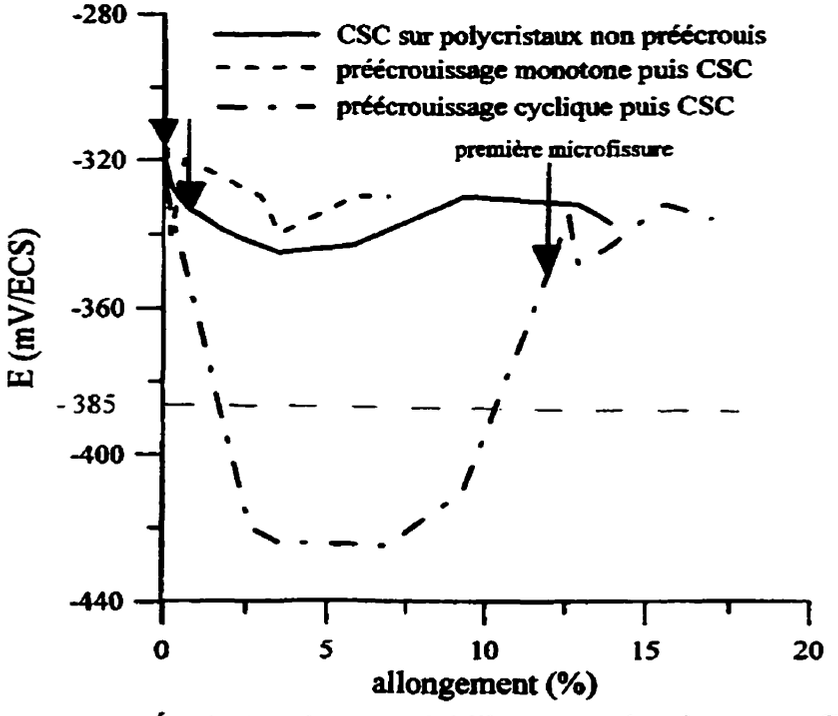


Figure I - 26 : Évolution du potentiel libre sur polycristaux en CSC [8]

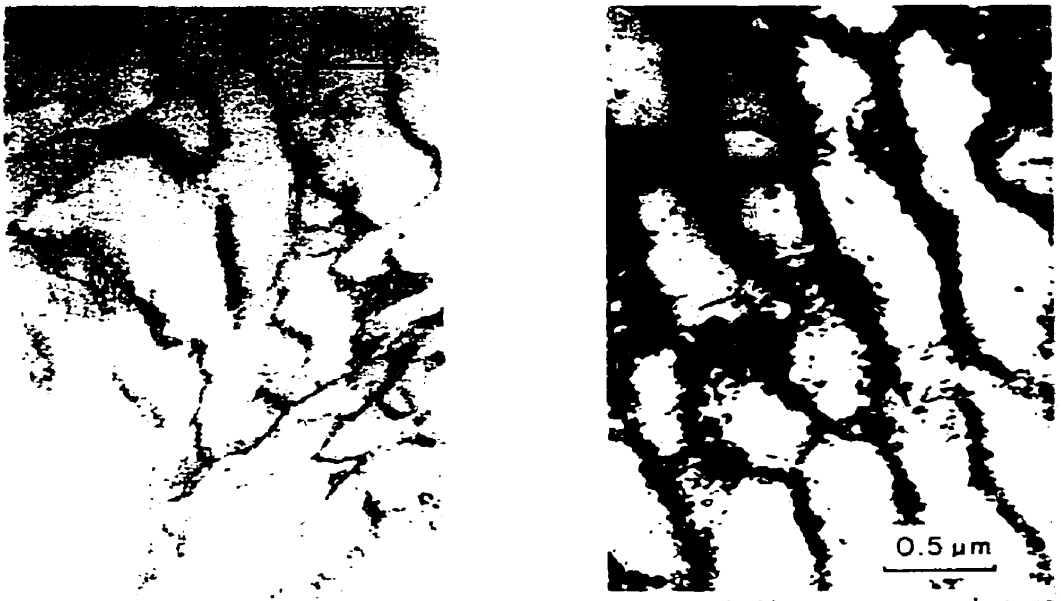


Figure 1 - 27 : Structures de dislocations obtenues par Dickson et al [76]

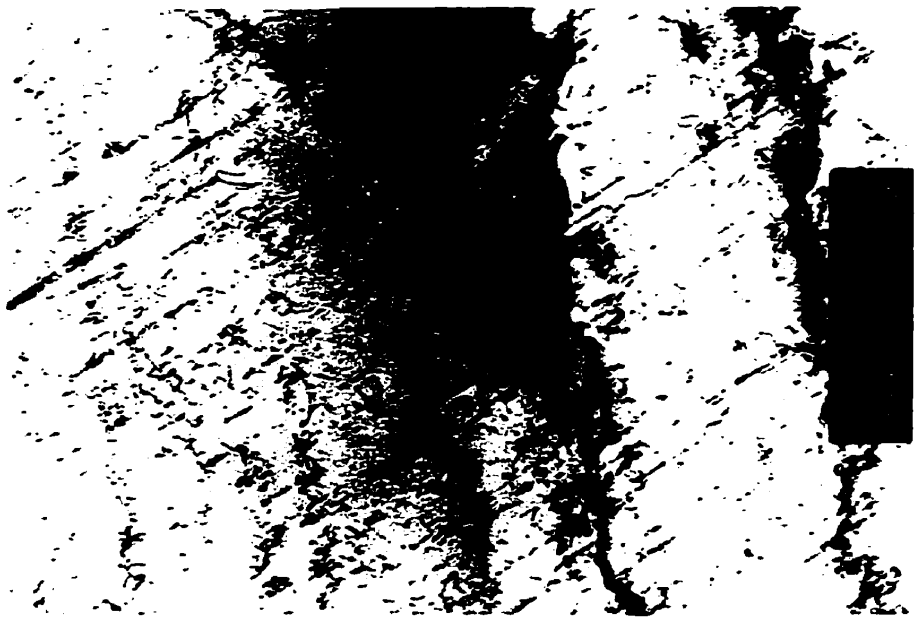


Figure 1 - 28 : Structure de dislocation obtenue par Chambreuil [8]

1.5. Conclusion

Comme nous l'avons vu tout au long de cette étude, la CSC est un phénomène très complexe. Les différences de surface de rupture observées dans la littérature peuvent cependant être expliquées en général par les différences de sollicitation et d'environnements. Ceci conduit à un autre point très important à souligner : le grand nombre de modélisations existantes. De plus, pour un même système environnement – métal – contrainte, plusieurs mécanismes peuvent avoir été proposés selon l'importance accordée à divers paramètres (dissolution, hydrogène, concentration de contraintes, ...).

Le but final de toutes ces études est de trouver soit des matériaux insensibles à la CSC, soit de pouvoir prédire la propagation des fissures à temps pour éviter des catastrophes. Cependant il n'existe pas toujours un matériau pour une application donnée qui soit immunisé à la CSC. C'est pourquoi l'approche de Chambreuil [8], avec une prédéformation en fatigue est des plus intéressantes. En effet elle permet de prolonger la durée de vie des matériaux face à la CSC, ce qui peut s'avérer d'être d'un grand avantage économique. Cette voie reste donc à exploiter.

CHAPITRE 2

2 PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE

2.1. Le matériau

Le matériau utilisé pour les expériences est un acier inoxydable austénitique de grade 316L. C'est un acier industriel qui a été commandé par l'atelier d'usinage de l'École Polytechnique à Acier Anica. La composition de cet acier nous a été fournie par une analyse chimique, et est donnée dans le tableau ci dessous.

Tableau 2 - 1 : Composition de l'acier inoxydable austénitique 316L utilisé

Eléments	Cr	Ni	Mo	C	S	P	Si	Mn	Fe
% (poids)	16.76	10.34	2.07	0.01	0.006	0.017	0.52	1.45	q.s.p.

L'analyse chimique a été réalisée par la compagnie 'Bodycote'. Les résultats sont en accord avec la norme ASTM E-353 et donc confirme bien le grade 316L de l'acier employé.

L'acier a été livré sous forme de tige circulaire de ½ pouce de diamètre. Sa structure microscopique est donnée par la figure 2 - 1. Il a été employé tel que reçu (c'est à dire sans recuit). Le taux d'inclusion est de 2.5% dans le sens longitudinal et de 2.1% dans le sens transversal . Ce calcul a été réalisé par analyse d'image grâce au logiciel « *Image Tools* », sur des microstructures de surfaces polies..

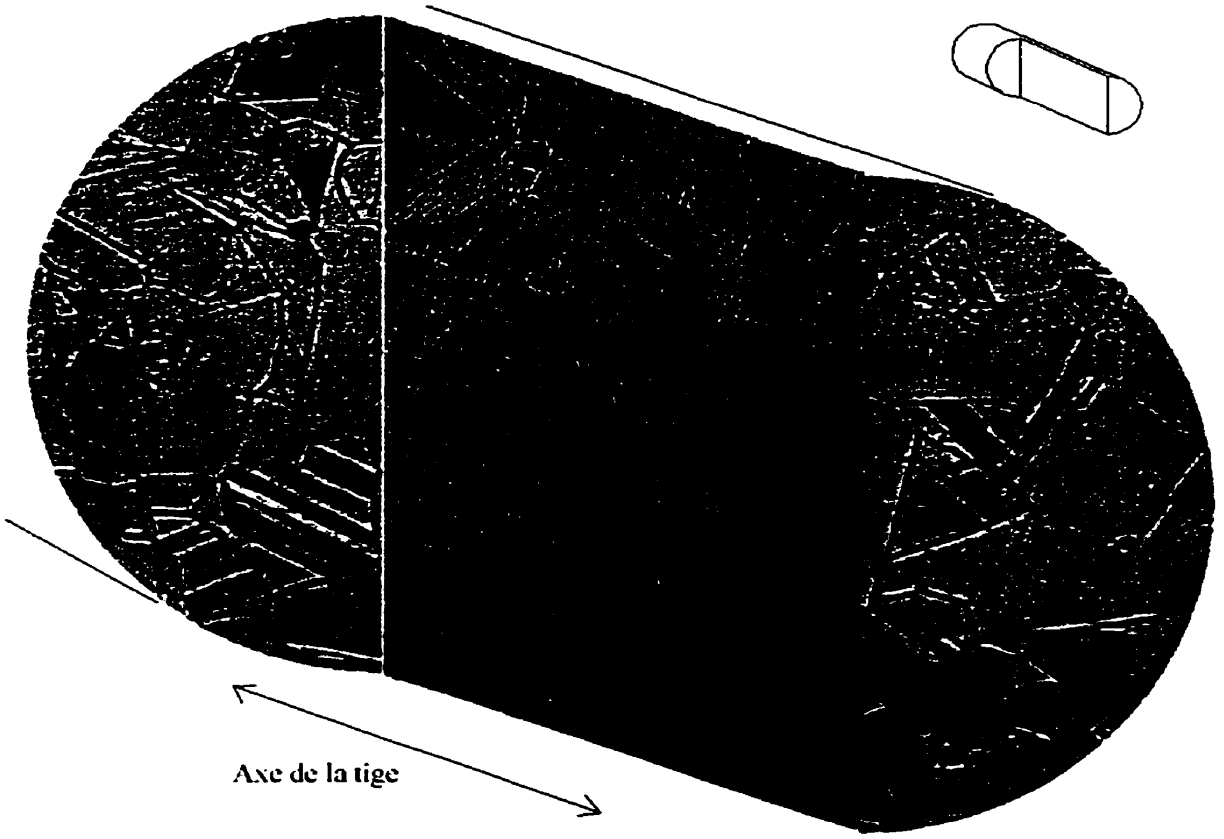


Figure 2 - 1 : Microstructure de l'acier inoxydable austénitique 316L utilisé (avant prédéformation)

(réactif d'attaque : 1HCl 1HNO_3 1H_2O, [77])

2.2. La préparation des éprouvettes

L'usinage des éprouvettes de CSC a été effectué par l'atelier d'usinage de l'École Polytechnique. Deux types de formes d'éprouvettes ont été faits : section ronde de 6.35mm de diamètre (1/4 de pouce), et section carrée de 4mm de coté. Les différentes grandeurs sont données par la figure 2 - 2.

Une fois que toutes les éprouvettes ont été usinées et prédéformées, elles ont été polies chimiquement à l'exception de la moitié de celles à section carrée qui ont été laissée telles que (brut d'usinage et de prédéformation). Pour ce polissage nous avons utilisé la solution suivante : 4 vol. HNO_3, 1 vol. HCl, 1 vol. H_3PO_4, 5 vol acide acétique, à 70°C pendant 10 minutes.

Le but d'avoir deux types d'éprouvettes à section ronde (lisses et brutes) était de voir l'influence de l'état de surface sur l'amorçage des fissures de CSC. Pour les éprouvettes à section carrée, quant à elles, le but était de quantifier la vitesse de propagation.

Pour simplifier la lecture par la suite, les éprouvettes à section ronde avec un état de surface brut seront appelées éprouvettes rondes brutes. De même, les deux autres types d'éprouvettes seront appelées éprouvettes rondes lisses et éprouvettes carrées.

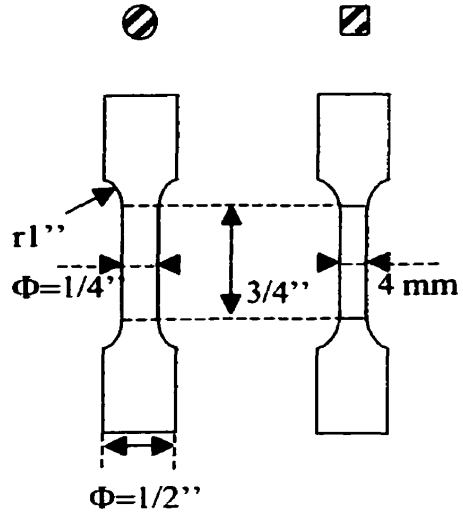


Figure 2 - 2 : Schéma des éprouvettes de CSC

2.3. Préécrouissage

2.3.1. Les différents préécrouissages choisis

Le but premier de notre travail était d'étudier l'influence de plusieurs types de préécrouissages face à la résistance à la CSC. Les trois types choisis sont : aucune prédéformation (référence), une déformation en traction (5%) et quatre déformations en fatigue (amplitudes et nombres de cycles différents). Deux raisons expliquent ces choix. Premièrement en service, il n'est pas rare que, dans une application donnée, le matériau soit appelé à travailler en traction (surcharge accidentelle, ...) ou en fatigue (mouvements cycliques, variations de températures ...). Deuxièmement comme l'a souligné Chambreuil [8], d'un point de vue conception de pièces, les aciers possèdent un rapport limite d'élasticité / résistance à la rupture assez faible : 0.3-0.4. Cependant il est

possible de les durcir à froid par préécrouissage (tréfilage, étirage, laminage, forgeage) (Rouby [78]).

Les éprouvettes non prédéformées sont en fait notre référence.

Le choix d'une prédéformation en traction de 5% se justifie par les travaux de Magdowski [73]. Il a montré en effet que la vitesse de fissuration en CSC ne change pas beaucoup plus après 5% de déformation monotone (cf. figure 1 –22).

Les quatre prédéformations en fatigue choisies sont deux à une amplitude totale de déformation de $\varepsilon_t=\pm 0.25\%$ pour 50 et 500 cycles, et les deux autres à $\varepsilon_t=\pm 0.75\%$ pour 20 et 50 cycles. Toutes les prédéformations en fatigue ont été effectuées à 0.1Hz. Des travaux ont déjà été faits par Chambreuil [8] sur un acier inoxydable austénitique 316L, démontrant une meilleur résistance à la CSC du matériau prédéformé en fatigue. Le but d'avoir choisi trois autres types de fatigue est de voir si, pour une amplitude et / ou un nombre de cycles différents, les résultats sont les mêmes. Le nombre de cycles va changer la stabilité des sous-structures de dislocations, et l'amplitude des cycles la structure en tant que telle, comme l'ont montré Bernard et al [76] (cf. paragraphe 1 – 4 - 3).

Pour faciliter la lecture, les éprouvettes non prédéformées seront appelées soit 0% soit non prédéformées, les éprouvettes 5% désignerons donc les éprouvettes prédéformées en traction. Enfin pour les éprouvettes prédéformées en fatigue, nous dirons les éprouvettes 0.25% 50 cycles au lieu de spécifier à chaque fois éprouvettes

prédéformées en fatigue à une amplitude de totale de déformation de 0.25% pour 50 cycles.

2.3.2. Les dispositifs

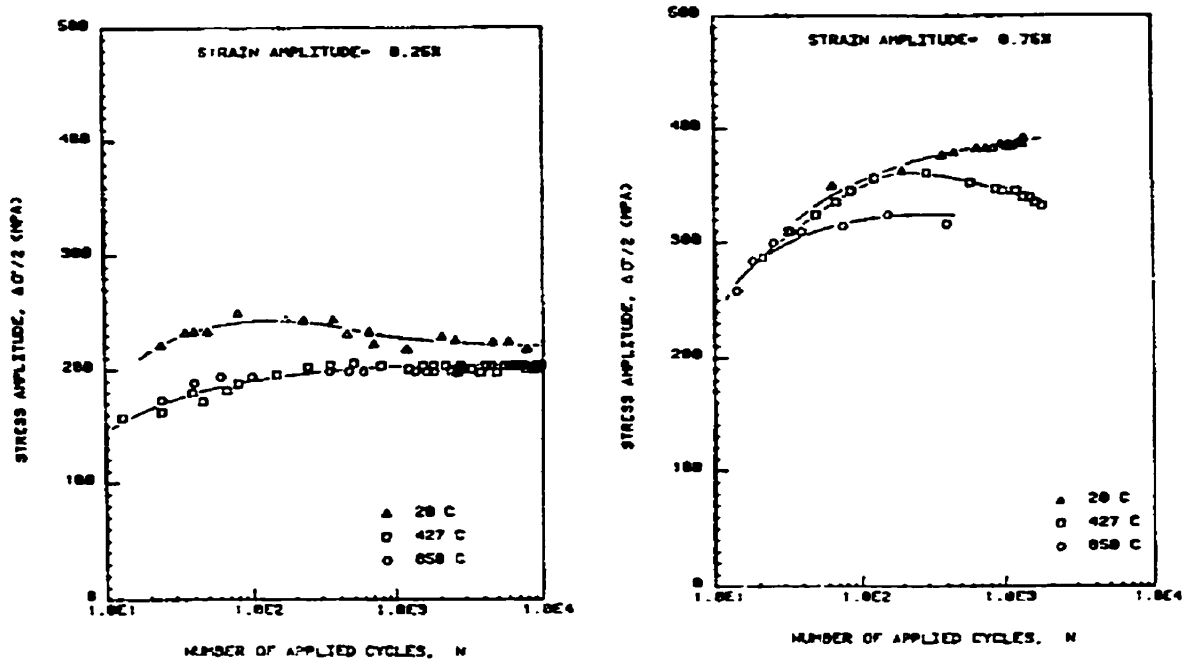
Pour toutes les prédéformations, nous avons utilisé la même machine : une machine servohydrolique Instron 8521. Pour les éprouvettes de traction, nous avons utilisé des mors montés sur rotules afin d'être sûr de bien déformer dans l'axe de l'éprouvette seulement.

Pour les éprouvettes de fatigue, nous avons choisi un rapport R de -1, mais en déplacement total imposé ($\varepsilon_{t\ min}/\varepsilon_{t\ max}$). Nous avons fait ce choix pour deux raisons. Premièrement le but d'une prédéformation en fatigue était d'avoir une structure de dislocations stable, et donc pour cela il était préférable de travailler à déformation imposée. En effet en contrainte imposée, il faut faire face au phénomène de consolidation qui diminue l'amplitude de déformation plastique. Donc il y a moins de variation de l'amplitude plastique. Comme il est bien connu en fatigue, il faut plusieurs cycles avant d'atteindre une hystérésis stable dans la courbe ε-σ, les variations étant plus prononcées dans les premiers cycles. Bernard et al [76] ont d'ailleurs montré ce phénomène dans leurs essais sur un acier inoxydable 316 comme le montre la figure 2 - 3. Ainsi si nous avions travaillé à contrainte imposée, celle-ci se serait avérée trop faible

pour imposer la déformation voulue. Les résultats de Bernard et al démontrent un phénomène de consolidation plus fort et plus long dans le cas d'une déformation imposée de 0.75% que pour 0.25%. Cependant en déformation totale imposée, ce phénomène de consolidation se produit, mais la déformation imposée compense en grande partiee cette consolidation, seule l'augmentation de la déformation élastique n'est pas compensée. Deuxièmement d'un point de vue pièces en service, il existe de nombreux cas de déformation imposée (par exemple une variation thermique : $\varepsilon=\alpha.\Delta T$).

Les essais ont été fait suivant la norme ASTM E606. D'un point de vue pratique, le schéma du montage de fatigue est donné par la figure 2 - 4. Un métal de Wood a été utilisé pour bien aligner l'axe de traction avec l'éprouvette, afin d'empêcher le flambage. En effet le rapport diamètre sur longueur du fût est de 1/3, ce qui est la limite pour cette géométrie (ASTM E606). Une attention particulière a été mise sur tous les contre-écrous de manière à ce qu'il n'y est aucun parasite dans les cycles de chargements au passage de la tension à la compression (R=-1). La machinerie utilisée ne permettait cependant pas d'avoir un contrôle satisfaisant du déplacement de la traverse en déplacement imposé (contrôle par l'extensomètre). Donc pour arriver à nos fins nous avons suivi la note 5 de la norme. Comme il y a durcissement et quand un déplacement imposé est impossible, la note suggère de travailler en contrainte imposée en la changeant dans le temps, de manière à avoir un déplacement presque constant comme souhaité. Les installations et programmes de commandes ne permettaient pas ce changement en cours de route. Donc, nous avons procédé par plusieurs petits programmes successifs afin d'arriver à nos fins. L'exemple des prédéformations d'une

éprouvette est donnée dans le prochain chapitre. Cependant, d'un point de vue procédure expérimentale, on peut déjà noter, que le premier cycle imposé pour chaque petits programmes n'est pas complet. En effet, la machinerie prend environ un demi cycle pour s'adapter aux ordres fournis par l'ordinateur de commande. La conséquence est un premier demi-cycle incomplet. Donc l'éprouvette a subi une légère compression lors du premier cycle de chacun des petits programmes. La géométrie des éprouvettes étant à la limite du flambage, certaines d'entre elles ont très légèrement flambé pour une amplitude de déformation imposée de 0.75%. C'est pourquoi nous n'avons pas essayé des éprouvettes prédéformées à 0.75% pour 500 cycles, que nous aurions pu comparer à celles prédéforformées à 0.25% pour 500 cycles. Cependant, les résultats, obtenus sur les éprouvettes 0.75% 50 cycles, ont été suffisants pour prédire l'influence d'une prédéformation en fatigue à forte amplitude et 'grand' nombre de cycles, comme nous le verrons dans les prochaines parties.



a) b)

Figure 2 - 3 : Courbe $\Delta\sigma$ en fonction du nombre de cycles à différentes températures
a) $\Delta\varepsilon$=0.25%, b) $\Delta\varepsilon$=0.75% [76]

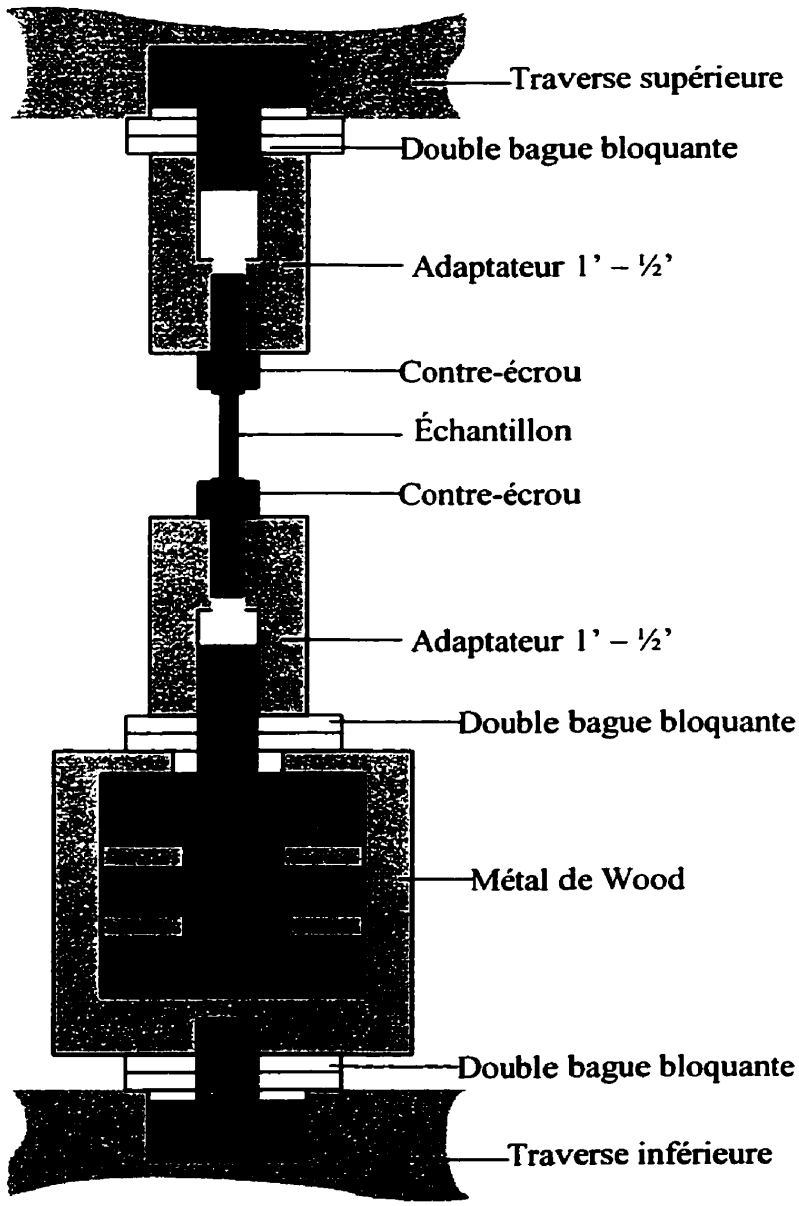


Figure 2 - 4 : Schéma du montage de fatigue

2.4. Dispositif de CSC

Les essais ont été faits dans une solution de $MgCl_2$ bouillante à 154°C [16], ce qui est équivalent à dire une solution contenant 44.7 % (poids) de $MgCl_2$. Pour protéger les mors ainsi que les parties non utiles des éprouvettes (congés et pas de vis), qui étaient en immersion dans la solution, nous les avons recouverts d'une couche de laque protectrice. Cela c'est avéré suffisant pour les éprouvettes rondes. Cependant pour les éprouvettes carrées, dont le but était de faire propager une fissure dans une direction donnée pour mesurer la vitesse de propagation, la laque n'a pas empêché l'apparition de plusieurs fissures au lieu d'une seule comme souhaité. Nous avons donc changé la couche protectrice par une résine époxy (colle bicomposante pour le métal à prise rapide, environ 5mn) que nous avons enduit sur tout le fût et les congés sauf 3mm environ au centre d'un des côté du fût. Cette technique a relativement bien fonctionné sur toutes les éprouvettes carrées.

Après avoir prédéformé, réusiné et poli les éprouvettes (si nécessaire), nous avons faits les essais de CSC en tant que tels. Les essais de CSC ont été faits à vitesse de déplacement imposée. Magnin a démontré dans ces travaux [3] que les aciers inoxydables austénitiques ne sont sensibles au phénomène de CSC, qu'en dessous d'une certaine vitesse critique, que l'auteur a estimé à 3.10^{-5} s^{-1} (figure 1 - 2). Nous avons donc choisi une vitesse de déformation de $4.7.10^{-6}$ s^{-1}, pour d'une part respecter le critère de

Magnin et d'autre part pour que les essais soient relativement court (environ 12 heures). Un schéma du montage est donné par la figure 2 - 5. Ce montage est aussi montré par la photo de la figure 2 - 6. La machine de base est un tensiomètre[1] sur lequel a été fixé un système de moteur – réducteur pour avoir la vitesse de déformation nominale voulue. Grâce à un système de plusieurs engrenages, le montage ainsi réalisé peut être facilement adapté à plusieurs ordres de grandeurs de vitesse (de 3.10^{-7} à 10^{-2} s^{-1}, pour cette longueur de fût d'éprouvette). La température de la solution de $MgCl_2$ a été maintenue à 154°C grâce à une plaque chauffante, qui permet en même temps de l'agiter par l'entremise d'un aimant en rotation. Une colonne de distillation est placée au dessus du montage pour condenser la vapeur et ainsi maintenir la concentration de $MgCl_2$ dans la solution approximativement constante. Le déplacement imposé a été appliqué dès que la solution a atteint sa température pour éviter tant que possible d'endommager la surface des éprouvettes.

---

[1] Tensomètre : c'est une petite machine de traction, sur laquelle le déplacement est appliqué par la rotation d'une manivelle, qui entraîne elle-même plusieurs engrenages et en fin de compte une vis sans fin.

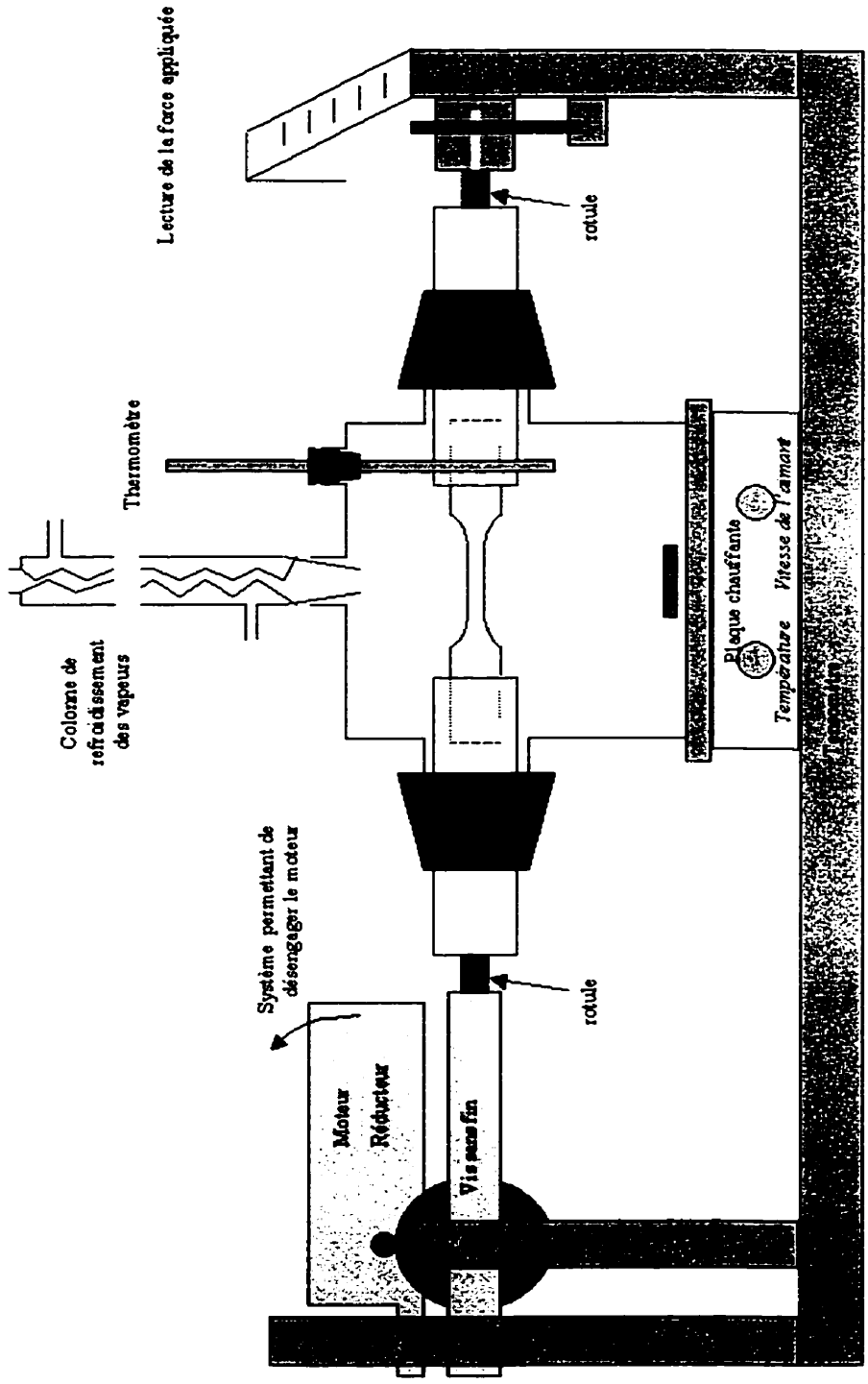


Figure 2 - 5 : Schéma du montage de CSC

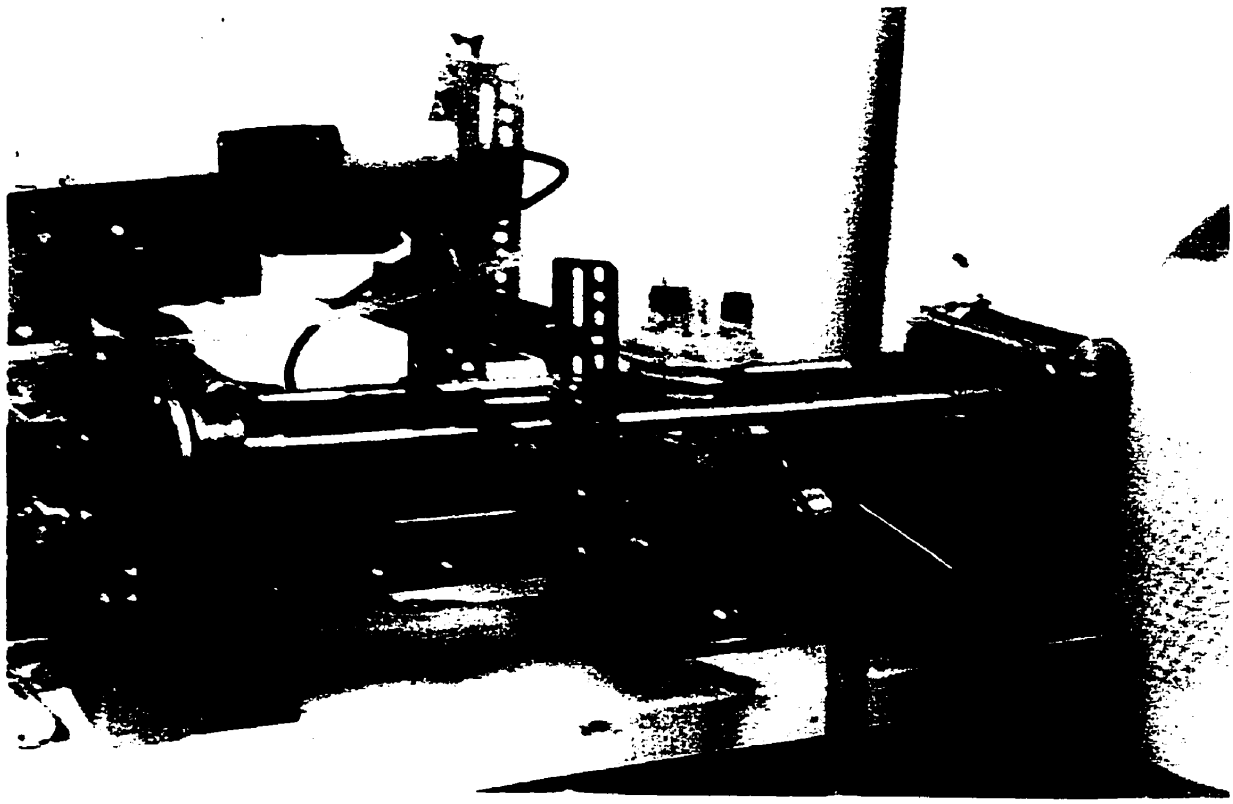


Figure 2 - 6 : Photo du montage de CSC

2.5. Fractographie

L'étude fractographique a été réalisée avec un microscope électronique à balayage (MEB) Jeol 820. Pour la prise de photo, la distance de travail la plus petite possible a été utilisé, dans la mesure du possible, pour avoir la meilleure définition possible, comme le préconise Dickson [7] (cf. paragraphe I – 2 - 1).

CHAPITRE 3

3 RÉSULTATS

Le but premier de cette étude est de voir l'influence de divers préécrouissages sur la résistance à la CSC d'un acier inoxydable industriel. Pour cela nous avons suivi la procédure expérimentale décrite dans le chapitre précédent. Les résultats des expériences sont présentés dans ce chapitre en trois parties, chacune associée à une étape du travail expérimental. Après avoir analysé brièvement les courbes de préécrouissage, nous allons présenter, dans une deuxième partie, les courbes de traction obtenues en CSC. Enfin nous décrirons les surfaces de rupture obtenues avec l'étude fractographique réalisée au MEB dans le chapitre discussion.

3.1. Courbe de préécrouissage

3.1.1. Courbes de traction

Les courbes de préécrouissage obtenues sont typiques de courbes de traction. Nous avons regroupé dans ce paragraphe les deux données utiles : $Re_{0.2}$ la limite d'élasticité conventionnelle et E le module d'Young (tableau 3 – 1). Ces données nous seront utiles par la suite, c'est pourquoi une attention toute particulière leur a été portées.

Le module d'Young anormalement petit est associé à une imprécision sur la mesure.

Tableau 3 - 1 : Propriétés mécanique du matériau

$Re_{0.2}$	420 MPa
E	130 GPa

3.1.2. Courbes de fatigue

Comme nous l'avons dit dans le chapitre sur la procédure expérimentale, les préécrouissages en fatigue ont été fait en plusieurs étapes comme le montre les figures 3 - 1 à 3 - 4. Plusieurs remarques peuvent être faites à propos de ces courbes. Quand la contrainte (de compression ou de tension) est relâchée, l'acier inoxydable est en régime élastique. Il revient donc approximativement de 0.2% pour les essais à amplitude de

±0.25% avant de retourner en régime plastique. Pour les essais à amplitude de ±0.75%, le retour élastique est d'environ 0.25%. Ceci se traduit par une largeur de l'hystérésis beaucoup plus grande pour 0.75%, donc autrement dit une déformation plastique à chaque cycle beaucoup plus grande.

Regardons maintenant le nombre de cycles nécessaires à la stabilité des courbes d'hystérésis. Pour les essais à 0.75%, 20 cycles semblent suffire pour l'ajustement de la force (cf. norme ATSM E606) (figure 3 - 1 et 3 - 2). Par contre pour les essais à 0.25%, 50 cycles ne sont pas toujours suffisants. A cette amplitude , un nombre de cycles de l'ordre de 100 serait préférable pour obtenir une hystérésis approximativement stable (figure 3 - 3 et 3 - 4).

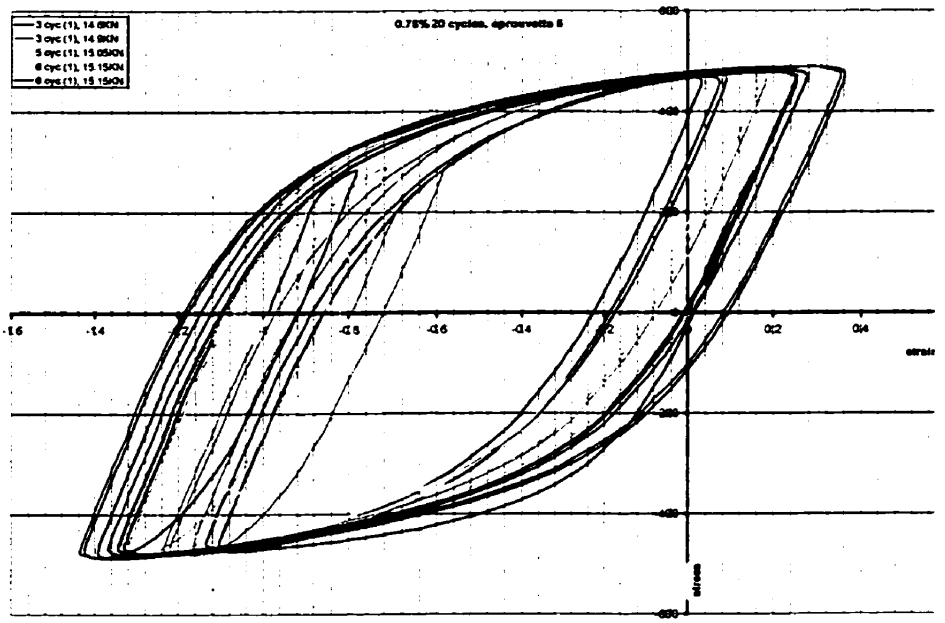


Figure 3 - 1 : Prédéformation en fatigue de 0.75%, 20 cycles

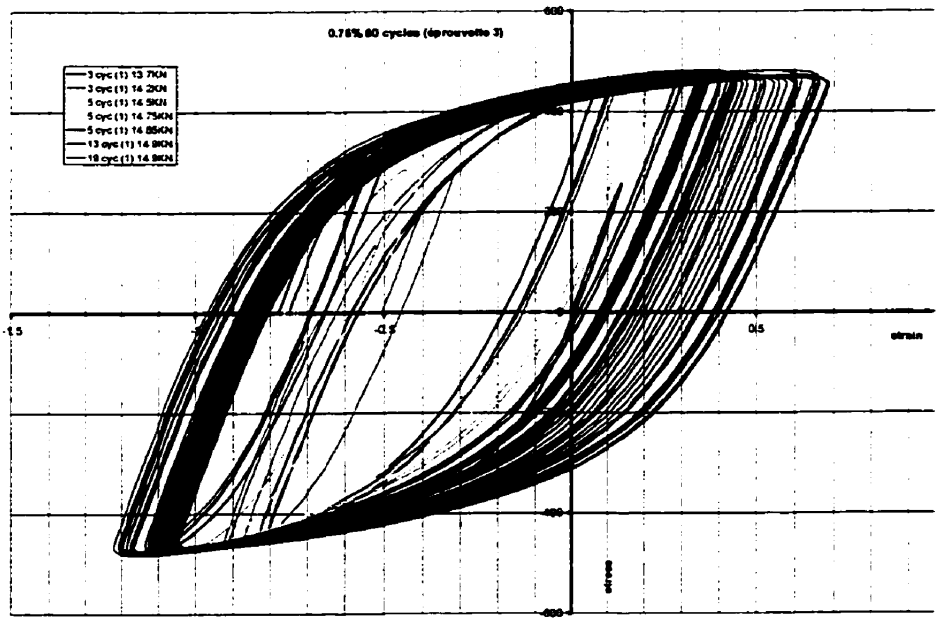


Figure 3 - 2 : Prédéformation en fatigue de 0.75%, 50 cycles

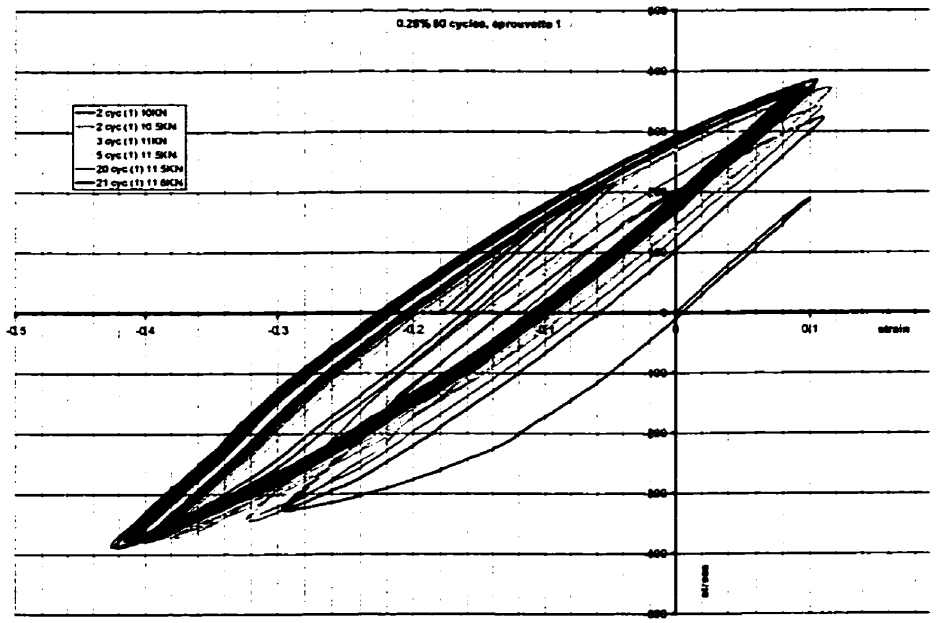


Figure 3 - 3 : Prédéformation en fatigue de 0.25%, 50 cycles

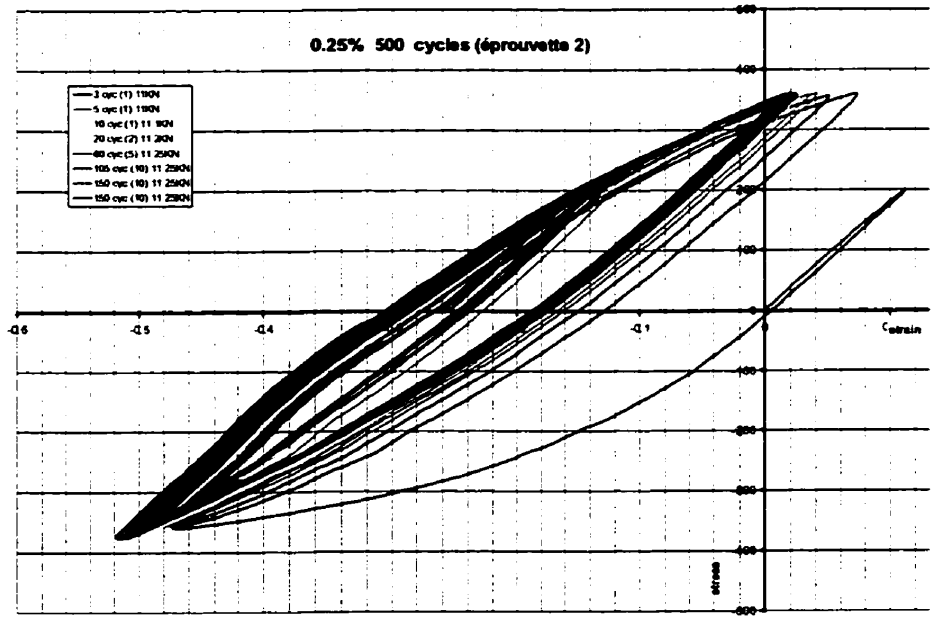


Figure 3 - 4 : Prédéformation en fatigue de 0.25%, 500 cycles

3.2. Courbe de CSC

3.2.1. Résultats bruts

Comme nous l'avons décrit dans la procédure expérimentale, le déplacement imposé a été appliqué dès que la solution a atteint sa température.. L'exemple d'un essai de traction en CSC est donnée par la figure 3 - 5. Tous les essais ont donné des résultats de ce type (sans exception). À première vue le matériau ne semble pas présenter de domaine élastique. Une première supposition serait de penser que le système doit d'abord « se mettre en place », puis ensuite passe en régime élastique (stade linéaire de la courbe avant le maximum). Or dans les prédéformations en traction, nous avons trouvé un E de 130GPa (+/-10), et un calcul de la pente du stade linéaire nous donne une pente de quelques GPa seulement. Donc la pente que l'on trouve est à coup sûr dans le domaine plastique et correspond au taux de consolidation. De plus l'apparition des premières petites fissures visibles à l'œil était relativement rapide, ce qui laisse penser qu'une déformation plastique était déjà présente. Enfin la première grosse fissure se faisait un peu avant le maximum en général, comme dans les essais de Chambreuil [8]. Cependant, cette idée d'adaptation du système n'est pas complètement fausse. En effet, deux facteurs importants sont à prendre en compte : l'expansion thermique de la machine et l'alignement de tout le système.

Dans un premier temps, nous avons pensé que l'adaptation de la machine n'était dû qu'à l'expansion thermique de la machine. Les portes échantillons sont eux aussi en acier inoxydable austénitique et donc conduisent raisonnablement bien la chaleur. De plus, la plaque chauffante est plus grande que le bocal et donc chauffe non seulement la solution mais aussi l'air environnant. Ces deux phénomènes conduisent donc à un réchauffement de la machine et donc à son expansion qui compense le déplacement imposé comme le montre le schéma de la figure 3 - 6.

Au début seule l'éprouvette et la partie des mors dans la solution sont à 154°C, le reste est à température ambiante. Avec le temps les mors chauffent, les renforts aussi mais moins. Si on suppose que les renforts ne ''bougent'' pas, cela veut dire que l'expansion des mors tend à compresser l'éprouvette et d'où le phénomène de compensation du déplacement imposé. Le déplacement réel n'est pas une fonction linéaire du temps. Avec le temps, l'ensemble des pièces de la machine continue à chauffer jusqu'au moment où elles atteignent leur température d'équilibre avec l'extérieur (à $t=t_{chauffage}$, correction du déplacement : $u_{chauffage}$). Après ce moment le déplacement réel devient une fonction linéaire du temps. Les températures de 20, 30, 50 et 70°C du schéma (figure 3 – 6) sont, bien entendu, fausses et arbitrairement choisies (température ambiante 20°C, tiède 30°C, chaude 50°C, brûlante 70°C et à ne pas s'approcher 150°C), car chaque pièce présente un gradient de température. Mais leur but est de faciliter la compréhension du phénomène de compensation thermique.

Pour vérifier cette hypothèse, nous avons fait un essai en attendant 5 heures, entre le moment où la solution était à 154°C et l'application du déplacement. Le résultat est donné par la figure 3- 7. Même dans ce cas avec attente, la courbe de obtenue expérimentalement ne présente pas de partie élastique comme nous nous y attendions. L'expansion thermique n'est donc pas la seule explication à la non-présence d'une partie élastique linéaire. Le deuxième point à prendre en compte est l'alignement de toutes les parties du montage selon l'axe de traction. Ceci est représenté schématiquement sur la figure 3.8 (les défauts sont grossis pour mieux comprendre, de même les valeurs choisies sont arbitraires). Au début de l'essai, même si un soin tout particulier a été porté pour que tout soit le plus droit possible, un léger désalignement était toujours présent dû aux imprécisions de la géométrie des composantes (les bocaux plus particulièrement). Ce désalignement (surtout vertical) était visible à l'œil nu. Quand la charge appliquée était suffisamment grande, aucun désalignement n'était visible à l'œil nu. Comme le montre la figure 3 - 8, quand les différents parties du montage s'alignent, le montage est plus long qu'au début, nous faisons donc face à un phénomène de compensation comme dans le cas de l'allongement thermique décrit précédemment. Quantifions la correction à apporter. Le désalignement du début était approximativement de 10° pour l'ensemble des éprouvettes. Le poids du bocal, de l'éprouvette, des mors, ... est de 4kg environ. Les mors sont reliés au tensomètre par une rotule et aux portes échantillons par un pivot. Nous pouvons donc dire que le montage se comporte comme une chaîne à trois maillons. Sous l'effet de son poids, la chaîne a tendance à fléchir. Lorsqu'une force est appliquée sur les deux bout de la chaîne, elle va se tendre et s'aligner. Si, pour le temps de ces

calculs, nous passons outre le fait que l'éprouvette s'allonge, un bilan simplifié des forces qui s'applique sur le mors, nous donne sur l'axe vertical :

$$\Sigma F = 0$$

$$F*\sin\theta + P = 0$$

d'où un angle θ d'équilibre donné par

$$\theta = \arcsin|P/F| \qquad \text{(valable seulement quand F suffisamment grande)}$$

Avec θ, nous pouvons calculer la différence de longueur du système qui est donné par :

$$\Delta L = 2*L_l*(\cos\theta_f - \cos\theta_i)$$

où L_l est la longueur d'un mors, et θ_i, θ_f les angles de désalignement initiaux et finaux. (dans le schéma θ_f est approximé à 0°)

Le graphique de la figure 3 - 9 montre la variation de l'angle θ et de la correction de déformation en fonction de la force F appliqué à l'échantillon. Au dessus d'une force appliquée de 1500N, la déformation ne varie presque plus. Étant donné que le bilan de force est simplifié (friction négligée, ...), nous admettons que la correction à apporter pour l'alignement est de 11 à 12% (d'allongement).

Donc, comme nous venons de le voir, deux phénomènes sont à prendre en compte lors de l'interprétation des résultats. Ainsi pour pouvoir comparer nos résultats entre eux et avec ceux de la littérature, il nous faut déterminer ce déplacement d'initialisation de la machine. Avant toute chose, nous tenons à faire remarquer qu'il faut voir les courbes de résultats brut comme composées d'une part par une courbe de traction 'classique', et d'autre part par un étirement de l'axe du temps du à l'initialisation de la machine. En regardant rapidement les résultats, nous pouvons cependant séparer les éprouvettes entre celles qui ont cassé rapidement et les autres qui ont cassé plus lentement. Ayant suivi la même procédure expérimentale pour tous les essais, nous avons trouvé pour chaque groupe un temps similaire pour chaque éprouvette.

Pour la plupart des éprouvettes rondes, le temps d'initialisation est d'environ 300 minutes en moyenne. Cette valeur a été fixée pour les raisons suivantes. Comme le montre la figure 3 - 5, la courbe des résultats, Force – Temps, présente une légère bosse vers 280 minutes. Si on se réfère seulement aux données de la figure 3 - 5, la pente, jusqu'au point d'abscisse 280 minutes, augmente, comme si elle voulait se rapprocher du module d'Young. Après ce point, la pente diminue avant de réaugmenter jusqu'à atteindre une valeur presque constante. Juste après le point d'inflexion, cela correspond à la transition élastique – plastique. Ensuite le régime plastique se dirige de plus en plus vers un régime linéaire. Ainsi, dans le cas des éprouvettes rondes (qui ont en général cassé plus lentement), la machine a déjà atteint sa position d'équilibre et donc il n'y a

plus d'initialisation. On peut donc plus facilement trouver le début de ladéformation plastique, et ainsi trouver le temps de chauffage avec plus de précision.

Pour le reste des éprouvettes qui ont cassé plus rapidement, le temps d'initialisation est certainement le même, étant donnée que la procédure expérimentale est la même. Cependant, il n'est pas possible d'observer un point d'inflexion comme dans le cas précédent (figure 3 - 10). Ceci s'explique tout simplement par un temps plus court pour que la transition élastique – plastique se fasse. Dans ce cas, pendant une partie non négligeable de la déformation plastique, il y a aussi initialisation de la machine.

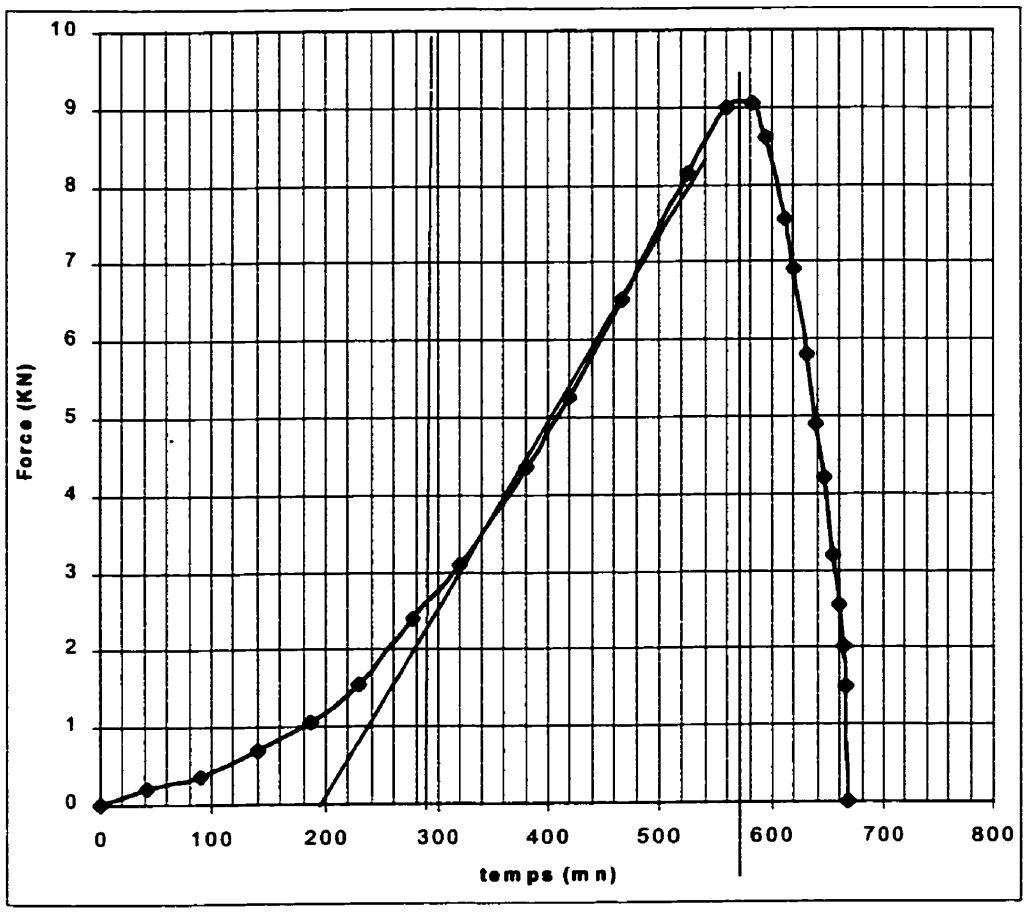


Figure 3 - 5 : Résultat brut d'un essai de CSC. (rond brut 0.25% 500 cycles)

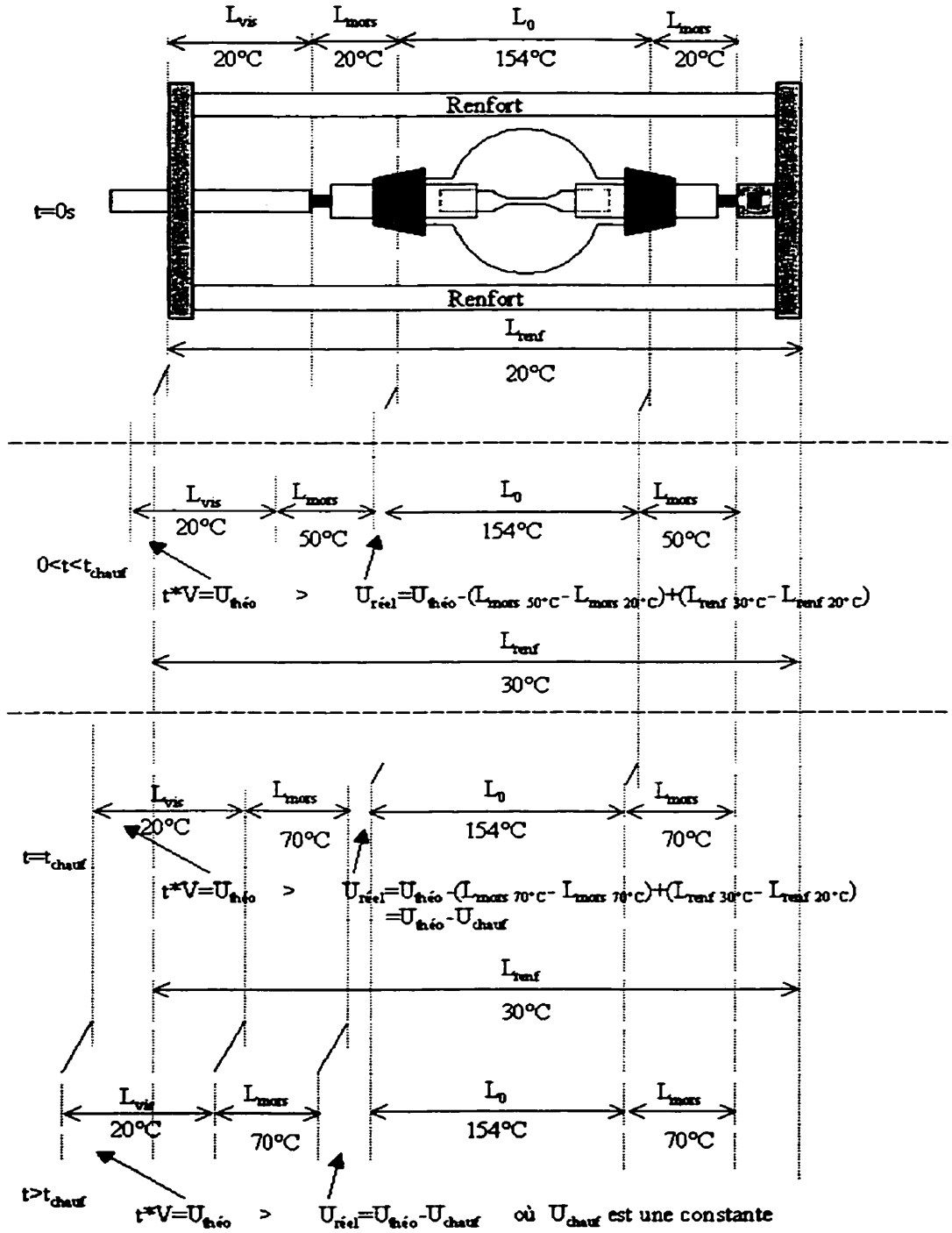


Figure 3 - 6 : Expansion thermique de la machine

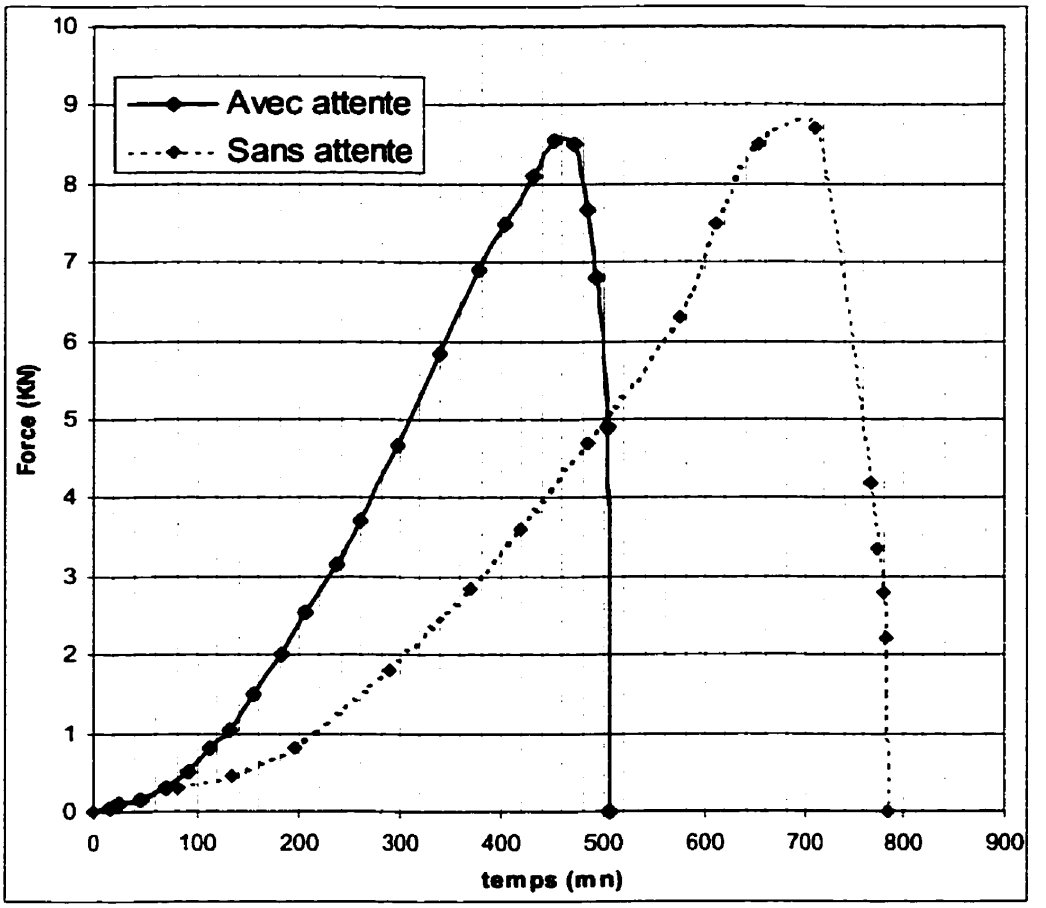


Figure 3 - 7 : Comparaison de résultats bruts (rond brut, sans prédéformation)

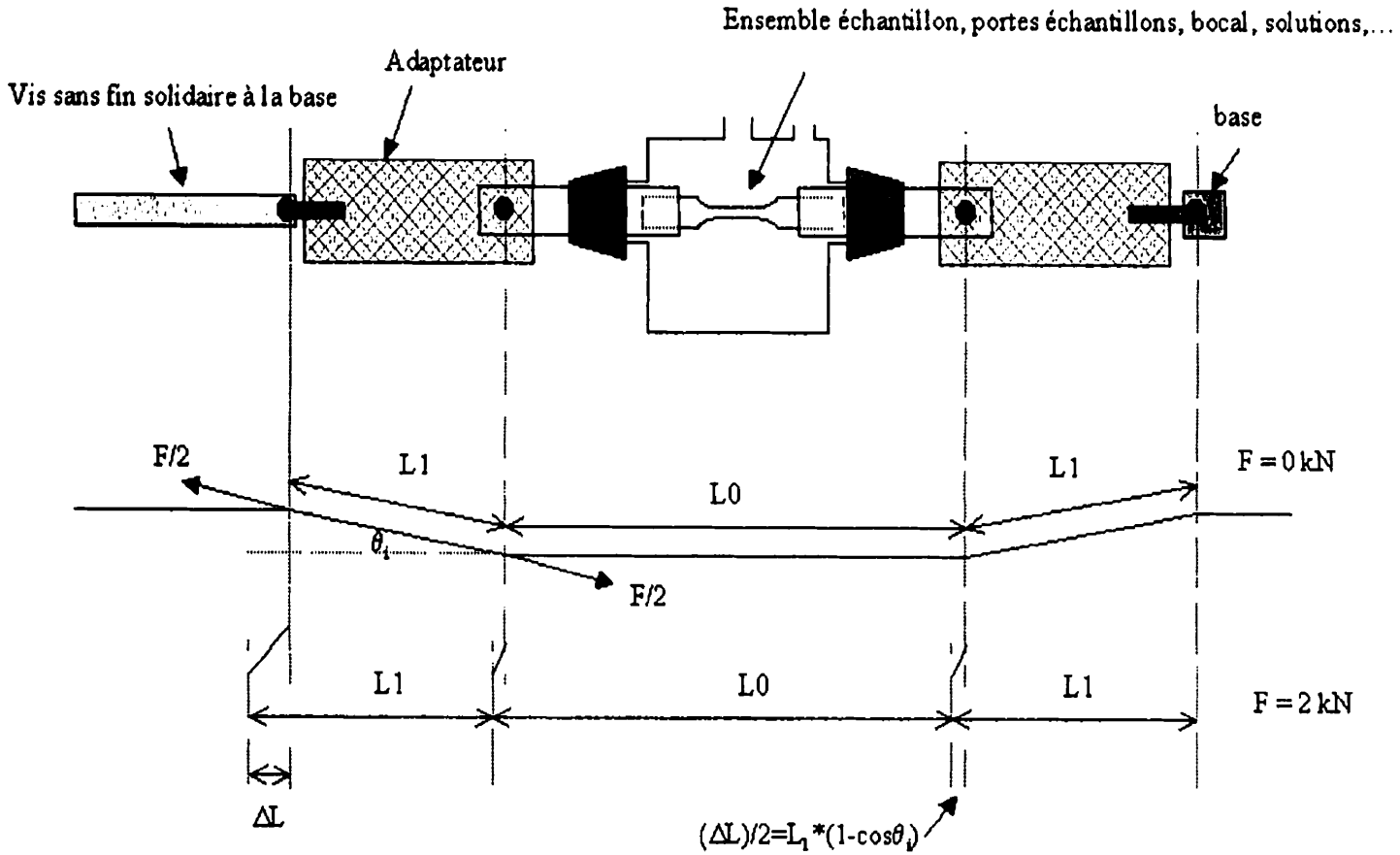


Figure 3 - 8 : Schéma de l'allongement dû à l'alignement

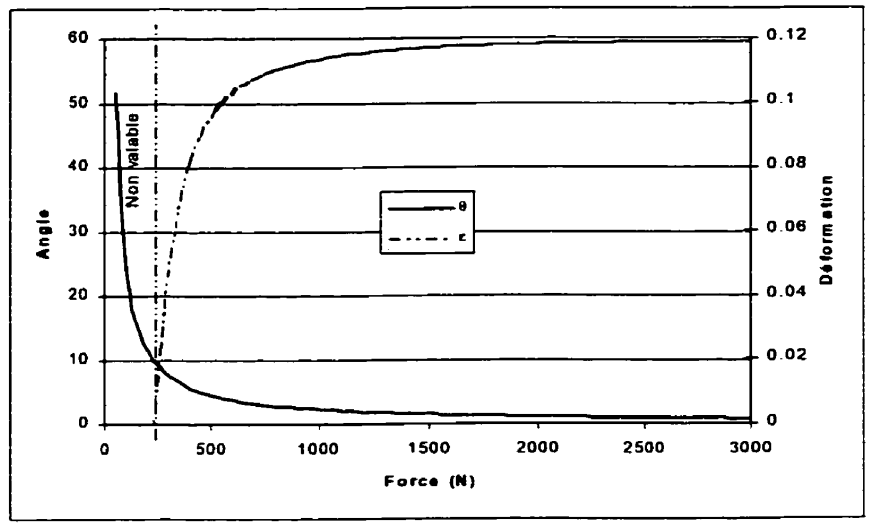


Figure 3 - 9 : Courbe de l'angle de désalignement et de la déformation de réalignement en fonction de la force.

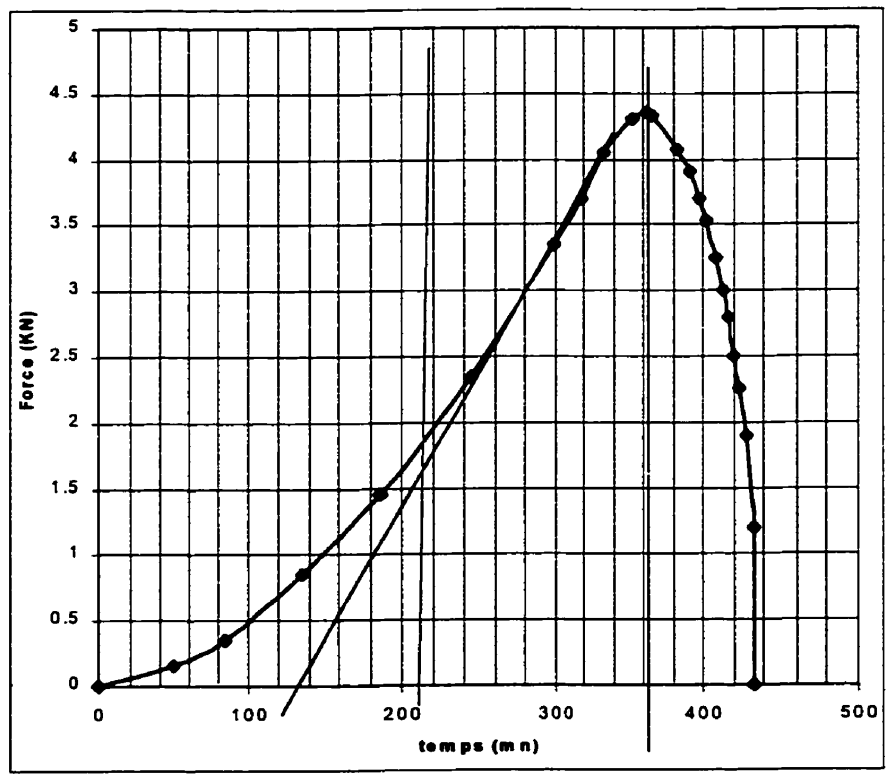


Figure 3 - 10 : Résultat brut d'un essai de CSC. (carré lisse 0.25% 500 cycles)

3.2.2. Résultats corrigés

Pour chaque courbe, le temps d'initialisation (à soustraire à l'allongement totale expérimental) a été déterminé en prenant en compte les points mentionnés dans le paragraphe précédant (allongement thermique, alignement). De plus à partir de maintenant, les résultats seront présentés sous une forme plus conventionnelle : contrainte versus déformation. L'ensemble des résultats est donné par les trois figures suivantes (figures 3 - 11 à 3 - 13). Avant de comparer les résultats entre-eux, une dernière rectification reste à être apportée. La plupart des courbes présentent une rupture finale très rapide, ce qui se traduit par la fin quasi-verticale. Cependant pour quatre essais (rondes lisses 0% et 0.25% 50 cycles, carrées lisses 0.25% 50 et 500 cycles), la pente finale de la courbe est beaucoup plus petite. Cela correspond à une déformation plastique prolongée. En fait, l'observation des éprouvettes nous montre qu'au niveau de la rupture finale, deux fissures importantes étaient présentes dans ces quatre éprouvettes. La présence de ces deux fissures a ainsi entraîné un étirement plastique localisé très prononcé, d'où la déviation finale sur les courbes. Cet étirement plastique est illustré par les figures 3 - 14 et 3 - 15 qui représentent le fût de deux éprouvettes (le fût des autres éprouvettes sont présentés soit par la suite dans d'autres figures, soit en annexes A, B et C). Les courbes ont donc été corrigées, en se basant sur la vitesse de chute des autres essais. L'extrapolation est indiquée par une flèche sur les graphiques (figures 3 – 12 et 3

– 13). Les données expérimentales que nous apportent ces graphiques sont regroupés soit par type de surface tableaux 3 - 2 soit par type de prédéformation tableaux 3 – 3

Tableau 3 - 2 : Tableaux récapitulatifs des données de CSC (classement par surface)

Éprouvettes rondes brutes			
Type de préécouissage	Déformation totale (%)	Contrainte maximum (MPa)	Déformation à contrainte maximum(%)
0%	13.7	280	10.8
0.25% 50 cycles	14.7	290	12.1
0.25% 500 cycles	10.7	286	8.3
0.75% 20 cycles	10.8	259	8.7
0.75% 50 cycles	8.5	193	6.7
5%	5.7	125	4.5

Éprouvettes rondes lisses			
Type de préécouissage	Déformation totale (%)	Contrainte maximum (MPa)	Déformation à contrainte maximum(%)
0%	11	279	6.6
0.25% 50 cycles	10.1	310	7.5
0.25% 500 cycles	10.1	306	7.6
0.75% 20 cycles	8	205	4.6
0.75% 50 cycles	7.4	235	5.9
5%	6.7	129	5.0

Éprouvettes carrées lisses			
Type de préécouissage	Déformation totale (%)	Contrainte maximum (MPa)	Déformation à contrainte maximum(%)
0%	6.7	312	4.3
0.25% 50 cycles	6.7	270	4.1
0.25% 500 cycles	6.3	272	4.3
0.75% 20 cycles	6.1	256	4.2
0.75% 50 cycles	6.3	265	4.3
5%	5.2	240	3.6

Tableau 3 - 3 : Tableaux récapitulatifs des données de CSC (classement par prédéformation)

0%			
Type de surface	Déformation totale (%)	Contrainte maximum (MPa)	Déformation à contrainte maximum(%)
Rond brut	13.7	280	10.8
Rond lisse	10.1	310	7.5
Carré lisse	6.7	312	4.3

0.25% 50 cycles			
Type de surface	Déformation totale (%)	Contrainte maximum (MPa)	Déformation à contrainte maximum(%)
Rond brut	14.7	290	12.1
Rond lisse	10.1	310	7.5
Carré lisse	6.7	270	4.1

0.25% 500 cycles			
Type de surface	Déformation totale (%)	Contrainte maximum (MPa)	Déformation à contrainte maximum(%)
Rond brut	10.7	286	8.3
Rond lisse	10.1	306	7.6
Carré lisse	6.3	272	4.3

0.75% 20 cycles			
Type de surface	Déformation totale (%)	Contrainte maximum (MPa)	Déformation à contrainte maximum(%)
Rond brut	10.8	259	8.7
Rond lisse	8	205	4.6
Carré lisse	6.1	256	4.2

0.75% 50 cycles			
Type de surface	Déformation totale (%)	Contrainte maximum (MPa)	Déformation à contrainte maximum(%)
Rond brut	8.5	193	6.7
Rond lisse	7.4	235	5.9
Carré lisse	6.3	265	4.3

5%			
Type de surface	Déformation totale (%)	Contrainte maximum (MPa)	Déformation à contrainte maximum(%)
Rond brut	5.7	125	4.5
Rond lisse	6.7	129	5.0
Carré lisse	5.2	240	3.6

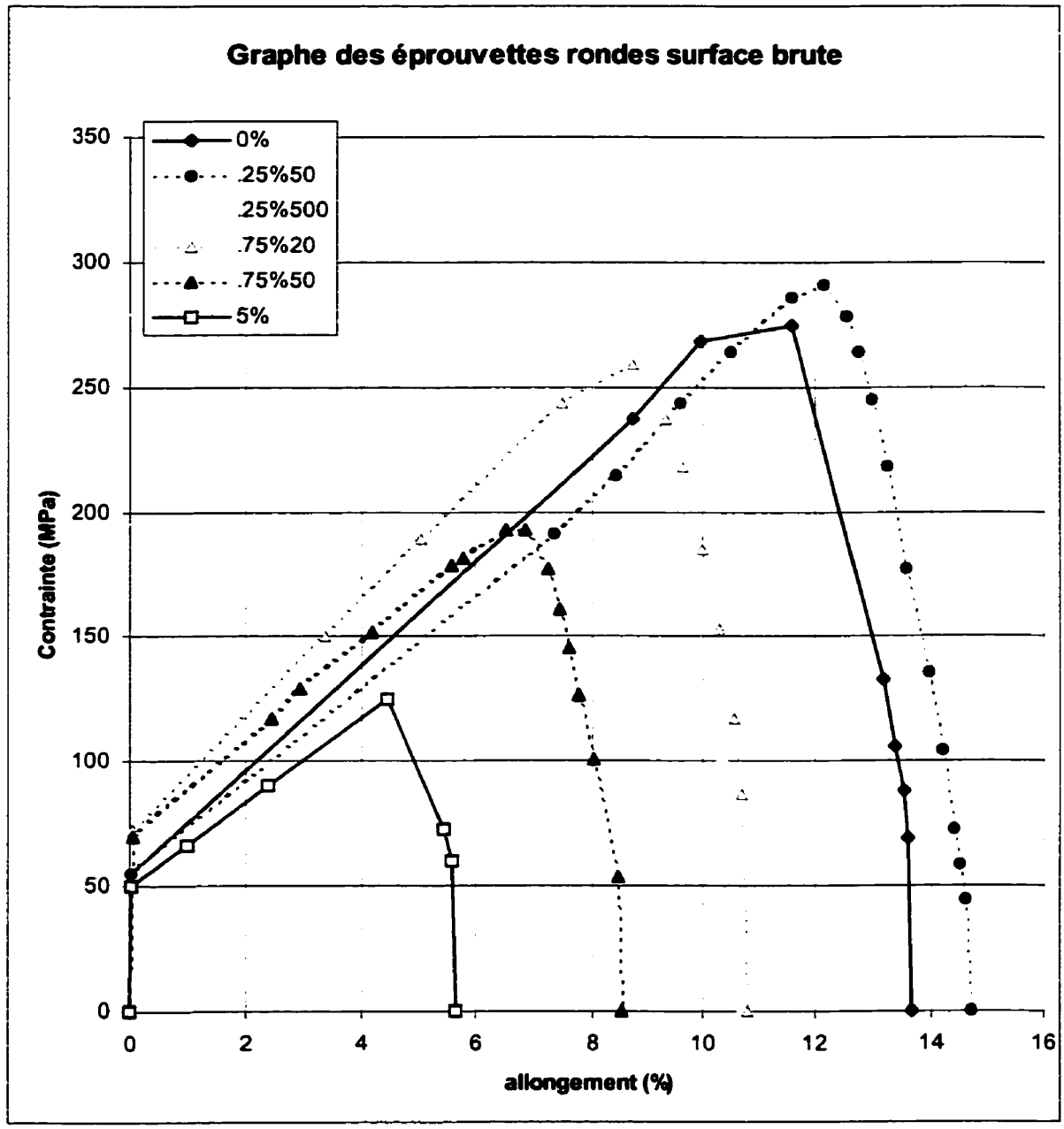


Figure 3 - 11 : Courbes de CSC corrigées pour les éprouvettes rondes brutes

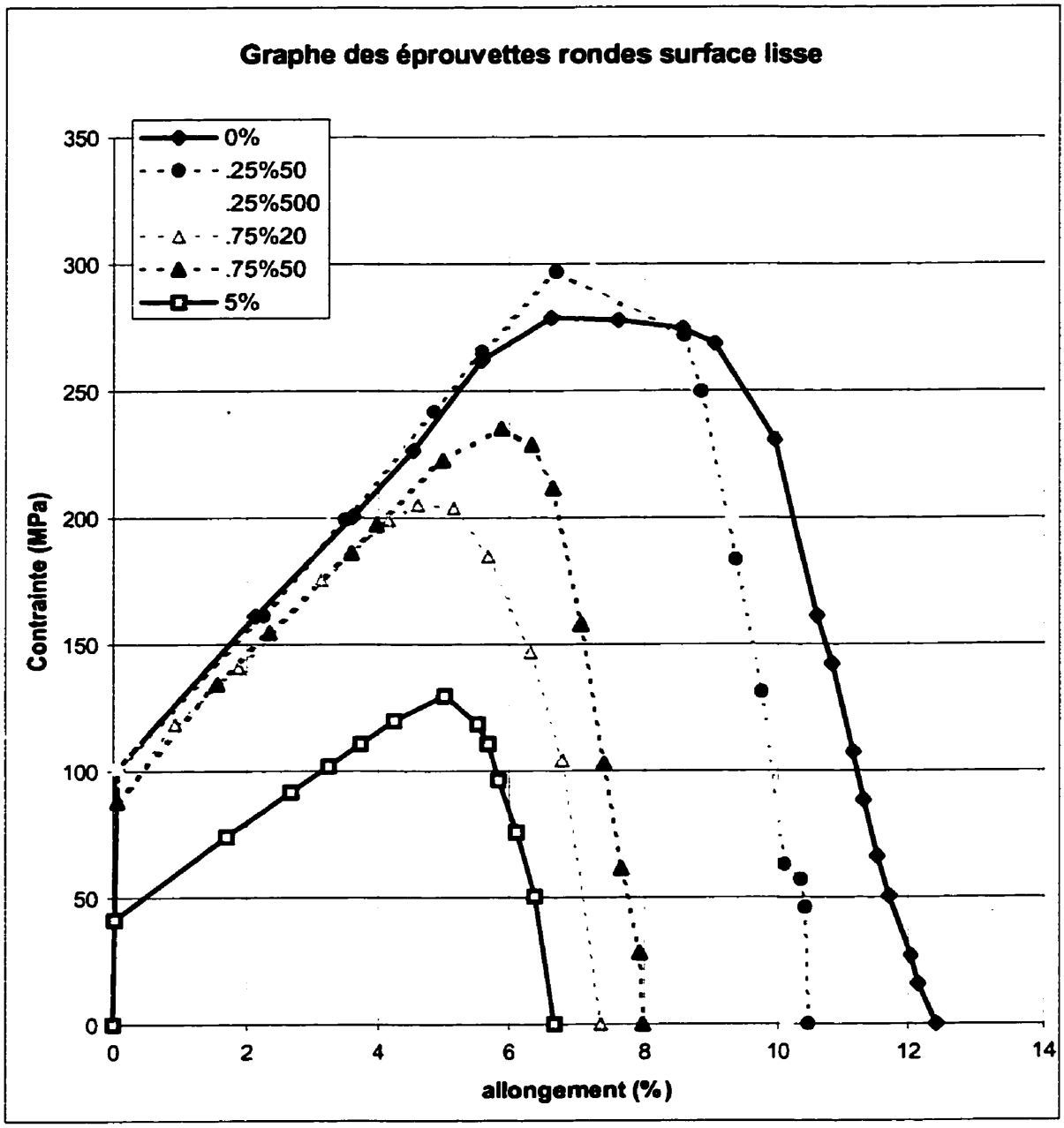


Figure 3 - 12 : Courbes de CSC corrigées pour les éprouvettes rondes lisses

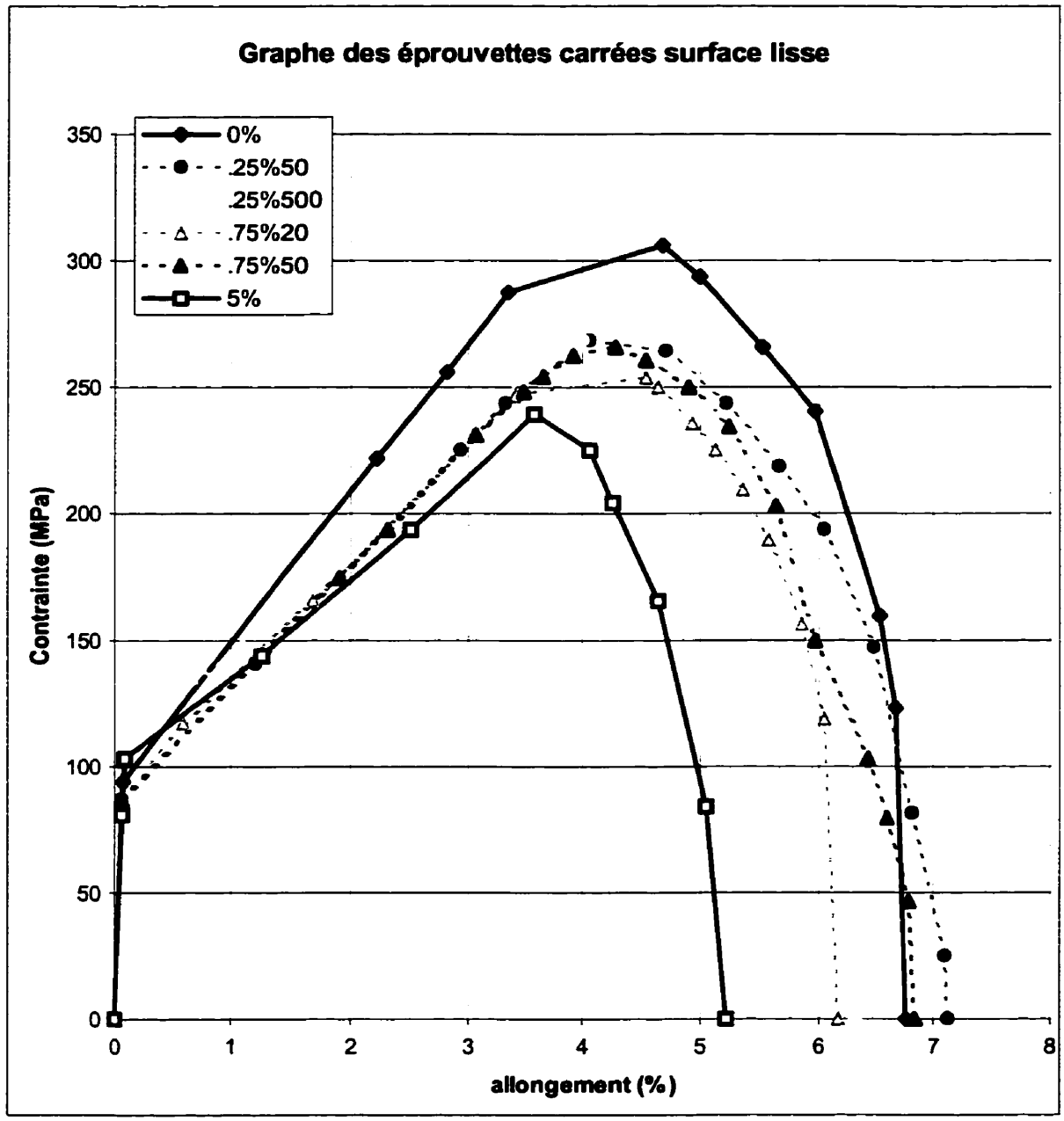


Figure 3 - 13 : Courbes de CSC corrigées pour les éprouvettes carrées lisses

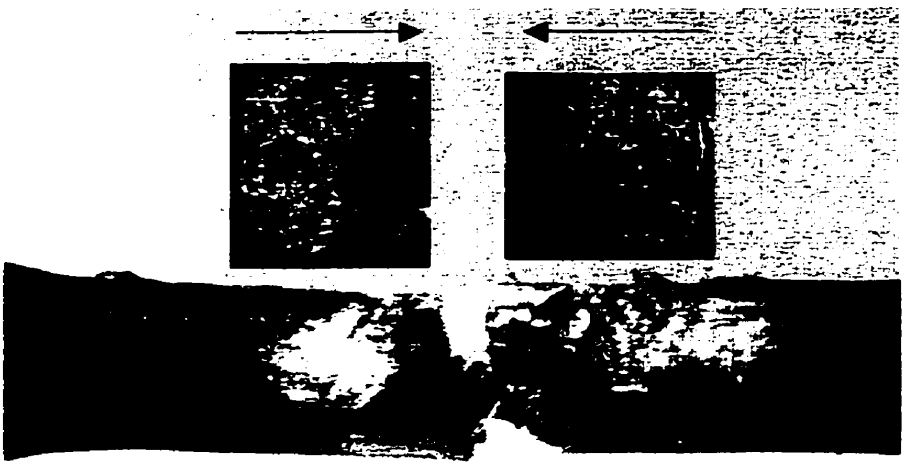


Figure 3 - 14 : Fût d'une éprouvette avec étirement plastique final localisé (carré lisse .25% 50 cycles)

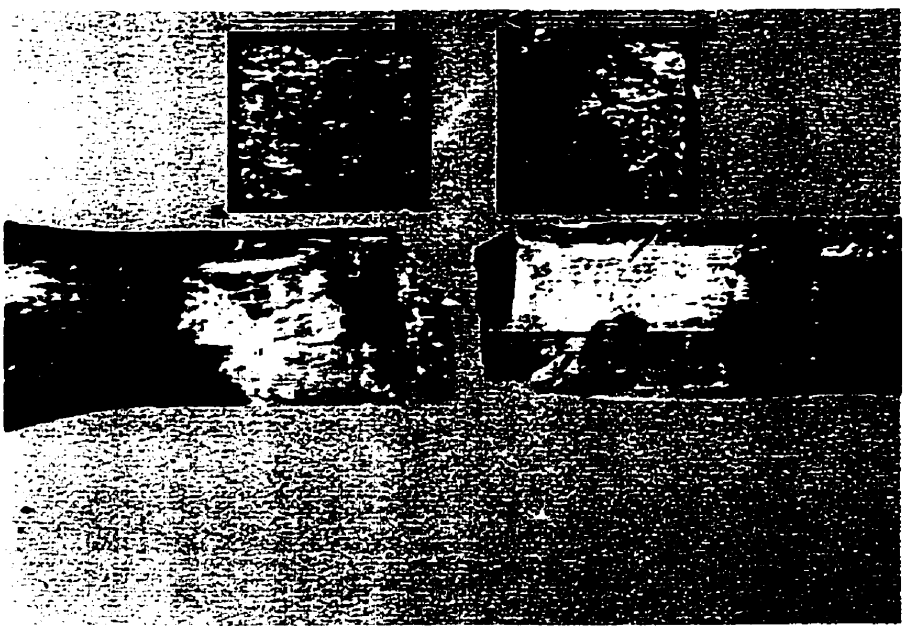


Figure 3 - 15 : Fût d'une éprouvette sans étirement plastique final localisé (carré lisse .25% 500 cycles)

CHAPITRE 4

4 DISCUSSION

Ce chapitre est divisé en trois parties. Premièrement, nous décrierons les courbes de traction corrigées en CSC (figures 3 - 11 à 3 - 13), et expliquerons les causes des différences obtenues. Ensuite, nous nous attarderons plus sur l'évolution de la fissure plutôt que sur l'éprouvette dans son ensemble. Ainsi, nous décrirons dans une deuxième partie, la vitesse de propagation de la fissure. Enfin, nous examinerons les surfaces de rupture.

4.1. Déformation des éprouvettes en CSC

Dans ce paragraphe, nous allons décrire et expliquer les courbes de traction obtenues en CSC (figures 3 - 11 à 3 - 13). Pour cela, nous allons tout d'abord diviser l'étude en deux parties qui correspondent à deux paramètres de l'étude: la surface du fût

et la prédéformation. Ensuite, nous analyserons les résultats d'un point de vue contrainte maximum plutôt que déformation totale, car les résultats diffère légèrement.

4.1.1. Influence de l'état de surface

À la vue des courbes de CSC expérimentales (figures 3 - 11 à 3 - 13), nous pouvons dire que les éprouvettes rondes brutes peuvent subir une plus grande déformation totale que les éprouvettes rondes lisses. Pour comprendre ces différences, nous avons observé le fût des éprouvettes. Nous avons remarqué que les éprouvettes rondes brutes, qui se sont beaucoup allongées, présentent de nombreuses petites fissures sur toute la surface en plus de la fissure principale (figure 4 - 1 et annexe A). Les deux autres éprouvettes rondes brutes (5% et 0.75% 50 cycles) et les éprouvettes rondes lisses ne présentent que peu de fissures secondaires (figure 4 – 2 et annexe B). Parmi ces dernières, celle qui présente le plus de petites fissures secondaires, correspond à l'éprouvette qui a le plus grand allongement (ronde lisse 0%, figure 4 - 3). En fait, les valeurs de l'allongement final données par les tableaux 3 - 2 ou 3 - 3, montrent que jusqu'à environ 10% d'allongement, moins de fissures sont présentes. Mais à partir d'environ 11%, plus de fissures secondaires sont formées.

Les éprouvettes carrées présentent le plus petit allongement à la rupture. Par contre la contrainte maximum ne diffère pas beaucoup pour plusieurs types de préécrouissage entre les différentes surfaces. Pour expliquer ce résultat, deux paramètres sont à prendre en compte. Premièrement, le fût des éprouvettes carrées ne présente presque pas de petites fissures (figure 3 - 15). Même dans les cas où il y a eu

multifissuration (fissure 3 - 14), les différentes fissures présentes restent grandes et peu nombreuses. Dans de tels cas, moins de déformation plastique généralisée peut être accumulée. Au contraire la déformation est plutôt localisée. De plus, la section de ces éprouvettes est beaucoup plus petite (environ 2 fois). Donc pour deux fissures de même longueur, qui se propageraient l'une dans une éprouvette ronde et l'autre dans une éprouvette carrée, le facteur d'intensité de contrainte augmente beaucoup plus vite dans le deuxième cas. Le résultat d'une courbe de CSC d'un acier inoxydable 316 représentant la vitesse de fissuration en fonction du facteur d'intensité de contrainte est représenté par la courbe de la figure 4 - 4 [3]. Cette courbe présentent trois stades. Lorsqu'une fissure est suffisamment grande pour être dans le troisième stade, la propagation devient très rapide, et la vie de l'éprouvette devient donc très petite. Donc, étant donné que K augmente plus vite pour les éprouvettes carrées, leur allongement final est plus petit que pour les éprouvettes rondes.

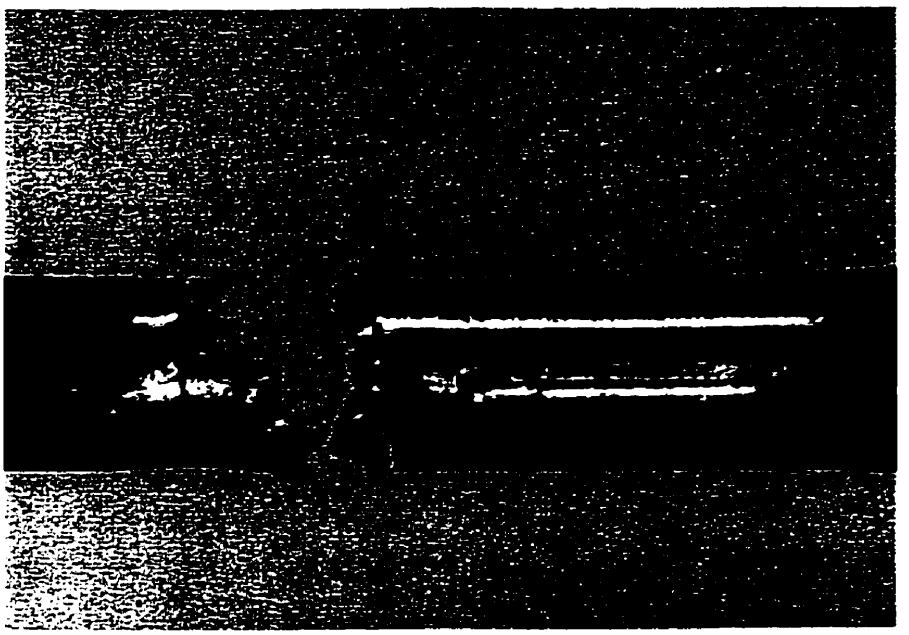


Figure 4 - 1 : Fût d'une éprouvette ronde brute (éprouvette 0.25% 50 cycles)

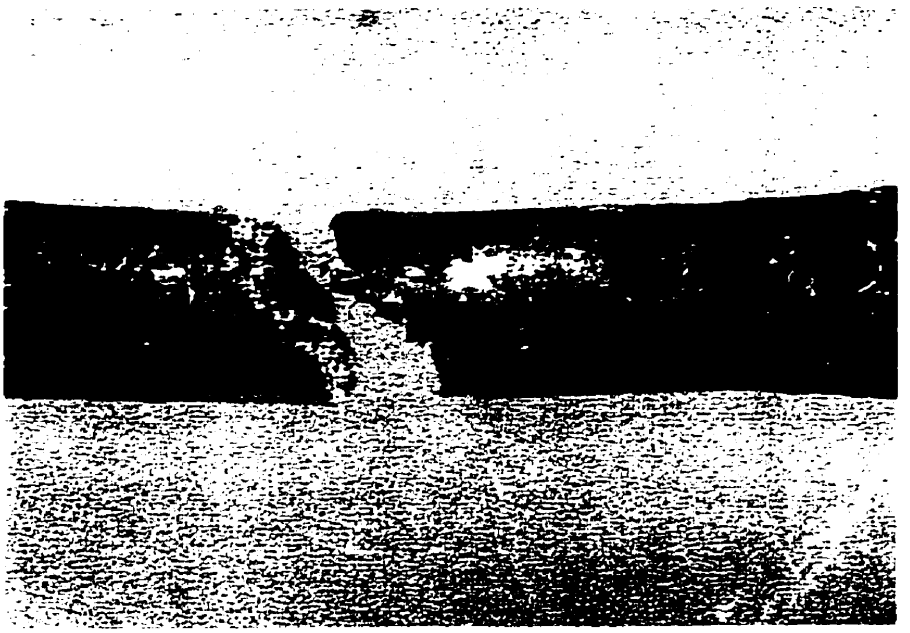


Figure 4 - 2 : Fût d'une éprouvette ronde lisse (éprouvette 0.25% 500 cycles)

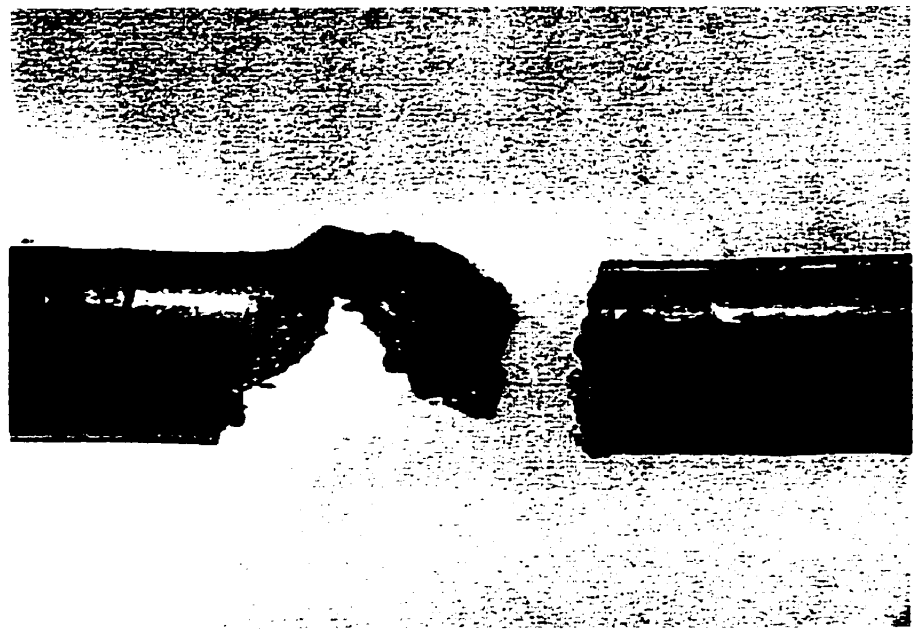


Figure 4 - 3 : Fût d'une éprouvette ronde lisse (éprouvette 0%)

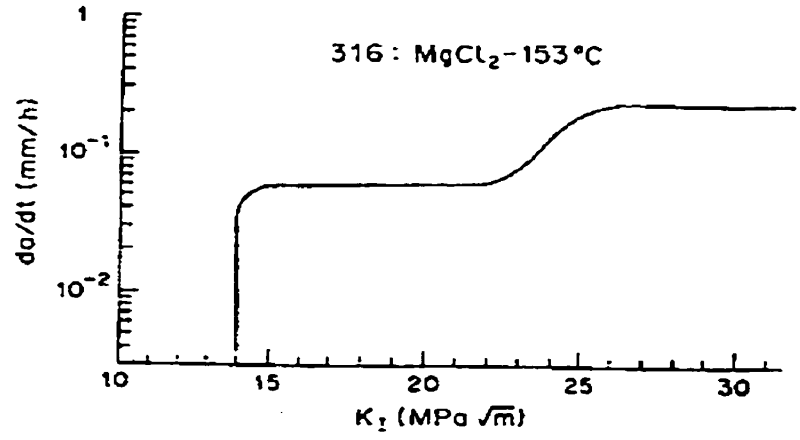


Figure 4 - 4 : Courbe de la vitesse de propagation (da/dt) en fonction du facteur d'intensité de contrainte (K) [3]

4.1.2. Influence de la prédéformation

Comme le montrent les courbes expérimentales de CSC (figures 3 - 11 à 3 - 13), si nous prenons comme critère les différentes prédéformations, l'ordre du temps à la rupture des éprouvettes change d'un type de surface à l'autre. Cependant certains résultats restent constants quels que soient les types de surfaces.

4.1.2.1. Prédéformation en traction

Pour tous les types de surfaces, une prédéformation en traction de 5% conduit toujours au plus petit allongement. Ce résultat est en accord avec les résultats de Chambreuil [8]. Cependant le fût de nos éprouvettes n'a pas était plus corrodé par rapport autres types de prédéformation, ce qui diffère des résultats de Chambreuil (figure 1 - 24). Mais par contre nous avons remarqué que pas ou très peu d'autres fissures se sont amorcées sur le reste du fût. Ceci dénote donc que la propagation des fissures est rapide dans le cas d'une telle prédéformation. Pour expliquer ce phénomène, Chambreuil propose une synergie entre la déformation plastique et la corrosion en fond de fissure. Cette synergie serait plus grande dans le cas d'une prédéformation en traction à cause de la structure de dislocations obtenue. La corrosion augmente le nombre de lacunes en fond de fissure, qui augmentent ainsi la mobilité des dislocations. Le mouvement des

dislocations crées des marches sans film passif, ce qui, d'après l'auteur, entraîne une corrosion localisée plus grande. Cette dernière est alors à l'origine d'une fissuration, qui sera donc plus rapide dans le cas des éprouvettes prédéformées en traction.

4.1.2.2. Prédéformation en fatigue

4.1.2.2.1. A faible amplitude (0.25% 50 et 500 cycles)

Parmi les différentes prédéformations en fatigue, seules celles à 0.25% 50 cycles donnent des résultats qui se rapprochent de ceux des éprouvettes non prédéformées. Les autres prédéformations conduisent toujours à une diminution de la vie des éprouvettes. Dans le cas de la surface brute, le résultat expérimental de l'éprouvette 0.25% 50 cycles est meilleur que celui de l'éprouvette 0%. Pour expliquer ceci, regardons le fût des deux éprouvettes correspondantes. L'éprouvette 0.25% 50 cycles (figure 4 - 1) présentent plus de fissuration secondaire que celle à 0% (figure 4 – 5).

Sur les surfaces lisses (carrées et rondes), les éprouvettes 0.25% 50 et 500 cycles se comportent sensiblement de la même manière, et ne présentent pas de différences d'allongement final comme dans le cas des éprouvettes rondes brutes. Dans le cas des éprouvettes lisses, en supposant que la surface est toujours la même au départ quelques soient les éprouvettes, la différence obtenue dans le cas des éprouvettes brutes ne peut s'expliquer que par une initiation différente des fissures. Les observations du fût des deux éprouvettes montrent que les deux éprouvettes brutes présentent de nombreuses

fissures. Cependant, dans le cas de l'éprouvette brute 0.25% 50 cycles, celles-ci sont très nombreuses et très petites, par rapport au cas de l'éprouvette brute 0.25% 500 cycles comme le montre la figure 4 - 6. Des observations au MEB nous ont permis d'expliquer ce phénomène. La surface de l'éprouvette déformée 500 cycles (figure 4 - 7) est beaucoup plus lisse que celle déformée 50 cycles (figure 4 - 8) (si nous écartons les fissures dans les deux cas). Donc pour les éprouvettes 500 cycles, les fissures qui se sont développées à la surface sont plus grosses, car dès qu'une fissure s'initie à un endroit donné, la concentration de contrainte est plus grande à cet endroit que sur une grande zone qui l'entoure. Par contre, pour les éprouvettes 50 cycles, la surface est complètement recouverte de petites rayures qui sont toutes des concentrateurs de contraintes. Donc même si une fissure s'initie à un défaut donné, la concentration de contrainte en ce point ne sera pas excessivement plus grande qu'aux alentours. En fait, les sites d'initiation sont pour les éprouvettes prédéformées 500 cycles des sites de propagations privilégiés, alors qu'ils le sont moins pour les éprouvettes prédéformées 50 cycles. Les plus nombreuses traces des éprouvettes 50 cycles ne peuvent pas venir de la prédéformation pour deux raisons. Premièrement, si ces défauts correspondaient à des intrusions – extrusions (typiques des défauts de surface en fatigue), ils seraient plus marqués pour l'éprouvettes 500 cycles. Deuxièmement, les défauts forment deux séries de lignes qui sont parallèles sur tout le fût. Ceci n'est pas typique d'intrusions – extrusions qui suivent des plans cristallographiques, donc l'échantillon devrait être un monocristal pour avoir toujours la même orientation des défauts.

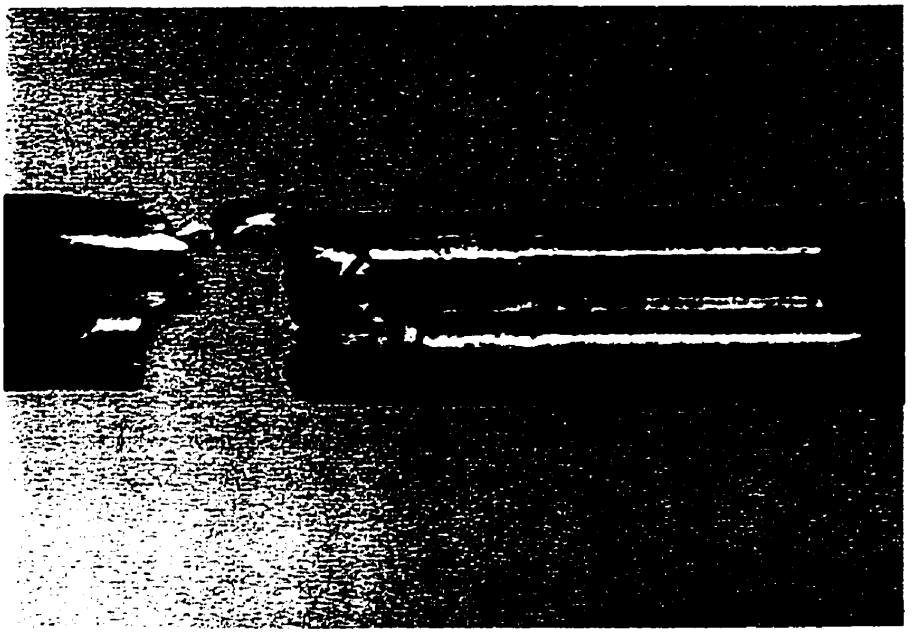
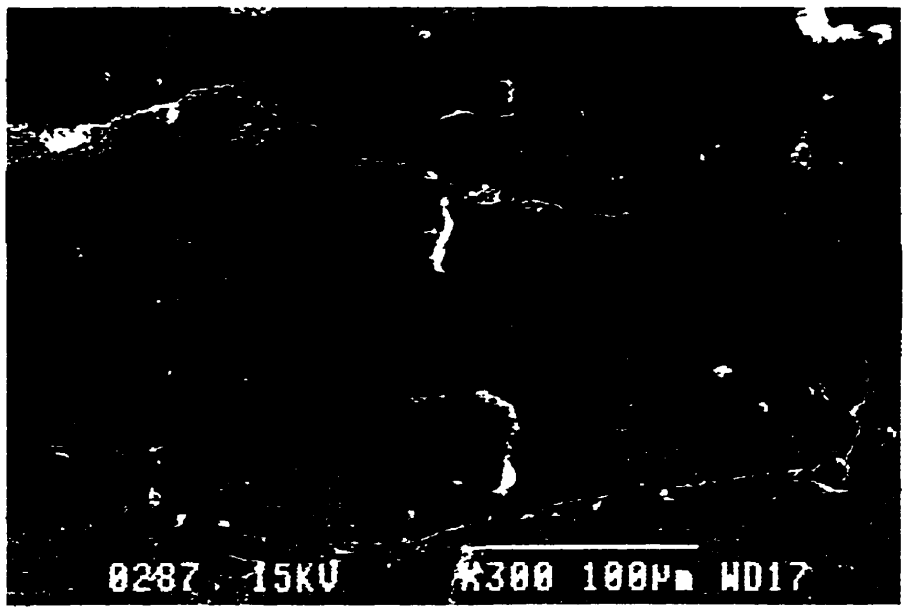


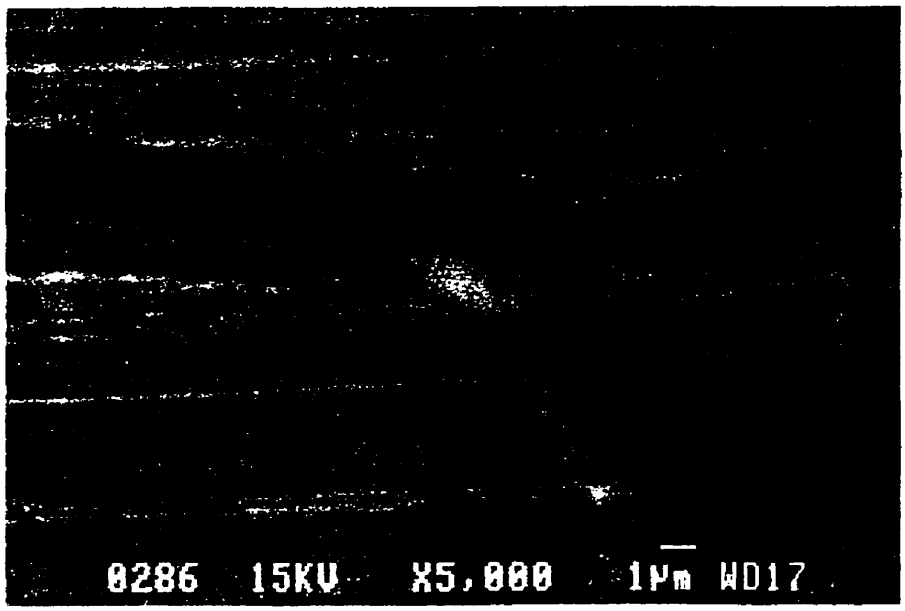
Figure 4 - 5 : Fût d'une éprouvette ronde brute (éprouvette 0%)



Figure 4 - 6 : Fût d'une éprouvette ronde brute (éprouvette 0.25% 500 cycles)

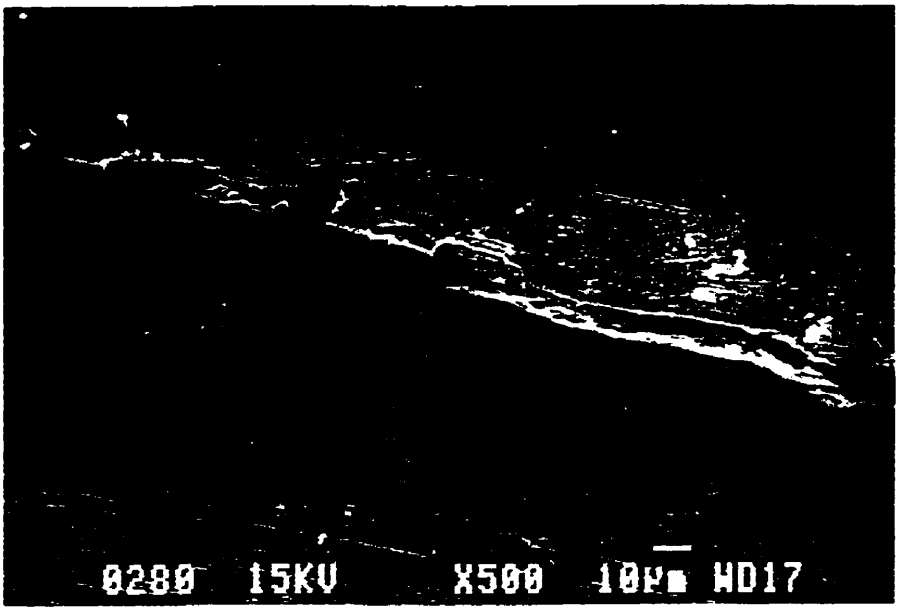


a)

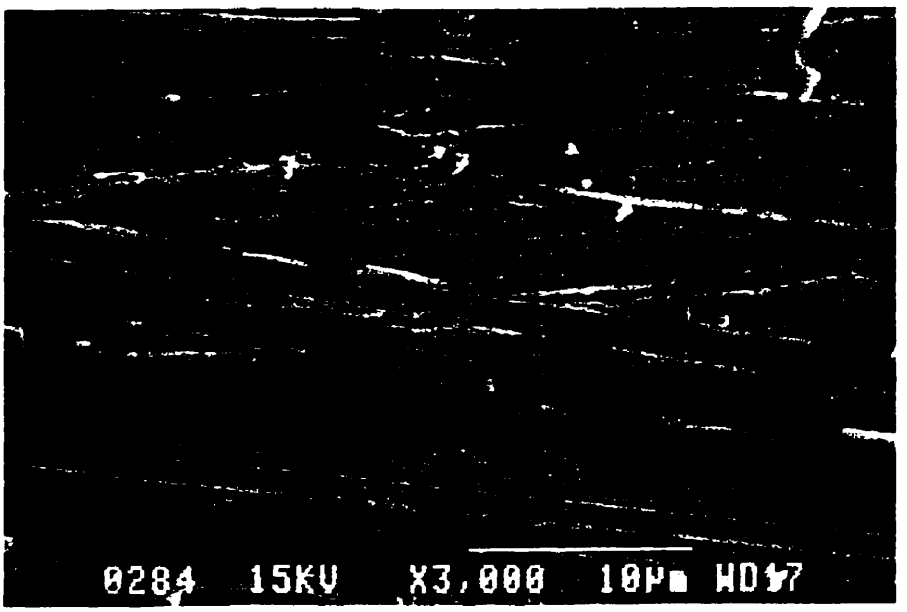


b) agrandissement de a)

Figure 4 - 7 : Vue microscopique du fût d'une éprouvette ronde brute (0.25% 500 cycles)



a)



b)

Figure 4 - 8 : Vue microscopique du fût d'une éprouvette ronde brute (0.25% 50 cycles)

4.1.2.2.2. A grande amplitude (0.75% 20 et 50 cycles)

Même si tous les résultats des éprouvettes de fatigue sont en général moins bons que ceux des éprouvettes sans prédéformation, nous avons constaté que les résultats étaient meilleurs dans le cas des éprouvettes à plus faible amplitude de déformation. L'allongement final ainsi que la contrainte maximum des éprouvettes prédéformées à $\Delta\varepsilon/2=0.75\%$ sont plus petits pour les éprouvettes rondes. Cela laisse supposer que la propagation est plus rapide lorsque l'amplitude de prédéformation en fatigue est plus grande. Deux raisons peuvent expliquer ce phénomène, soit le niveau du plateau (cf. stade II figure 4 - 4) est plus haut pour les éprouvettes 0.75%, soit le début du stade III (propagation rapide finale) est plus tôt (soit les deux cas combinés).

Les résultats pour les éprouvettes carrées sont relativement constants pour toutes les éprouvettes prédéformées en fatigue. Cela s'explique par la rapide augmentation du facteur K avec l'avancée de la fissure. Comme nous l'avons déjà dit précédemment, le stade III est très rapidement atteint pour les éprouvettes carrées, dès qu'une fissure s'est un peu propagée, quelque soit l'amplitude de la prédéformation en fatigue.

Si nous regardons maintenant seulement les résultats des éprouvettes à grandes amplitudes, nous pouvons remarquer que les résultats ne sont pas toujours dans le même ordre. Pour les éprouvettes à surface lisse, une prédéformation à $\Delta\varepsilon/2=0.75\%$ pour 50 cycles donne de meilleurs résultats que pour une prédéformation de 20 cycles à cette

amplitude. Pour les éprouvettes à surface brute, c'est l'inverse. Pour expliquer ceci, nous devons prendre en compte l'influence du premier cycle de préécrouissage. En effet comme nous l'avons signalé dans la partie sur la procédure expérimentale, le premier cycle de chaque programme est plus en compression. Quand la prédéformation choisie exige peu de cycles (20), l'influence de cette courte prédéformation monotone dû à la non-symétrie de la force appliquée lors du premier cycle reste cependant importante. En effet la structure de dislocations n'est pas encore très stable, le défaut (de surplus de compression) fait en sorte qu'elle se rapproche d'une structure obtenue par prédéformation monotone. Pour les éprouvettes à grand nombre de cycles (50), le défaut dû au premier cycle « s'estompe ». La structure de dislocations se rapproche plus d'une structure stable, d'où de meilleur résultats pour les éprouvettes à grand nombre de cycles pour une surface lisse. Cependant, même cela reste vrai pour les éprouvettes à surface brute, plus de cycles entraînent des bandes persistantes de glissement plus marquées à la surface. Celles-ci ne seront pas polies comme dans le cas des éprouvettes lisses, donc l'initiation est plus facile, donc l'éprouvette casse plus vite. Ceci laisse donc supposer que c'est l'amorçage qui contrôle essentiellement les résultats et non la propagation.

4.1.2.2.3. Allongement total et section

Pour les éprouvettes carrées lisses, nous pouvons corréler qualitativement l'allongement total avec la réduction de largeur. En effet, les vues macroscopiques des surfaces de rupture de ses éprouvettes montrent bien cette relation (figures 3 - 14, 3 - 15

et figures en annexe C). Sur ces figures, le sens de propagation macroscopique de la fissure est donné par les flèches. Plus l'allongement est grand, plus la réduction de largeur de l'éprouvette (entre le début de la fissuration et la fin) est importante.

4.1.3. Critère de contrainte maximum

Si nous prenons comme critère de résistance à la CSC la contrainte maximum atteinte, les résultats différent légèrement.

Premièrement, l'influence de la surface n'est presque pas marquée. En effet, pour les éprouvettes rondes (brutes et lisses), la contrainte ne varie que très peu pour chaque prédéformation avec le fini de surface (figure 3 - 11 et 3 – 12). Pour les éprouvettes carrées, pratiquement toutes les prédéformations donnent la même contrainte maximum (figure 3 – 13). Le même commentaire à propos de la faible section peut être fait comme dans le paragraphe 4.1.1.

Deuxièmement, si nous comparons entre prédéformations, certaines conclusions sont encore valables, mais quelques changements sont à apporter. Une déformation monotone, ainsi qu'une prédéformation en fatigue à forte amplitude entraîne une baisse importante de la résistance face à la CSC. Par contre , avec la contrainte maximum comme critère, une prédéformation en fatigue à faible amplitude améliore la résistance à la CSC, et ceci quelque soit le nombre de cycles lors de la prédéformation et de l'état de surface du matériau. Ce résultat rejoint les conclusions de Chambreuil [8].

La différence entre les deux critère n'est pas très grande. En effet, avec l'allongement comme critère, une prédéformation en fatigue à faible amplitude n'est pas très dommageable, elle est même parfois bénéfique. Cela nouspe4rmet de dire que les deux critères vont dans le même sens. Le critère de contrainte maximum n'est cependant que peu influencé par les aléas de la procédure expérimental. Il est donc certainement à retenir d'autant plus qu'il représente le moment où, la fissuration rapide commence, donc en fait en pratique quand l'éprouvette ne résiste plus suffisamment à la charge imposée.

4.2. Vitesse de fissuration

La vitesse de fissuration en fonction de facteur d'intensité de contrainte a pu être déterminée qualitativement sur les éprouvettes rondes. Quantitativement, le facteur K d'intensité de contrainte est impossible à déterminer sur des éprouvettes rondes pour deux raisons. Nous ne connaissons premièrement pas la position du fond de fissure dans le temps. De plus seule une position relativement simple géométriquement, nous permettrait de pouvoir calculer K raisonnablement facilement. Pour les éprouvettes carrées, le calcul de K est théoriquement facile, si le fond de fissure reste bien parallèle au bord. Cependant, pour cela il faut connaître la profondeur de la fissure avec précision, surtout avec des éprouvettes aussi petites que les nôtres. Or avec le dispositif que nous avions, seul un arrêt de l'essai aurait permis la précision nécessaire.

Les résultats qualitatifs obtenus sont cependant très intéressants. La figure 4 - 9 représente l'évolution du fût d'une éprouvette et de la fissure qui s'y développe en fonction du temps. La fissuration est très lente au début (stade I). Ensuite la fissure se développe jusqu'à faire le tour de l'éprouvette dans le cas des éprouvettes rondes, ce qui laisse supposer que nous sommes dans le stade II. Cela correspond au moment où la contrainte est maximum. Ensuite la propagation est très rapide, ce qui suggère que nous sommes dans le stade III. Le même phénomène a été observé pendant tous les essais (même s'il n'a pas était photographié systématiquement).

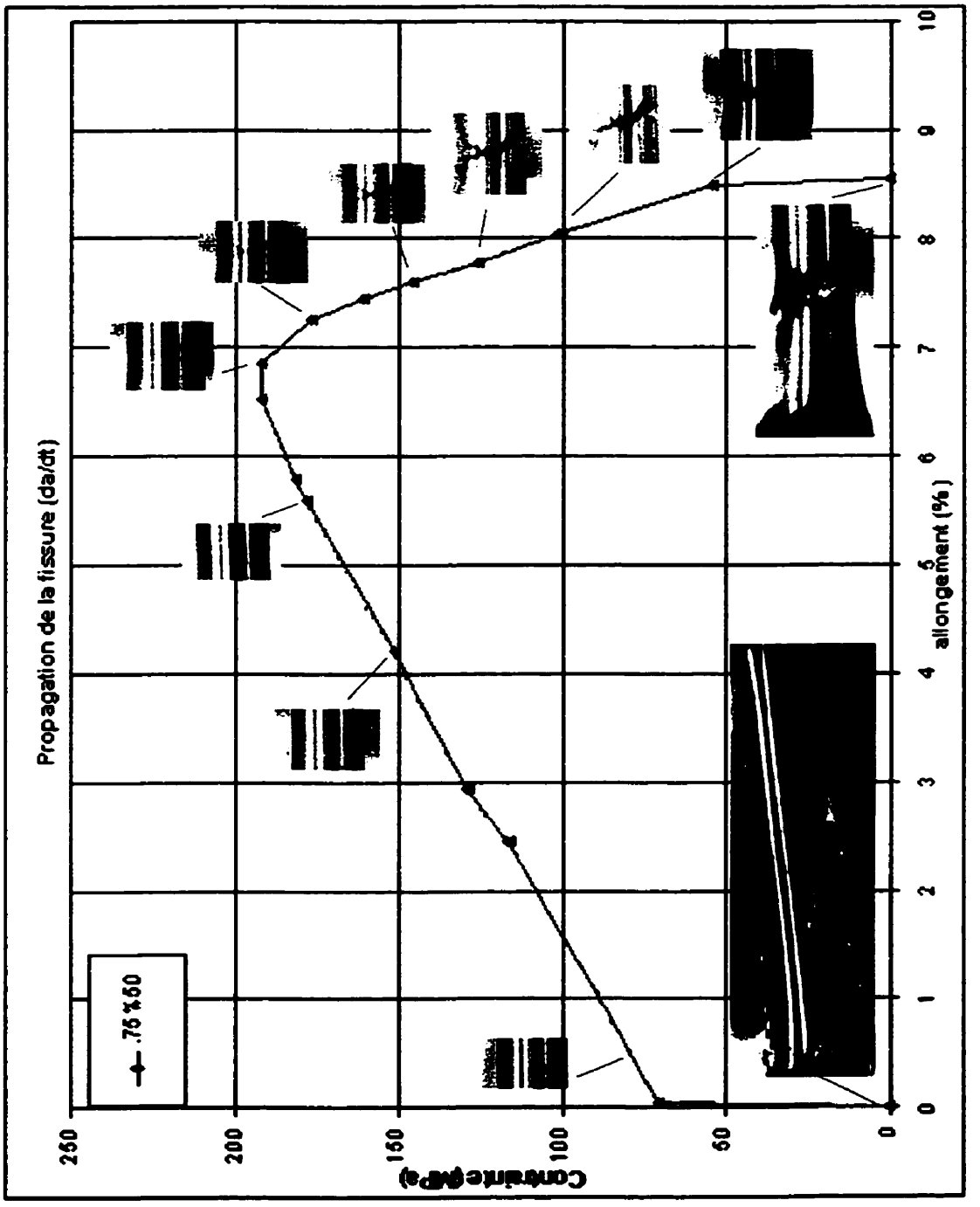


Figure 4 - 9 : Avancée de la fissure en fonction de la déformation

4.3. Fractographie

4.3.1. Éprouvettes rondes

En général, une fissure s'initie sur un bord puis se propage vers le centre et sur les bords jusqu'à ce qu'elle fasse tout le tour. Là, la fissure se propage vers l'intérieur jusqu'à ce qu'il y ait rupture finale brutale par déchirement ductile. Sur de nombreuses éprouvettes rondes, plusieurs fissures sont présentes. Ces deux aspects rendent la fractographie des éprouvettes rondes plus complexe, c'est pourquoi nous n'étudierons seulement la fractographie des éprouvettes carrées.

4.3.2. Éprouvettes carrées

La procédure expérimentale suivie a permis pour les éprouvettes carrées de contrôler la direction de propagation de la fissure. En effet, si nous rappelons brièvement la procédure expérimentale, le fût des éprouvettes carrées était recouvert complètement de résine époxy, sauf sur une petite portion d'une des quatre face. Donc, seul un côté des éprouvettes était en contact avec la solution au début de la propagation. Dans toutes les photos présentées par la suite, la fissure se propage du bas de la photo vers le haut (sauf indication contraire).

Pour présenter les surfaces de ruptures obtenues expérimentalement, nous décrirons tout d'abord l'évolution de la fissure sur une éprouvette, puis nous regarderons ensuite les différences ou similitudes sur les autres éprouvettes. L'éprouvette de référence choisie est l'éprouvette prédéformée en fatigue à 0.75% 20 cycles, car elle a donné un allongement moyen et qu'elle ne présente pas de multifissuration macroscopique.

4.3.2.1. Direction de propagation des fissures et rupture finale

L'observation macroscopique de la surface de rupture de l'éprouvette 0.75% 20 cycles (figure 4 - 10) montre que deux fissures sont présentes. Celle d'en dessous est beaucoup plus grande, elle correspond à la fissure initiée sur la face non protégée (comme voulu). La deuxième fissure est partie d'en haut. Elle est beaucoup plus petite, ce qui indique qu'elle s'est initiée bien plus tard. En fait, quand la première fissure avance, l'éprouvette se déforme mais la couche protectrice ne suis pas toujours cette déformation. En effet, cette couche brise avant que la fissure ne soit complètement propagée. Donc la surface se retrouve à nue et donc une fissure peut s'amorcer. La formation d'une deuxième fissure est d'autant plus facilitée, que le ligament restant est non seulement soumis à une forte contrainte, mais qu'il a aussi accumulé une déformation plastique en traction depuis le début de l'essai (les éprouvettes en traction sont moins résistantes). L'observation macroscopique des surfaces de rupture de toutes les éprouvettes carrées dénote que ce phénomène est général. Exceptée l'éprouvette

0.75% 50 cycles, où la résine protectrice a cassée plus vite dans un coin, la zone de rupture ductile finale est à moins de 1mm du bord final. Ceci montre que les essais ont en grande partie fonctionné comme prévu.

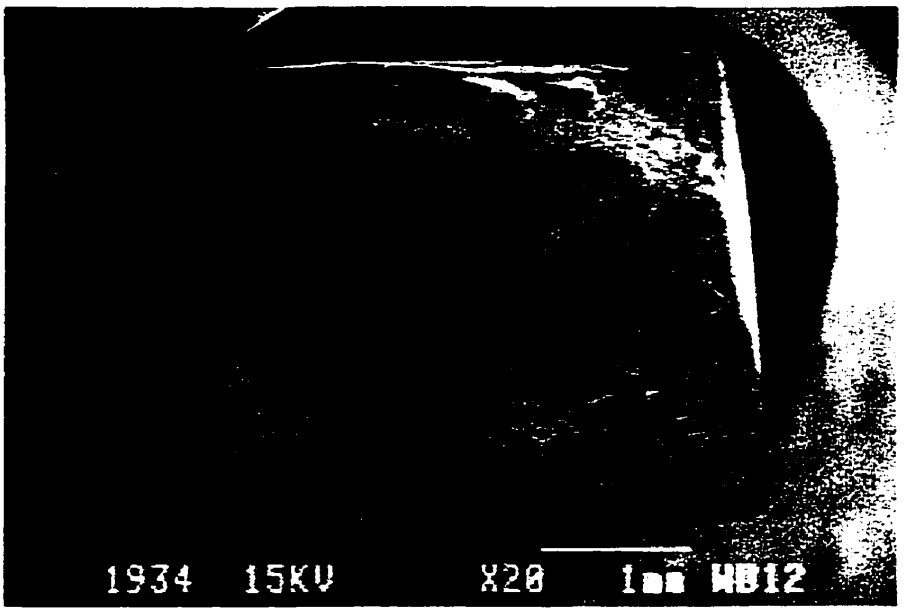


Figure 4 - 10 : Vue d'ensemble de la surface de rupture (carrée lisse 0.75% 20 cycles)

4.3.2.2. Évolution microscopique de la fractographie

4.3.2.2.1. Éprouvette témoin

Dans ce paragraphe, tous les commentaires faits à propos de la fractographie sont en rapport avec l'éprouvette témoin (0.75% 20 cycles), sauf si nous le précisons autrement.

Au tout début, la fissure est transgranulaire (figure 4 - 11), puis après approximativement de 50 µm de propagation, une première zone de fissuration intergranulaire apparaît. Au plus la fissure avance au plus la proportion d'intergranulaire augmente (figure 4 - 12). Enfin, la fissure est suffisamment longue pour que la rupture brutale finale par déchirement ductile se produise (figure 4 - 13). Nous allons regarder maintenant les trois types de rupture obtenus plus en détail.



Figure 4 - 11 : Vue du début de la surface de rupture (carrée lisse 0.75% 20 cycles)

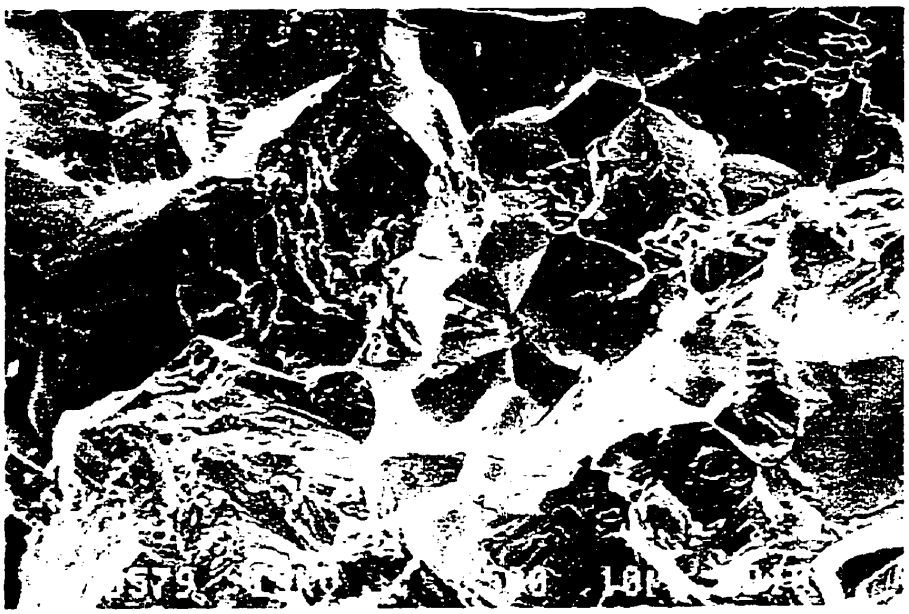


Figure 4 - 12 : Vue de la surface de rupture au milieu de la propagation de la fissure (carrée lisse 0.75% 20 cycles)

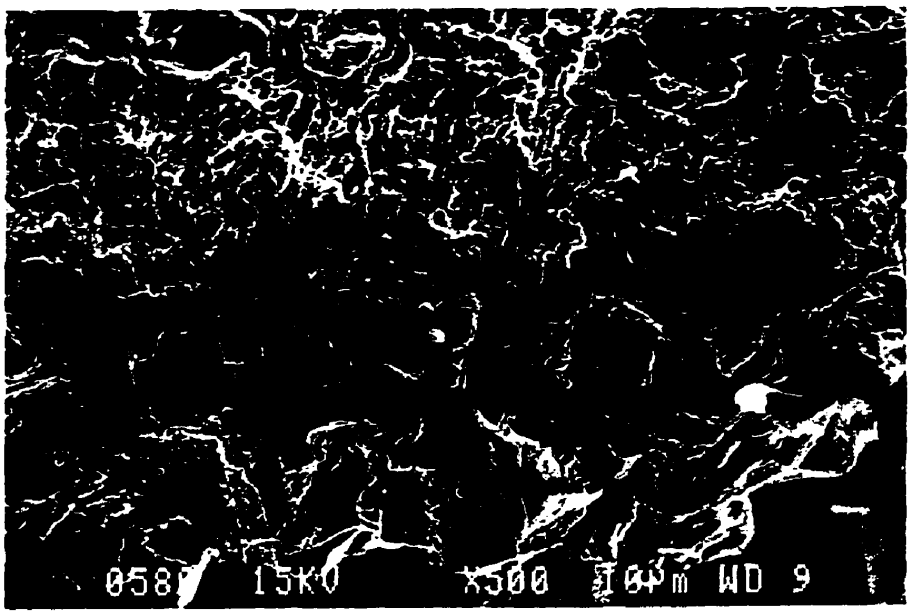


Figure 4 - 13 : Vue de la fin de la surface de rupture (carrée lisse 0.75% 20 cycles)

transgranulaire

Les surfaces de fissuration transgranulaire présentent plusieurs types de zones (figure 4.10). La première zone (zone 1) est au tout début de la fissure. Elle est constituée de lignes de propagation souvent disposées en épis. Prises à 25 µm du bord, les photos des figures 4 - 14 et 4 - 15 ne permettent pas de confirmer la présence de microfacettes. Cependant, nous pouvons remarquer les nombreuses microfissures secondaires (figure 4 - 15). Celles-ci sont toutes parallèles les une aux autres et changent d'orientation de grains à grains, ce qui indique qu'elles sont cristallographiques.

Vers 50 µm du bord, la surface de rupture présentent une nouvelle zone (zone 2) typique de la rupture avec microfacettes. La figure 4 - 16 (photo prise à 160 µm du bord) illustre d'ailleurs bien ce type de fractographie. Si nous nous référons à cette figure, les lignes qui traversent presque entièrement la photo de haut en bas, représentent la direction de propagation principale de la fissure dans ce grain. Le plan défini par ces lignes nous donne le plan de propagation moyen de la fissure (dans ce grain). Les segments entre les grandes lignes représentent les microfacettes. Ils donnent les directions et plans de propagation locaux de la fissuration. Nous pouvons donc voir ici ''en nature'' le caractère discontinu de la propagation décrit dans la littérature. La propagation est non seulement discontinue, mais aussi non coplanaire. Les microfacettes sont les surfaces en zigzag, et correspondent très probablement à des facettes {111}.

Enfin, certaines zones sont plus difficiles à classer. En effet elles n'ont pas de géométrie particulière, ni épis ni microfacettes. Une photo prise à 270 µm du bord (figure 4 - 17) montre une fissuration transgranulaire qui ne peut être classée dans les types de la zone 1 ou 2 de la figure 4 - 11. Cependant certaines parties présentent quelques microfacettes.

En conclusion, nous pouvons dire que, si le facteur d'intensité de contrainte K est très faible (tout début de la fissure), la fissuration est plutôt comme dans la zone 1. Dans ce cas, le modèle de Magnin [3] ne nous semble pas pouvoir expliquer le type de surface obtenue. Un modèle basé sur une dissolution préférentielle sur certains plans permettrait peut-être de mieux expliquer le type de surface obtenue. Cependant l'espace dissous entre ''chaque grain de l'épi'' (pour reprendre l'analogie) est trop petit pour permettre d'affirmer un tel modèle de dissolution. Ce type de surface est peut-être simplement dû à de la dissolution après fissuration.

Quand la fissure avance (K plus grand en valeur relative, mais encore faible en valeur absolue), la formation de microfacettes devient alors possible. Cependant leur présence dépend de chaque grain (son orientation par rapport au fond de fissure). Là, comme Chambreuil [8] le propose dans ces résultats, le modèle de Magnin semble bien expliquer la formation des microfacettes.

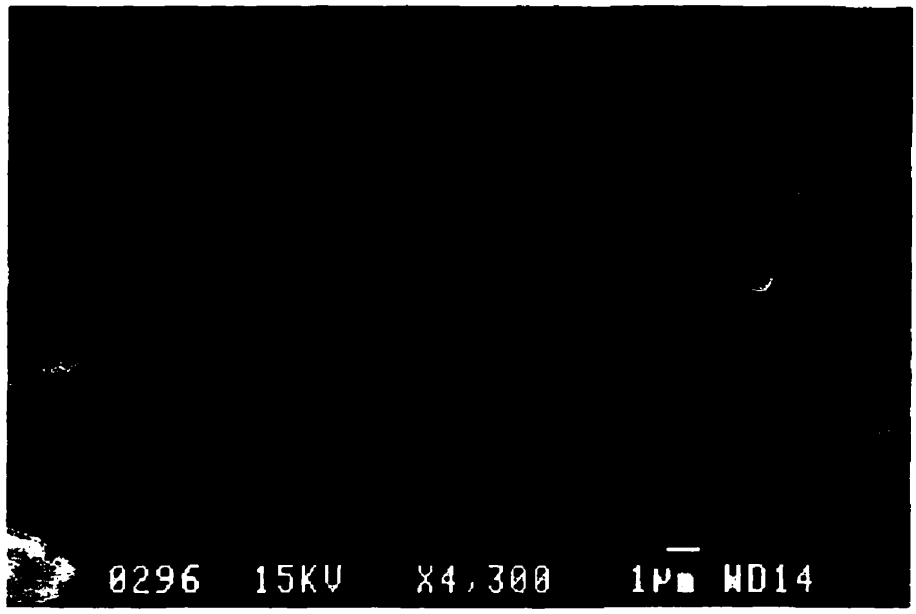


Figure 4 - 14 : Zone 1 de la figure 4.10, à 25 µm du bord (carrée lisse 0.75% 20 cycles)



Figure 4 - 15 : Agrandissement de la figure 4.14 (carrée lisse 0.75% 20 cycles)

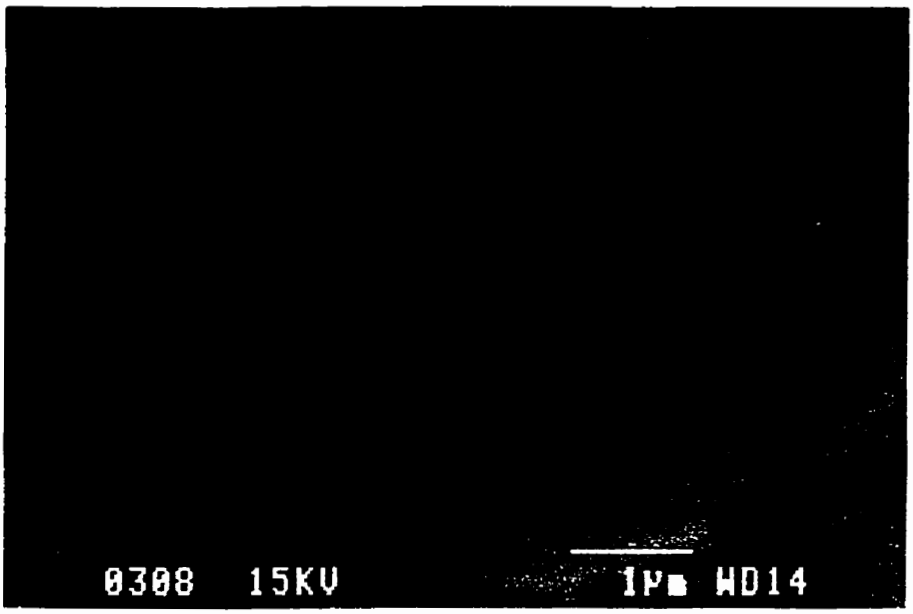


Figure 4 - 16 : Fissuration par microfacette, à 160 µm du bord (carrée lisse 0.75% 20 cycles)

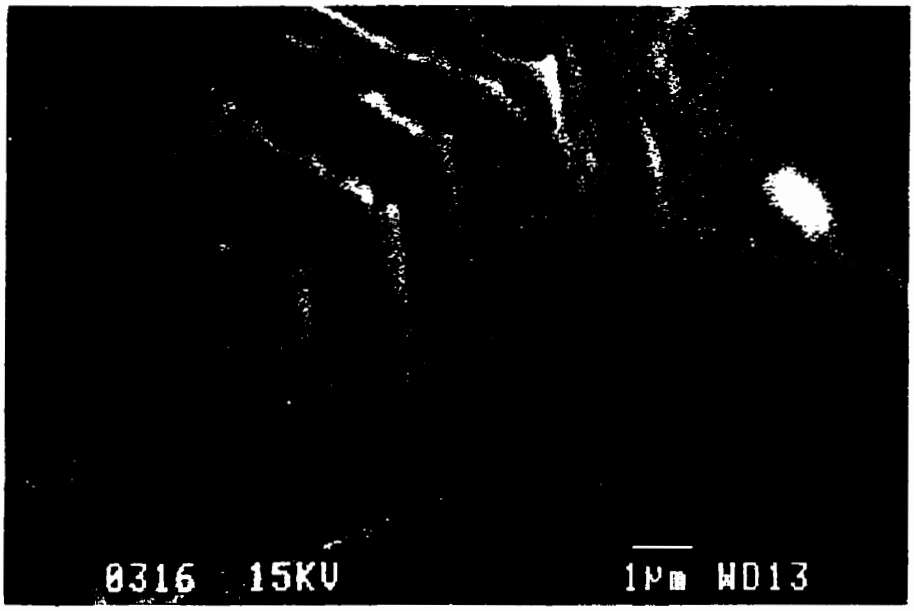


Figure 4 - 17 : Fissuration transgranulaire hybride, à 270 µm du bord (carrée lisse 0.75% 20 cycles)

intergranulaire

La fissuration intergranulaire obtenue ne présente pas des interfaces complètement lisses. Premièrement, des particules blanches sont présentent sporadiquement sur toute la surface intergranulaire (figure 4 - 18). Une analyse chimique par rayons X, effectuée lors des observations au MEB (figure 4 - 19), montre que ces particules peuvent être en fait de la ferrite δ. En effet, ces particules sont de l'ordre de 1 μm de diamètre, donc plus petit que la taille minimale qu'un faisceau d'électron peu analyser. C'est pourquoi dans les deux cas, nous retrouvons tous les mêmes éléments. Dans les deux cas nous avons garder la même échelle. Donc comme pour l'analyse particulière, la proportion de Fe et de Cr est plus grande, le chrome étant un élément alphagène, les particules sont probablement de la ferrite δ (qui est cubique centrée). Pour s'assurer que cela correspond bien à de la ferrite δ, une analyse des éléments légers serait nécessaire. La présence de ferrite δ favorise aussi la fragilisation à l'hydrogène. Or lors de tous les essais, nous avons remarqué le dégagement de bulles à partir de la fissure, dégagement plus fort en milieu - fin d'essai. Ceci indique donc la production d'hydrogène gazeux.

Deuxièmement, nous pouvons remarquer que sur les surfaces intergranulaires se sont souvent initiés des débuts de fissurations transgranulaires. La figure 4 - 20 montre un exemple frappant de ce phénomène, puisque le trou et son morceau complémentaire sont restés à côté. Les microfacettes sont relativement bien visibles sur le morceau. La

fissuration transgranulaire qui s'initie aux joints de grains est généralement très cristallographique. Elle n'est cependant pas toujours au milieu d'une face d'un grain, elle peut être à un joint triple (figure 4 - 21). Elle n'est pas non plus toujours aussi grande et profonde (figure 4 - 22).

Enfin, si nous excluons les aspérités sur les joints de grains dues aux deux phénomènes précédents, certains grains ne sont pas encore complètement lisses. En effet, parfois des lignes sont présentes (figure 4 - 20). Ces lignes sont parallèles entre elles et aussi aux facettes de la rupture transgranulaire, elles correspondent donc à des traces de glissement et indiquent que certaines des facettes suivent des plans {111}.

D'autres joints de grains présentent aussi un aspect rugueux (figure 4 - 23). Une observation à fort grossissement (figure 4 - 24) nous montrent une fractographie qui n'est pas sans rappeler les résultats de Wu [16] (figure 4 - 25). Selon Wu, ce type de surface correspond à de la fissuration transgranulaire dans de la ferrite δ, qui était présente sous forme de grains extrêmement fins entre les grains d'austénite dans le cas de son acier. Cependant dans ses résultats, Wu n'avait pas obtenu de fissuration transgranulaire initiée aux joints de grains. Nous ne pouvons donc ni affirmer ni réfuter que ce type de surface correspond à de la ferrite δ. Mais dans les deux cas, cela correspond à une fissuration transgranulaire.

Nous pouvons donc dire en conclusion que la fissuration intergranulaire est favorisée par un K élevé, car elle n'est pas présente au début. Elle semble être associée à

la présence de ferrite δ. Mais elle n'est pas toujours 'parfaite' puisqu'elle est aussi parfois le site d'initiation de fissures transgranulaire.

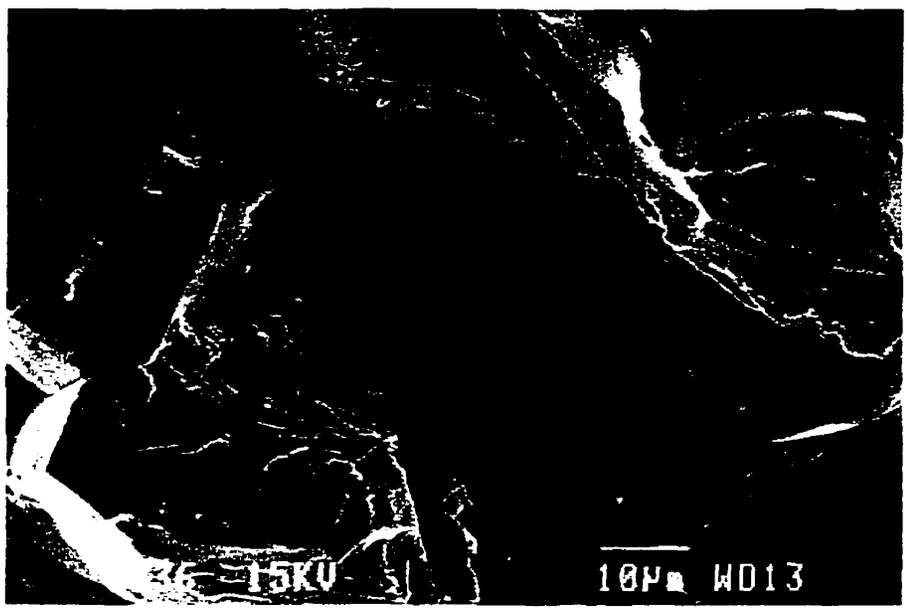
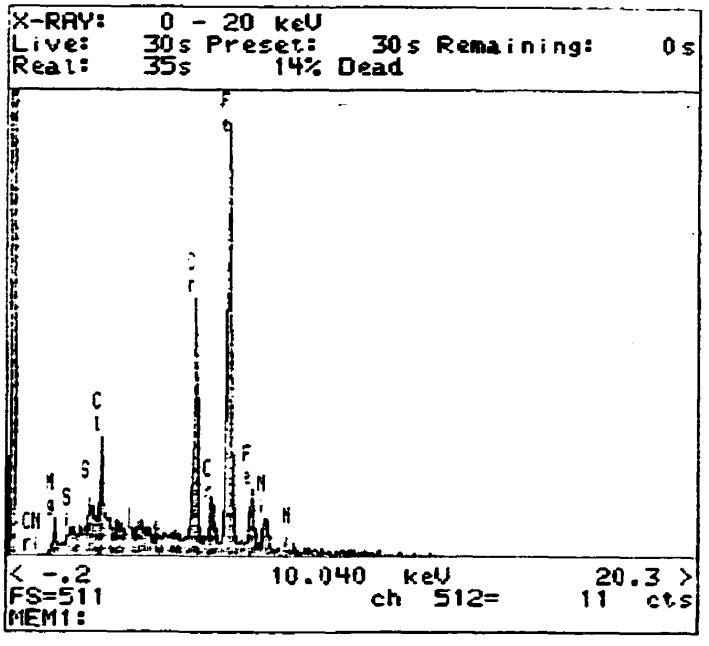
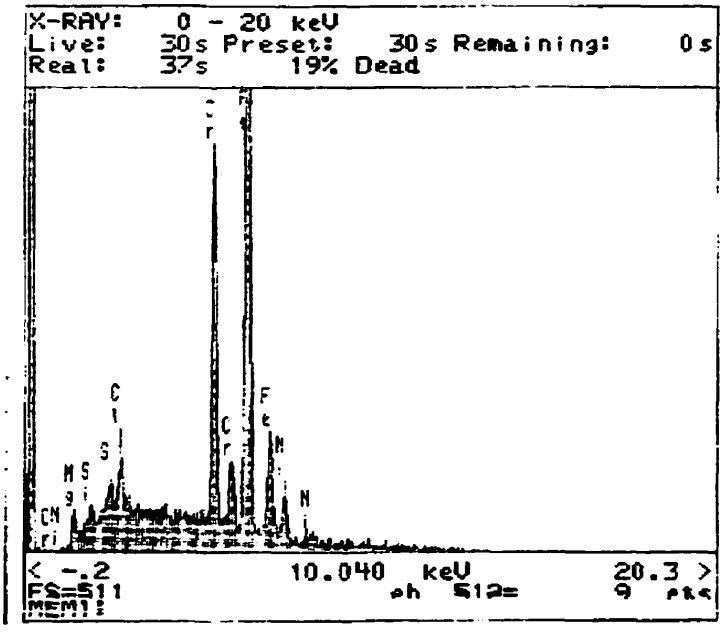


Figure 4 - 18 : Fissuration intergranulaire, à 1.6 mm du bord (carrée lisse 0.75% 20 cycles)



a)



b)

Figure 4 - 19 : Analyse chimique par RX au MEB. a) sur tout l'échantillon, b) sur une particule aux joints de grains

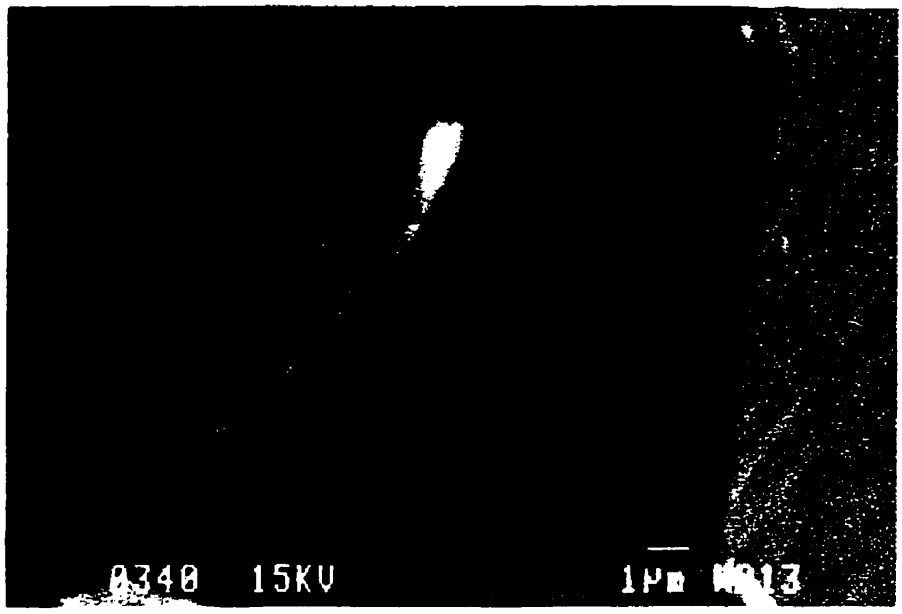


Figure 4 - 20 : Fissuration transgranulaire initiée à un joint de grain, à 2.1 mm du bord (carrée lisse 0.75% 20 cycles)

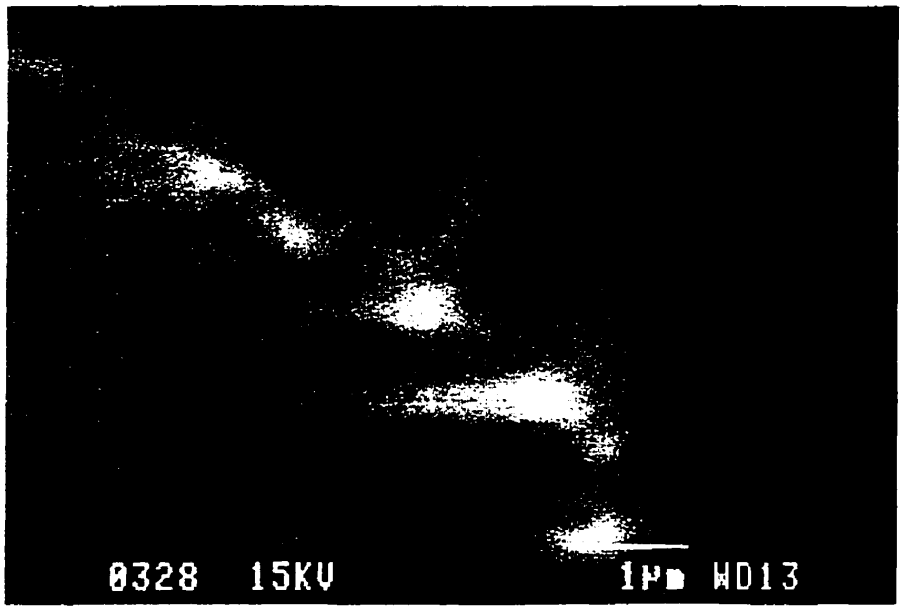


Figure 4 - 21 : Fissuration transgranulaire initiée à un joint triple, à 1.45 mm du bord (carrée lisse 0.75% 20 cycles)

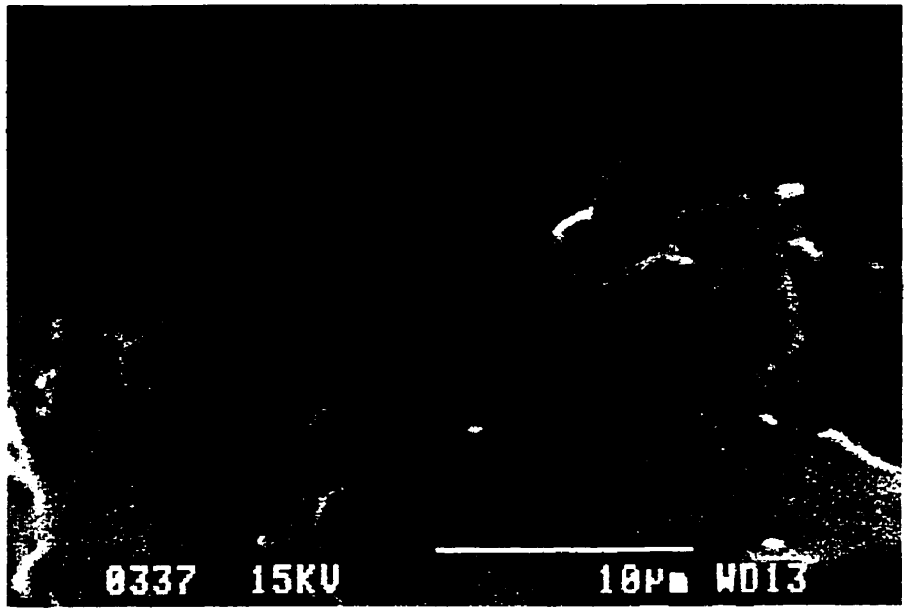


Figure 4 - 22 : Petite fissuration transgranulaire initiée à un joint de grain, à 2 mm du bord (carrée lisse 0.75% 20 cycles)

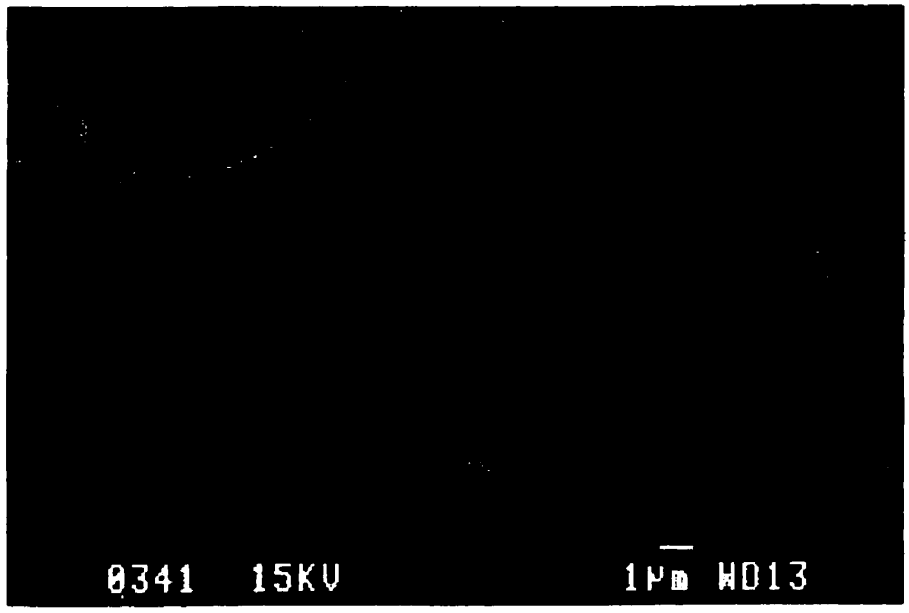


Figure 4 - 23 : Aspect rugueux d'un joint de grain, à 2,3 mm du bord (carrée lisse 0.75% 20 cycles)

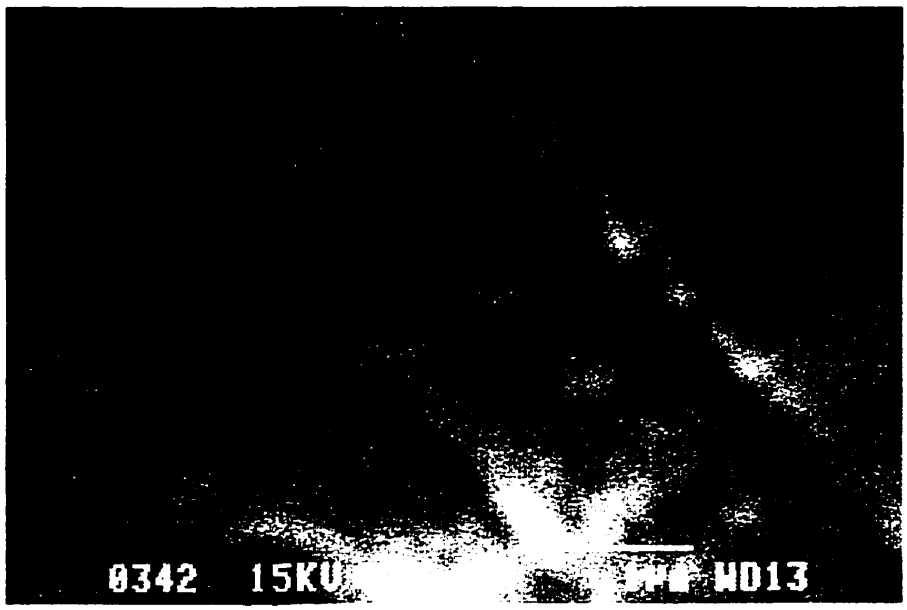


Figure 4 - 24 : Agrandissement du coin inférieur gauche de la figure 4.23, à 2,3 mm du bord (carrée lisse 0.75% 20 cycles)

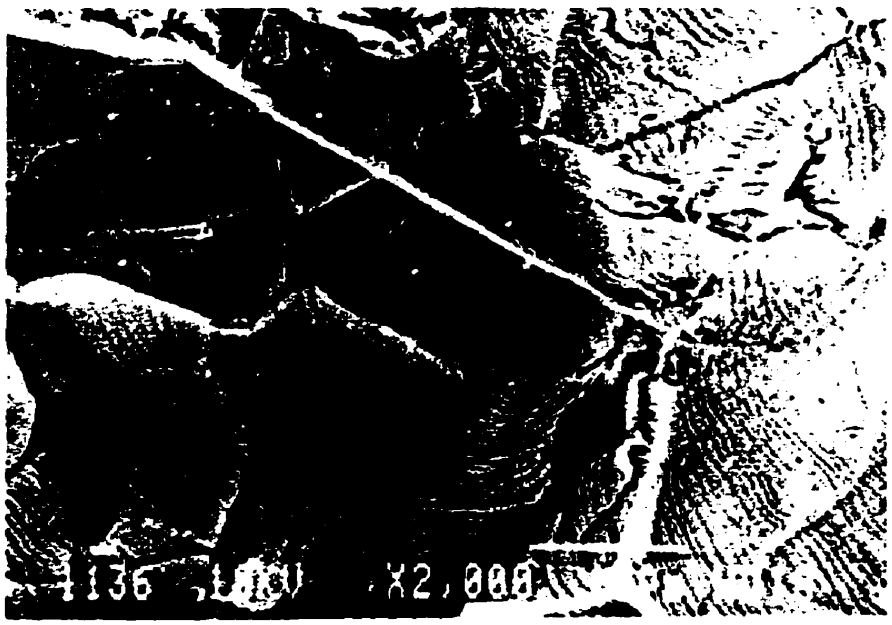


Figure 4 - 25 : Fissuration de la ferrite δ obtenue par Wu [16]

rupture finale

Avant d'arriver au déchirement ductile final, la fissuration est encore intergranulaire majoritairement. La différence par rapport à la zone précédente est la présence de fissures secondaires macroscopiques (figure 4 - 26). Un fait important est à remarquer. En effet, toutes les fissures secondaires sont initiées aux joints de grains, même si la fissure principale n'est pas majoritairement intergranulaire (figure 4 - 27).

Juste après cette zone, nous avons la rupture finale par déchirement ductile. Au tout début, de petites fissures secondaires sont formées (figure 4 - 28). Elles sont parallèles, donc certainement cristallographiques. Ensuite, les premières demi-cupules apparaissent et les fissures secondaires sont moins nombreuses, ce qui correspond à la fin de la rupture (figure 4.29).

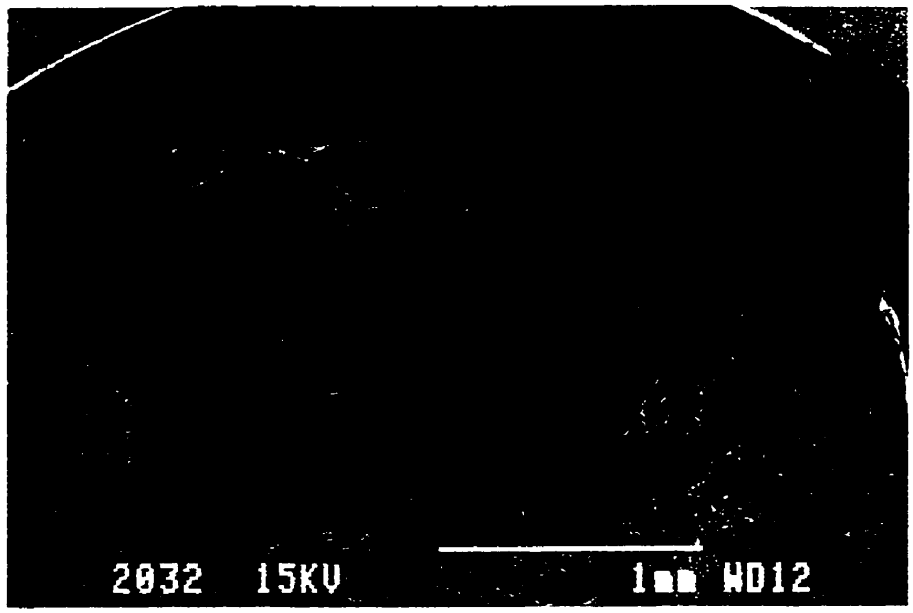


Figure 4 - 26 : Zone avec fissure secondaire et rupture finale (carrée lisse 0.75% 20 cycles)

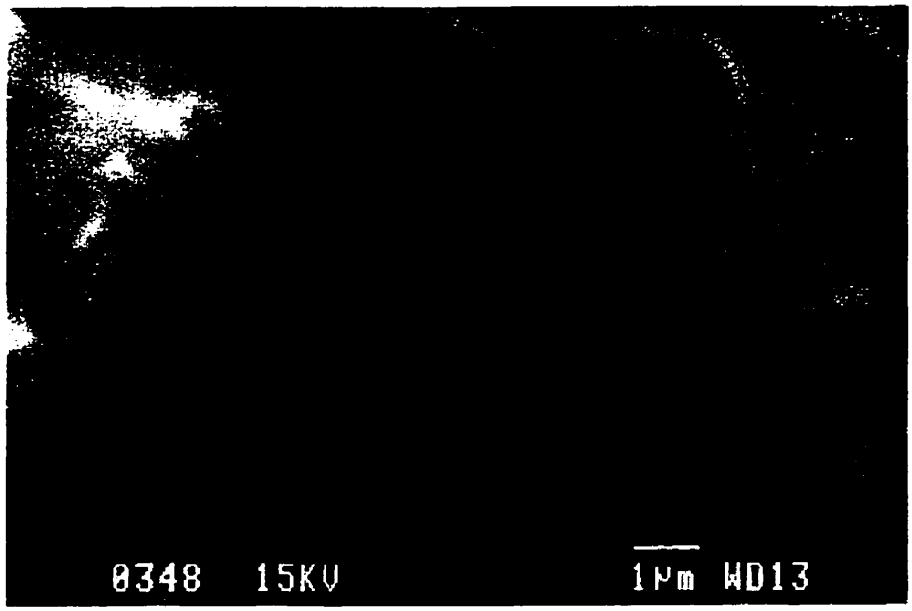


Figure 4 - 27 : Fissure secondaire macroscopique par rupture intergranulaire (carrée lisse 0.75% 20 cycles)

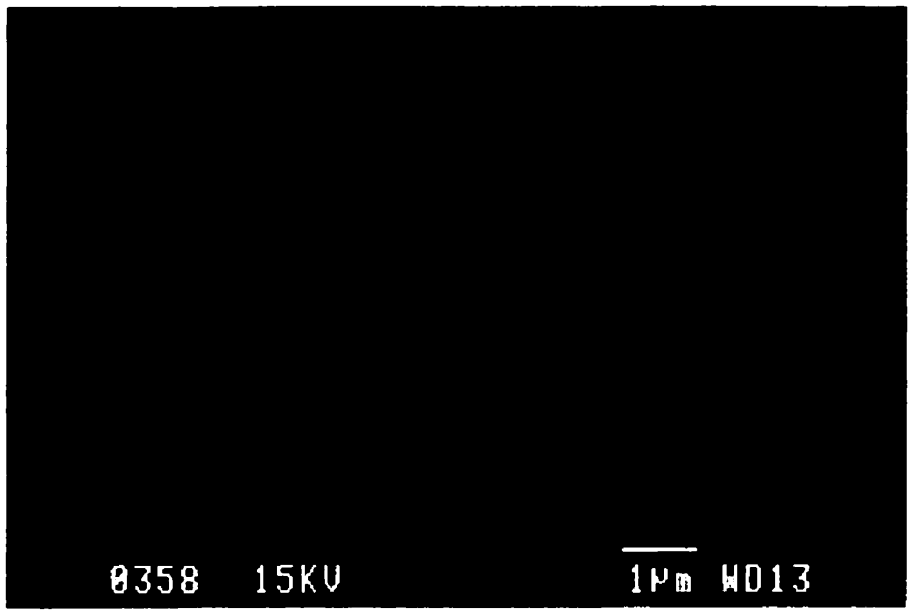


Figure 4 - 28 : Petite fissure secondaire juste avant la rupture finale (carrée lisse 0.75% 20 cycles)



Figure 4 - 29 : Premières demi-cupules du déchirement ductile final (carrée lisse 0.75% 20 cycles)

conclusion

À K faible, la fissuration transgranulaire est favorisée. Plus K augmente, plus la fissuration intergranulaire est importante. Par contre la fissuration secondaire est généralisée. Cependant quand la fissure principale est transgranulaire ou ductile, la fissuration secondaire reste très petite (de l'ordre du micron) et très cristallographiques. Quand K est élevé et que de la fissuration intergranulaire est présente, la fissuration secondaire passe alors à l'échelle du millimètre et est initiée aux joints de grains. A K intermédiaire, la fissuration secondaire est aussi présente. Elle est cependant beaucoup moins profonde et se traduit par l'initiation de fissuration transgranulaire sur les joins de grains.

4.3.2.2.2. Les autres éprouvettes

Comme pour l'éprouvette témoin, les autres éprouvettes présentent trois stades dans le faciès de rupture : début complètement transgranulaire, puis apparition de rupture intergranulaire, avant la rupture finale par déchirement ductile. Cependant si macroscopiquement les résultats sont les mêmes, microscopiquement les résultats présentent parfois une légère différence.

Différence

La différence principale retrouvée dans le cas des autres surfaces de rupture est l'absence de fissuration secondaire fine dans la partie transgranulaire du tout début. En effet, si, dans le cas de l'éprouvette prédéformée en traction, plusieurs fissures fines secondaires sont présentes (figure 4 - 30), ce n'est pas le cas pour les éprouvettes prédéformée à 0.25% 500 cycles et celle non prédéformée. Pour ces deux types de prédéformation, la fissuration secondaire microscopique est quasi-inexistante ou du moins en moins grand nombre comme le montrent les figures 4 - 31 et 4 - 32 respectivement.

Si nous comparons les deux groupes d'éprouvettes analysées, dans un cas la prédéformation est faite à 'forte' déformation plastique : ε_t=5% traction donc ε_p du même ordre et ε_t=0.75% en fatigue qui correspond à ε_p=0.5% en fatigue (cf. résultats des courbes de prédéformation en fatigue). Dans l'autre cas, la déformation plastique imposée est soit nulle (0%), soit faible : ε_t=0.25% en fatigue donc ε_p=0.05% en fatigue. Ce résultat nous laisse donc supposer que plus la déformation plastique imposée lors de la prédéformation est grande, plus la fissuration secondaire microscopique est présente. Une plus forte fissuration secondaire peut signifier une initiation des fissures plus facile. Or en général, quand l'initiation des fissures est favorisée, la durée de vie (l'allongement total) du matériau est diminuée. Si nous nous référons à la discussion faite sur les courbes de tractions, nous avons fait remarquer que l'allongement final des éprouvettes rondes prédéformées en traction et en fatigue à forte amplitude et plus faible que celui des éprouvettes prédéformées en fatigue à faible amplitude et non-prédéformées. Cette

différence semble donc être causée par une initiation des fissures plus facile quand la prédéformation est plus grande.

Cependant, si nous nous référons au résultats macroscopique, nous avons dit que les éprouvettes avec une surface brute d'usinage résistent mieux grâce à leur défauts de surface. Donc microscopiquement, plus de fissures correspondent à plus de défauts donc devrait correspondre à un meilleur allongement total. Or ceux sont les éprouvettes qui ont le moins bien résisté qui présentent le plus de fissuration microscopique secondaire. Cela semble donc être un paradoxe. Nous devons cependant apporter quelques réserves à ce qui vient d'être dit. Premièrement, l'allongement total de toutes éprouvettes carrées lisses prédéformées en fatigue sont similaires, seul les éprouvettes non-prédéformée et prédéformée en traction présentent une différence d'allongement notable. Deuxièmement, la zone dans laquelle la fissuration secondaire est présente, est très faible, donc même si à chaque petite fissure secondaire microscopique est associée une déformation plastique, celle-ci reste petite. Nous pouvons même dire microscopique comme les fissures. Elle ne peut être comparée quantitativement à la déformation plastique associée au petites fissures macroscopiques que nous avons observées pour les éprouvettes qui ont le mieux résisté à la CSC. La différence d'échelle microscopique / macroscopique est très importante. La présence de ces fissures secondaires microscopiques peut aussi traduire une influence de la structure de dislocations sur la propagation des fissures. Quand les éprouvettes sont plus déformées, la propagation des fissures est plus rapide comme nous l'avons vu dans le premier point du paragraphe

4.1.2.2.2. Donc, selon cette approche, les fissures seraient le signe que le stade II est plus vite atteint pour les éprouvettes plus prédéformées.



Figure 4 - 30 : Fissuration secondaire microscopique dans la zone de rupture transgranulaire initiale (carrée lisse 5% traction)

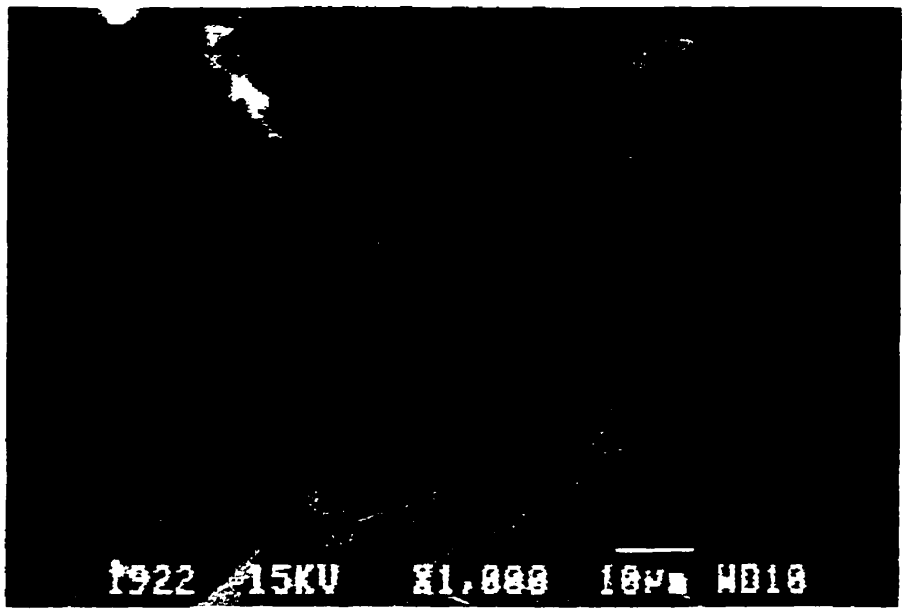


Figure 4 - 31 : Quasi-inexistance de fissuration secondaire microscopique dans la zone de rupture transgranulaire initiale (carrée lisse 0.25% 500 cycles)

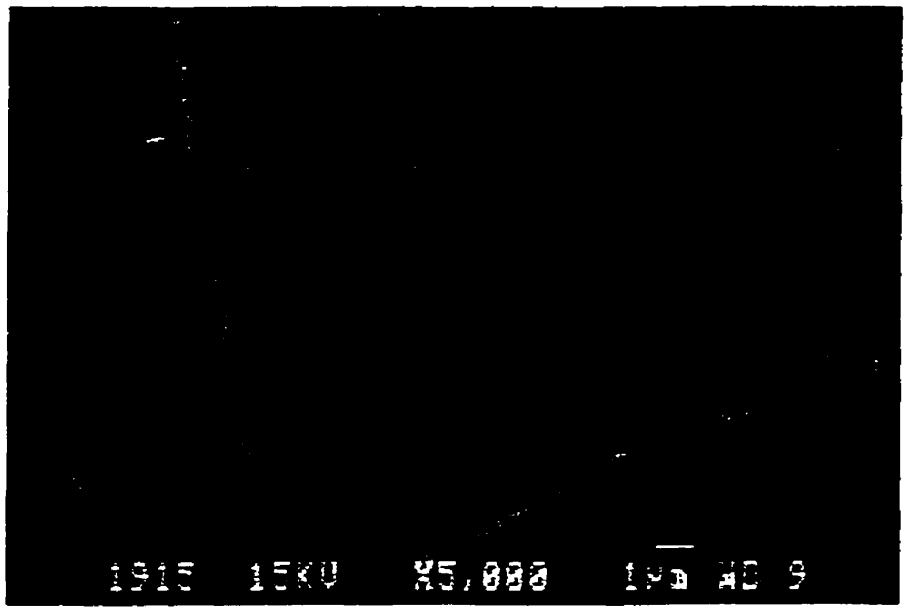


Figure 4 - 32 : Faible fissuration secondaire microscopique dans la zone de rupture transgranulaire initiale (carrée lisse 0%)

similitudes

Cependant les résultats ne sont pas complètement différents d'un bout à l'autre de la fissuration. Au contraire, dans tous les cas, nous avons remarqué la présence d'une initiation de fissuration transgranulaire sur la fissuration intergranulaire, comme le montrent les figures 4 - 33 et 4 - 34 pour les éprouvettes fortement déformées (5% traction) et faiblement déformées (0%). La proportion de rupture intergranulaire augmente elle aussi avec l'avancée de la fissure dans tous les cas.

Nous avons remarqué, dans l'analyse des courbes de traction, que la première partie de la déformation plastique est toujours de la même pente. La similitude des résultats macroscopiques dans la zone de consolidation et ceux microscopiques dans la zone de rupture avec de l'intergranulaire, nous amènent à penser que la courbe vitesse de fissuration – facteur d'intensité de contrainte présente trois stades bien distincts pour toutes les éprouvettes. Le stade I correspond macroscopiquement à l'initiation, et microscopiquement à la zone de rupture purement transgranulaire. Dans le stade II, la fissure se propage à vitesse constante. La rupture est encore transgranulaire majoritairement, mais plus la fissure avance macroscopiquement, plus la fractographie présente de la rupture intergranulaire. Enfin, dans le stade III, la fissuration est très rapide, la section des éprouvettes diminue avant la rupture finale, une forte concentration de contrainte apparaît. Ceci se traduit par l'apparition de fissures secondaires avant le déchirement ductile et les cupules qui le caractérisent.

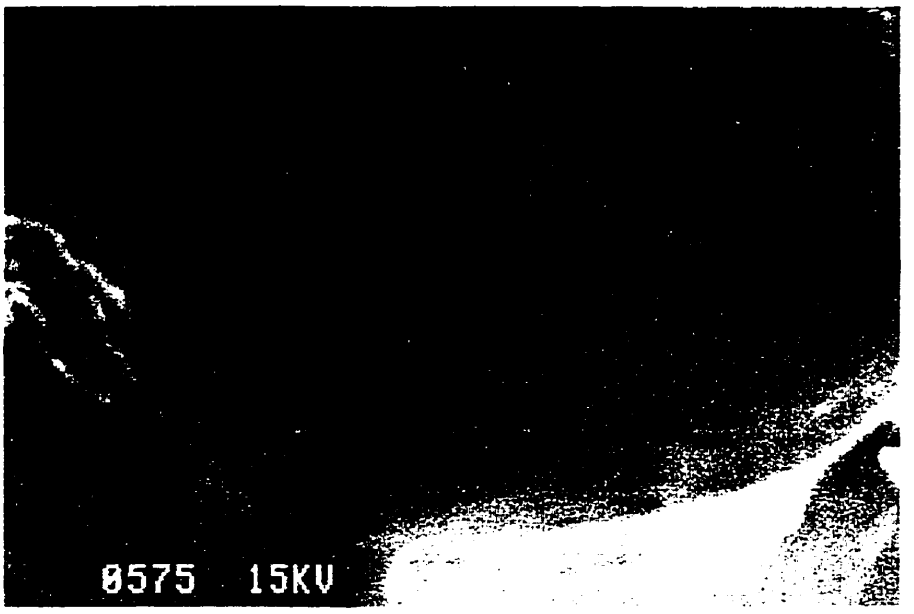


Figure 4 - 33 : Fissuration transgranulaire initiée à un joint de grain (carrée lisse 5% traction)

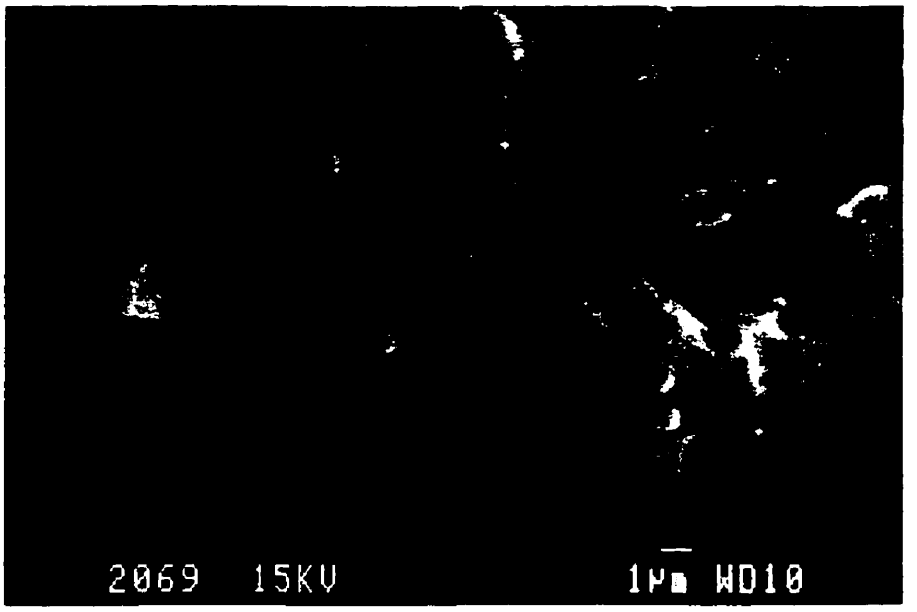


Figure 4 - 34 : Fissuration transgranulaire initiée à un joint de grain (carrée lisse 0%)

CHAPITRE 5

CONCLUSION

L'analyse des résultats ayant été faite en deux étapes, nous pouvons conclure cette étude en trois parties : une partie qui concerne l'allongement final, une autre sur les résultats de la fractographie de rupture et enfin une partie recommandation générale.

L'analyse faite sur les résultats d'allongement total nous a mené a plusieurs constatation. Premièrement, nous avons remarqué que le fini de surface n'est pas sans influencé la tenue en CSC de l'acier inoxydable 316L. L'allongement final est fortement dépendant du nombre de fissures secondaires. Au plus ce dernier est grand, au plus l'allongement final est important lui aussi. En effet, beaucoup de petites fissures accumulent plus de déformation plastique que quelques (ou une seule) grandes fissures. Qualitativement seulement, nous pouvons faire une analogie avec la striction dans un essai de traction classique. La présence de nombreuses fissures peut être associée à de la

superplasticité dans un essai de traction. Dès qu'une striction commence, le taux de consolidation local est si grand qu'il est plus facile de déformer ailleurs. Une grande déformation plastique s'accumule donc petit bout par petit bout. Quand le matériau testé ne présente pas de superplasticité, dès qu'une striction commence à un endroit donné, la déformation reste localisée à cet endroit, et l'éprouvette casse rapidement. Si nous revenons maintenant à la CSC, à chaque fois qu'une fissure est créé, une petite déformation plastique est accumulée. Donc au plus les fissures sont nombreuses, au plus l'accumulation de déformation plastique est grande. Une grande fissure accumule bien sûr plus de déformation plastique qu'une seule petite fissure, mais cette déformation reste très localisée et donc ne conduit pas à un allongement total significatif de l'éprouvette. Ceci reste vrai, même si quelques grandes fissures se sont initiées. De plus comme dans tous les cas, nous avons mené les essais jusqu'à rupture des éprouvettes, toutes les éprouvettes présentent une grande fissure, et donc essentiellement la seule chose qui différentie deux éprouvettes, c'est le nombre de petites fissures secondaires crées. La plupart des éprouvettes avec un fini de surface brut d'usinage ont donc mieux résisté de part leur initiation de fissure facilitée partout sur leur fût dû aux ''rayures'' d'usinages. Nous devons cependant remarquer que les défauts de surfaces associés à l'usinage restent néanmoins petits (et sont loin d'être comparables à des forts concentrateurs de contraintes tels que des rayures profondes ou des préfissures)

Deuxièmement, les résultats sur l'allongement total des éprouvettes, nous a permis de déceler des différences de comportement pour les divers préécrouissages employés. D'une manière générale, nous avons remarqué que, plus la prédéformation est

grande et monotone, moins la tenue du matériau en CSC est bonne selon le critère d'allongement total. Les éprouvettes prédéformées en traction ont donc tout naturellement présenté les allongements finaux les plus petits. En ce qui concerne les éprouvettes prédéformées en fatigue, les éprouvettes prédéformées à une amplitude de 0.75% ont ainsi moins bien tenu que les éprouvettes prédéformées à plus faible amplitude (0.25%) quelque soit le critère de résistance en CSC choisi. En ce qui concerne les éprouvettes prédéformées en fatigue à faible amplitude, nous avons remarqué que suivant le critère retenu (allongement total ou contrainte maximum), la résistance en CSC est respectivement légèrement diminuée ou augmentée. Si l'allongement est retenu comme critère de tenu en CSC, nous pouvons dire qu'un. De plus nous avons remarqué qu'un grand nombre de cycles est généralement synonyme d'une moins bonne résistance du matériau face à la CSC. Cependant, pour les éprouvettes à surface lisse prédéformées en fatigue à grande amplitude, un plus grand nombre de cycles a entraîné une meilleure résistance face à la CSC. Dans ces deux cas, la procédure expérimentale de prédéformation en fatigue a eu une influence non-désirée mais cependant instructive. En effet grâce à la déviation des résultats, nous avons pu confirmer que même une légère prédéformation en traction a une influence très importante (et néfaste) sur la tenue en CSC. Cependant, le nombre de cycles ne semble pas influencer la résistance en CSC si la contrainte maximum est retenue comme critère (dans la mesure où il n'y a pas eu d'influence de la procédure expérimentale).

Enfin, nos résultats montrent des similitudes mais aussi des différences avec ceux des travaux de Chambreuil [8]. Premièrement, dans les deux cas, une prédéformation

monotone a été démontrée néfaste pour la résistance à la CSC du 316L. Cependant si Chambreuil a obtenu des meilleurs résultats pour un matériau prédéformé en fatigue, cela n'a pas était le cas dans nos travaux. Les légères différences dans la procédure expérimentales sont à l'origine de cette déviation. Premièrement, les amplitudes de prédéformation cyclique que nous avons employées, sont des amplitudes totales de prédéformation de ±0.25% et ±0.75%, ce qui correspond à des amplitudes plastique de prédéformation d'environ ±0.05 à 0.10%% et ±0.50% (cf. 3.1.2). Chambreuil a quant à elle utilisé une amplitude de prédéformation plastique d'environ ±0.10%. L'amplitude de prédéformation cyclique influence énormément la structure de dislocation obtenue et donc les interactions matériau – environnement. Selon Chambreuil, l'augmentation de la durée de vie en CSC est due à la structure de dislocation de basse énergie créée pour une faible amplitude et un faible nombre de cycles. Les éprouvettes 0.75% ont donc moins bien résisté. De plus, l'influence bénéfique d'une prédéformation à faible amplitude n'est valable que si la structure de dislocation ainsi crée, n'est pas détruite. Or Chambreuil a employé une vitesse de déformation environ dix fois plus lente que la nôtre. Cela n'a peut-être pas été sans importance sur l'allongement final, et en particulier sur l'initiation et le début de propagation des fissures. En effet, cette différence de procédure expérimentale nous apparaît d'autant plus importante quand nous observons nos résultats, et surtout l'interprétation de ces résultats. Quand nous prenons comme critère de résistance en CSC l'allongement, nos résultats ne montrent pas de nette amélioration avec une prédéformation en fatigue à faible amplitude comme Chambreuil atrouvé. Par contre, avec la contrainte maximum, nous observons sensiblement les

mêmes résultats que Chambreuil en ce qui concerne l'amélioration de la résistance en CSC.

Après avoir étudié le comportement macroscopique des éprouvettes, nous nous sommes dans un temps sur une vue plutôt microscopique de la fissuration, à savoir l'étude fractographique des surfaces de rupture des éprouvettes carrées. Si nous regardons toutes les observations faites sur les surfaces de ruptures, nous avons constaté plusieurs points communs à toutes les éprouvettes. En effet, les surfaces de ruptures présentent toutes une fractographie en trois étapes successives. Dans un premier temps la rupture est complètement transgranulaire. Une observation plus en détail de cette première zone, nous a permis de confirmer la présence de microfacettes typiques de la propagation discontinue en CSC. Le modèle de plasticité augmenté localement par la corrosion semble bien être adapté pour décrire le mécanisme de rupture dès que la fissure s'est propagée un petit peu dans l'éprouvette. Dès que la propagation de la fissure a atteint typiquement 100µm (pour nos éprouvettes), le mode de fissuration n'est plus complètement transgranulaire, mais une rupture intergranulaire apparaît. Cependant, quand la fissure se propage, la proportion de rupture intergranulaire augmente. Donc, nous pouvons dire que plus le facteur d'intensité de contrainte K est grand, plus la rupture intergranulaire tient une place importante. Ceci nous est d'ailleurs confirmé par deux points : les observations faites au fur et à mesure de la propagation de la rupture, mais aussi par le fait que juste avant la rupture finale ductile (troisième étape), nous

obtenons une fissuration secondaire macroscopique qui se fait seulement par rupture intergranulaire. Chacune des étapes de modes de fissuration correspond à un stade de la vitesse de propagation des fissures (courbe typique da/dt en fonction de K, courbe à trois stades : da/dt très lent puis constant et enfin très rapide)

Nous avons noté une autre similitude commune à toutes les éprouvettes. En effet au niveau des joints de grains, une rupture transgranulaire très cristallographique s'initie très souvent. Cependant, la propagation à l'intérieur du grain est rarement très profonde quand elle se fait au milieu d'un joint de grain.

Les observations dans la deuxième zone de propagation, nous a permis d'identifier la présence de précipités de ferrite δ au niveau des joints de grain. Lors des essais nous avons remarqué le dégagement de bulles qui s'échappaient de la fissure. La présence de ferrite δ au niveau des joints de grains, nous permet de relier ce phénomène à un dégagement d'hydrogène, et donc à une fragilisation à l'hydrogène possible lors des essais. Cependant, nous n'avons que très peu de ces précipités. Nous ne pouvons donc pas donc pas dire que la cause principale de la rupture intergranulaire est une fragilisation à l'hydrogène. En effet, les nombreuses fissurations transgranulaires initiées au joints de grains sont là pour infirmer une telle supposition. La raison principale de la rupture intergranulaire est tout simplement l'augmentation de K. Ceci nous est confirmé par le fait que la proportion de rupture intergranulaire augmente petit à petit avec l'avancé de la fissure.

Une légère différence est cependant à noter entre les éprouvettes les plus préécrouies et celles qui le sont moins. Dans la première zone de fissuration (complètement transgranulaire), nous avons remarqué la présence de très petites fissures secondaires pour les éprouvettes les plus préécrouies. Ce phénomène est relié à la structure de dislocations, et donc les interactions avec la solution qui sont différentes. Plus de fissures peut signifier une initiation microscopique plus facile. D'un autre côté, le phénomène restant très localisé, il n'entraîne pas un surplus de déformation plastique totale notable; et peut aussi traduire une transition vers le stade II pour la vitesse de déformation plus rapide. Cependant, l'hypothèse selon laquelle une structure de dislocation obtenue lors d'un fort préécrouissage, entraîne une vitesse de propagation de la fissure plus grande, nous semble plus plausible.

Donc, à la vue des résultats obtenus, nous déconseillons fortement toutes prédéformations monotone et en fatigue à forte amplitude cyclique. Si pour la mise en forme de la pièce pratique, des étapes menant à de telles préfdéformations sont présentes, nous recomandrions de faire un recuit sur ces pièces pour une meilleurs résistance à la CSC. Bien sûr, si le but du préécrouissage est d'augmenter les propriétés mécaniques, un recuit est impossible. Dans ce cas, nous devrons cependant, prévoir une durée de vie plus courte de la pièce, et devrons adapter la résistance à la CSC du matériau en général (état non prédéformé), à notre cas particulier.

Une prédéformation cyclique à faible amplitude n'est quant à elle pas très dommageable, voir même bénéfique. Cela dépend du critère de tenue en CSC que nous imposons : allongement total ou contrainte maximum. Ainsi, une prédéformation en fatigue à faible amplitude est loin d'être très mauvaise, elle est même recommandée si nous considérons la contrainte maximum comme le critère de tenue en CSC.

De plus les résultats de Chambreuil sur des éprouvettes prédéformées en fatigue à faible amplitude sont encourageants. Une étude qui comparerait l'influence de la vitesse de déformation des essais pour des éprouvettes prédéformées en fatigue à faible amplitude, serait des plus intéressantes pour pouvoir apprécier la part de la procédure expérimentale dans nos travaux et ceux de Chambreuil. De plus en pratique, les matériaux sont souvent déformés en contrainte imposée. Une contrainte plus faible que la limite d'élasticité peut induire une rupture en CSC. Dans ce cas, l'initiation et le début de propagation représentent une grande partie de la durée de vie du matériau. Or, l'influence de la prédéformation cyclique à faible amplitude est la plus importante dans ces deux stades de la rupture. Avec des essais à vitesse de déformation imposée, nous avons forcé la structure de dislocation ''bénéfique'' de disparaître plus rapidement. Des essais à contrainte imposée serait donc aussi très intéressants pour savoir si dans ce cas une telle prédéformation n'entraînerait pas une meilleure tenue en CSC du 316L.

Références

1 Scully J.C., «The Theory of Stress Corrosion Cracking in Alloys», p 1, 1971

2 Magnin T., «Second International Conference on Corrosion – Deformation – Interactions CDI'96 EUROCRR'96», 1997.

3 Magnin T. «Corrosion sous contrainte : phénoménologie et mécanismes», p 271,1990.

4 Dickson J. I., Li S. Q., Bailon J. P., Tromans D., «Parkins Symposium on Fundamental Aspects of Stress Corrosion Cracking», p 303, 1992.

5 Russel A. J., Tromans D., «Met. Trans. A», Vol 10A, p 1229, 1979.

6 Meletis E. I., Hochman R. F., «Corrosion Science», Vol 26, p 63, 1986.

7 Dickson J. I., Li S. Q., Bailon J. P., «Corrosion sous contrainte : phénoménologie et mécanismes», p 425, 1990.

8 Chambreuil-Paret A., «Thèse de doctorat», École des Mines de Saint Étienne France, 1997.

9 Latanison R.M., Staehle R.W., «Proceedings of Conference Fundamental Aspects of SCC», p 214, 1967.

10 Uhlig H. H., «Proceedings of Conference Fundamental Aspects of SCC», p 86, 1967.

11 Pugh E. N., « SCC and H Embrittlement in Iron Base Alloys», p 37, 1973.

12 Bursle A. J., Pugh E. N., «Environment Sensitive Fracture of Engineering Materials», p 18, 1979.

13 Pugh E. N., «Corrosion», Vol 41 No 9, p 517,1985.

14 Newman R. C., Procter R.P.M., «Br. Corros. J.», Vol 25 No 4, p 259, 1990.

15 Parkins R. N., «Parkins Symposium on Fundamental Aspects of SCC», p 3, 1992.

16 Wu X., Thèse de Philosophiae Doctor, École Polytechnique de Montréal, 1998.

17 Marcus P., Olefjord I., «Corrosion Science», Vol 28 No 6, p 589, 1988.

18 Marcus P., «Corrosion sous contrainte : phénoménologie et mécanismes», Les éditions de la physique, p101, 1990.

19 Combrade P., «Les aciers inoxydables», Lacombe P.. Baroux B.,Béranger G. les éditions de la physique, Les Ulis, p333, 1990.

20 Forty A. J., Humble P., «Phil. Mag», Vol 8, p 247, 1963.

21 Pugh E. N.,«The Theory of Stress Corrosion Cracking In Alloys», p 448, 1971.

22 Vermilyea D.A., «Stress Corrosion Craking and Hydrogen Embrittlement of Iron-base Alloys», Staehle R.W., Hochman J., McCright R.D. and Slater J.E. eds, Nace, p208, 1977.

23 Staehle R. W., «The Theory of Stress Corrosion Cracking in Alloys», p 223, 1971.

24 Swann P.R., Pickering H.W., «Corrosion», vol 19, p 369, 1963

25 Galvele J.R., «Corrosion Science», vol 27, p1, 1987.

26 Jones D. A., «Metallurgical Transactions A», 16A, p 1133, 1985.

27 Sieradski K., Newman R. C., «Phil. Mag.» Vol A51, p 95, 1985.

28 Sieradski K., Newman R. C., «J. Phys. Chem. Solids» Vol 48, p 1101, 1987.

29 Flanagan W. F., Zhong L., Lichter B. D., «Metallurgical Transactions A», Vol 24A No 3, p 553, 1993.

30 Flanagan W. F., Min Wang, Zhu M., Lichter B. D., «Metallurgical Transactions A», Vol 25A No 3, p 1391, 1994.

31 Lichter B. D., Flanagan W. F., Kim J. S., Elkenbracht J. C., Van Hunen M., «Corrosion», Vol 52 No 5, p 453, 1996.

32 Jones D. A., «Corrosion 95», NACE, paper 169, 1995.

33 Magnin T., Chieragatti R., Oltra R., «Acta. Metall. Mater.», Vol 38, p 1313, 1990.

34 Magnin T., «Corrosion Deformation Interaction CDI92», p 27, 1992.

35 Stroh A. N., «Phil. Mag.», Vol 1, p 489, 1956.

36 MagninT. «Acta Materialia», Vol 44 No 4, p 1457, 1996.

37 MagninT., Chambreuil-Paret A., Château J. P., Delafosse D., Bayle B., cf. [2], p 12, 1997.

38 Uhlig H. H., «Fundamental Aspects of Stress Corrosion Cracking», NACE, p 86, 1969.

39 Caskey G. R., «Hydrogen Degradation Of Ferrous Alloys», p 882, 1985.

40 Hirth J. P., «Hydrogen Degradation of Ferrous Alloys», p 131, 1985.

41 Zakroczymski T., «Hydrogen Degradation of Ferrous Alloys», p 215, 1985.

42 Bockris J. O'M., McBreen J, Nanis L., «J. Electrochem. Soc.», Vol 112, p 112, 1965.

43 Bagotskaya I. A., «Zh. Fiz. Khim.», Vol 36, p 2267, 1962.

44 Matsui H., Kimura H., «Mat. Sci. And Eng.», Vol 40, p 207, 1979.

45 Robertson I. M., Birnbaum H. K., «Acta Metall.», Vol 34, p 353, 1986.

46 Tabata T., Birnbaum, «Scripta Metall», Vol 18, p 231, 1984.

47 Shih D., Robertson I. M., Birnbaum H. K., «Acta Metall.», Vol 36, p 111, 1988.

48 Bond G., Robertson I. M., Birnbaum H. K., «Acta Metall.», Vol 35, p 2289, 1987.

49 Hirth J. P., «Metallurgical Transactions A», Vol 11A, p 861, 1980.

50 Hirth J. P., Hydrogen Embrittlement and Stress Corrosion Cracking», p 29, 1984.

51 Birnbaum H. K., «Hydrogen Effects on Material Behavior», p 639, 1990.

52 Tien J. K., Thompson A. W., Bernstein I. M., Richards R. J., «Met. Trans.», Vol 7A, p 821, 1976.

53 Johnson H. H., Hirth J. P., «Met. Trans.», Vol 7A, p 1543, 1976.

54 Zapffe C. A., Sims C. E., «Hydrogen damage», p 13, 1977.

55 Tetelman A. S., «Hydrogen in Metals», p 17, 1974.

56 Tetelman A. S., «Fundamental Aspect of Stress Corrosion Cracking», p 446, 1969.

57 Beachem C. D., «Met. Trans.», Vol 3, p 437, 1972.

58 Petch N.J., «Philosophical Magazine», Vol 1, p331, 1956.

59 Lyntch S.P., «Acta Metallurgica», Vol 20, p 2639, 1988.

60 Jani S., Marek M., Hochman R. F., Meletis E. I., «Met. Trans. A», Vol 22A, p 1453, 1991.

61 Westlake D. G., «Trans ASM», Vol 62, p 1000, 1969.

62 Baranowski B., «Berichte der Bunsen-Gesellschaft für physikalische Chemie», Vol 76, p 714, 1972.

63 Gahr S., Grossbeck M. L., Birnbaum H. K., «Acta Metall.», Vol 25, p 135, 1977.

64 Birnbaum H. K.,«Hydrogen Embrittlement and Stress Corrosion Cracking», p153, 1984.

65 Pfeil L. B., «Proc. Roy. Soc.», A112, p 182, 1926.

66 Hohmberg R. P., Barnett W. J., Troiano A. R., «Trans ASM», Vol 47, p 892, 1955.

67 Troiano A. R., «Trans Asm», Vol 52, p 54, 1960.

68 Oriani R. A., «Stress Corrosion Cracking and Hydrogen Embrittlement of Iron-base Alloys», p351, 1977.

69 Oriani R. A., «Ann. Rev. Mater. Sci», Vol 8, p 327,1978.

70 Narita N., Alsteltter C., Birnbaum H. K., «Metall. Trans A», Vol 13A, p 1355, 1982.

71 Louthan M. R., Donovan J. A., Rawl D. E., «Corrosion», Vol 29, p 108, 1973.

72 Narita N., Birnbaum H. K., «Scripta Mettal.»,Vol 14, p 1355, 1980.

73 Magdowski R, Uggowitzer P. J., Speidel M. O., «ISIJ international, Iron and steel institute of Japan», Vol 36 No 7, p 901, 1996.

74 Cassagne T. B., Gelpi A., «Sixth international symposium on environmental degradation of materials in nuclear power systems reactors», p 679, 1993.

75 Dickson J. I., Russel A. J., Tromans D., «Canadian Metallurgical Quaterly», Vol 19, p 161, 1980.

76 Bernard M., Vogt J. B., Bui-Quoc T., Dickson J. I., «Fatigue 84», p 1029, 1984.

77 Vander Voot G.F.,«Metallography Principles and Practice», Materials Science and Engineering Series, p647.

78 Rouby M., Blanchard P., «Les Aciers Inoxydables», Lacombe P.,Baroux B., Béranger G., Les Editions de Physique, Les Ulis, p 567, 1990.

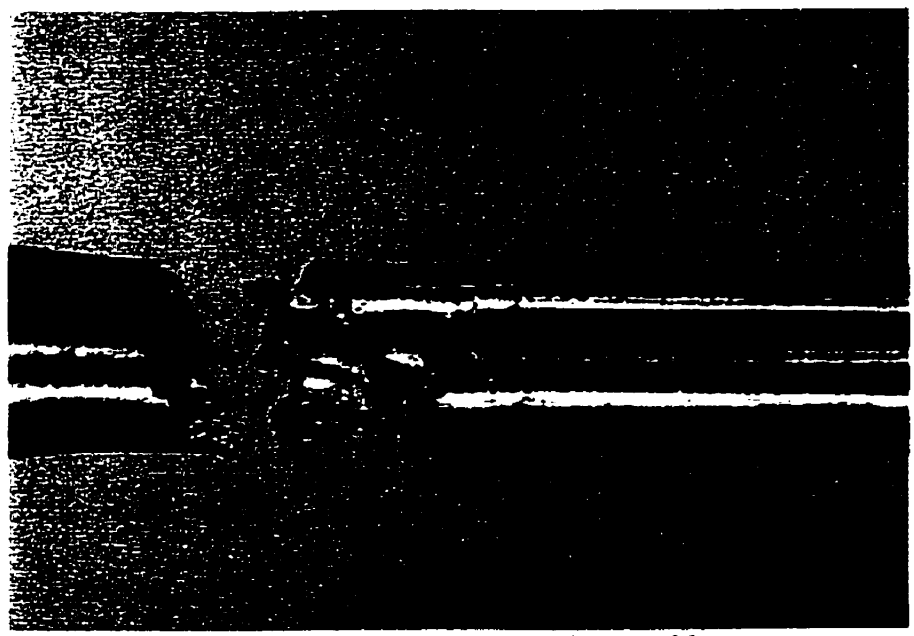
Annexes

Annexe A : Fûts des éprouvettes brutes rondes

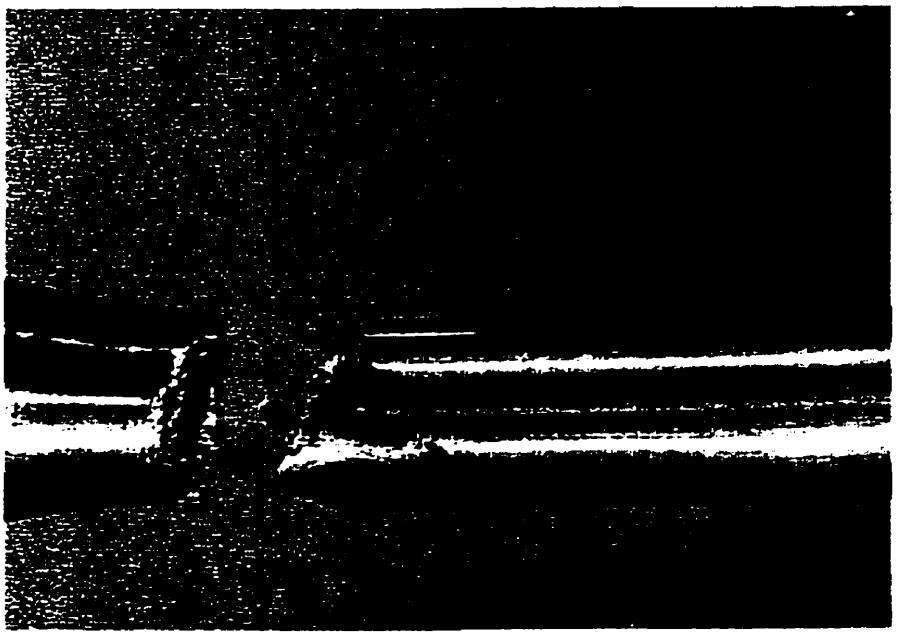
(cf. figure 4 – 5)
Fût éprouvette 0% rond brut

(cf. figure 4 – 1)
Fût éprouvette 0.25% 50 cycles rond brut

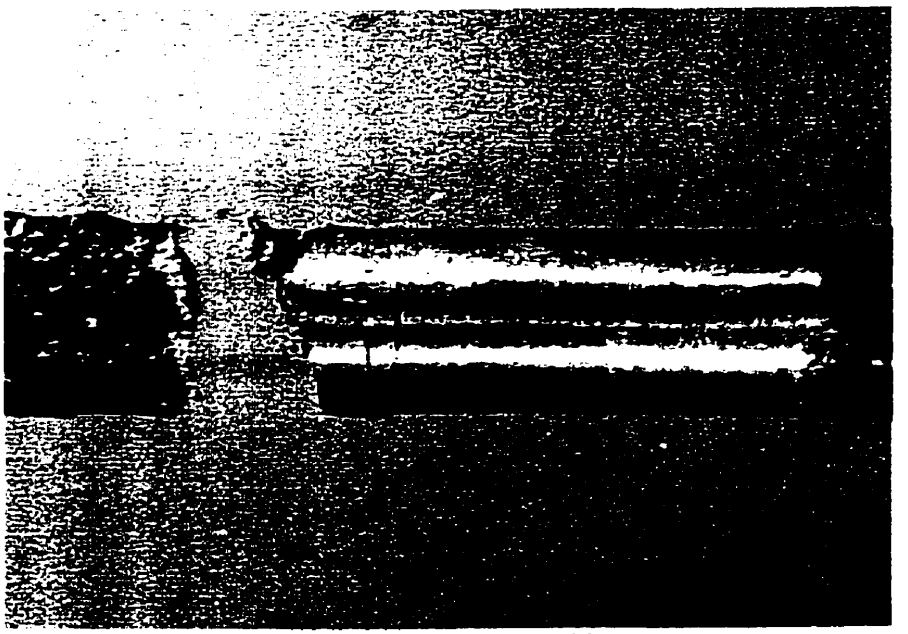
(cf. figure 4 – 6)
Fût éprouvette 0.25% 500 cycles rond brut



Fût éprouvette 0.75% 20 cycles rond brut



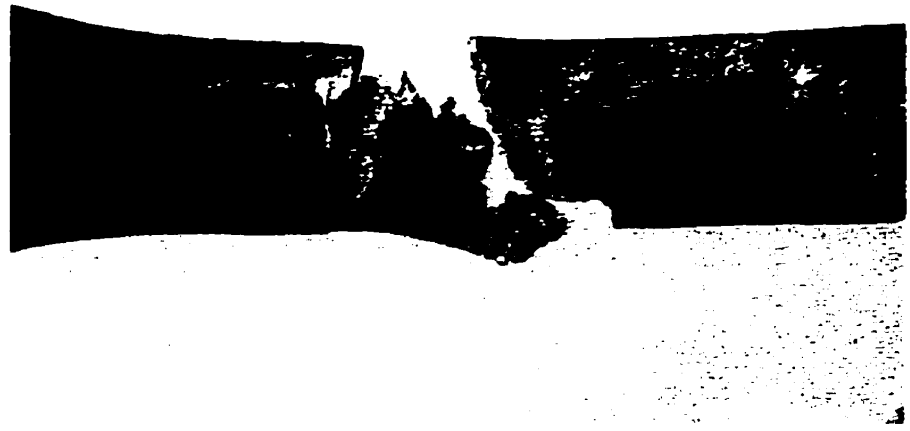
Fût éprouvette 0.75% 50 cycles rond brut



Fût éprouvette 5% rond brut

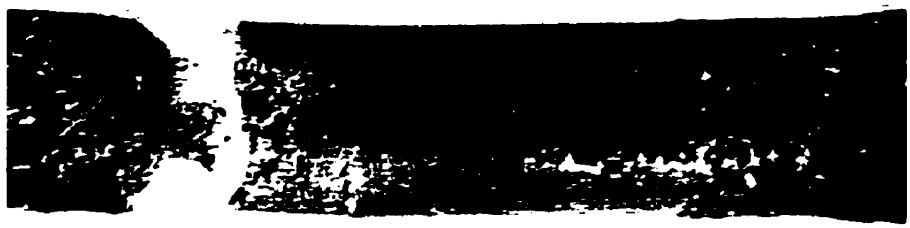
Annexe B : Fûts des éprouvettes brutes lisses

(cf. figure 4 – 3)
Fût éprouvette 0% rond lisse

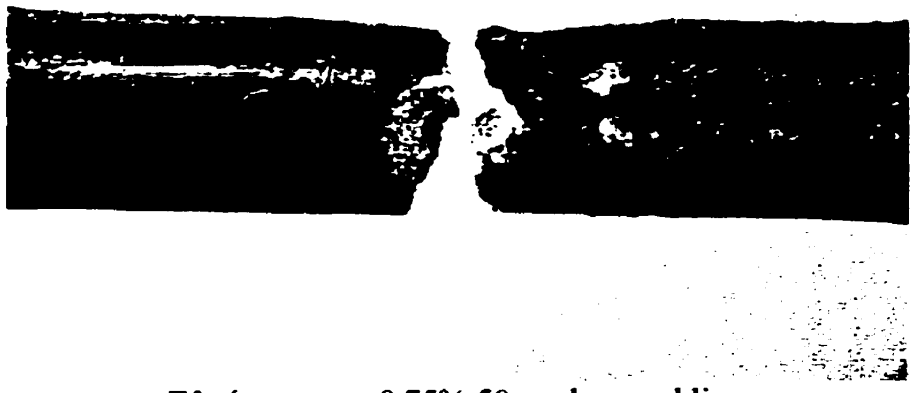


Fût éprouvette 0.25% 50 cycles rond lisse

(cf. figure 4 – 2)
Fût éprouvette 0.25% 500 cycles rond lisse



Fût éprouvette 0.75% 20 cycles rond lisse

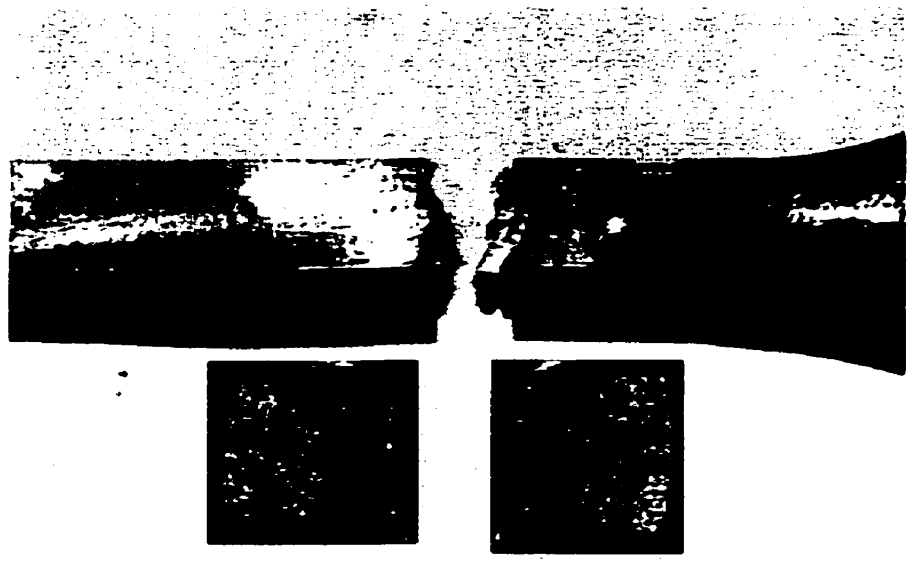


Fût éprouvette 0.75% 50 cycles rond lisse



Fût éprouvette 5% rond lisse

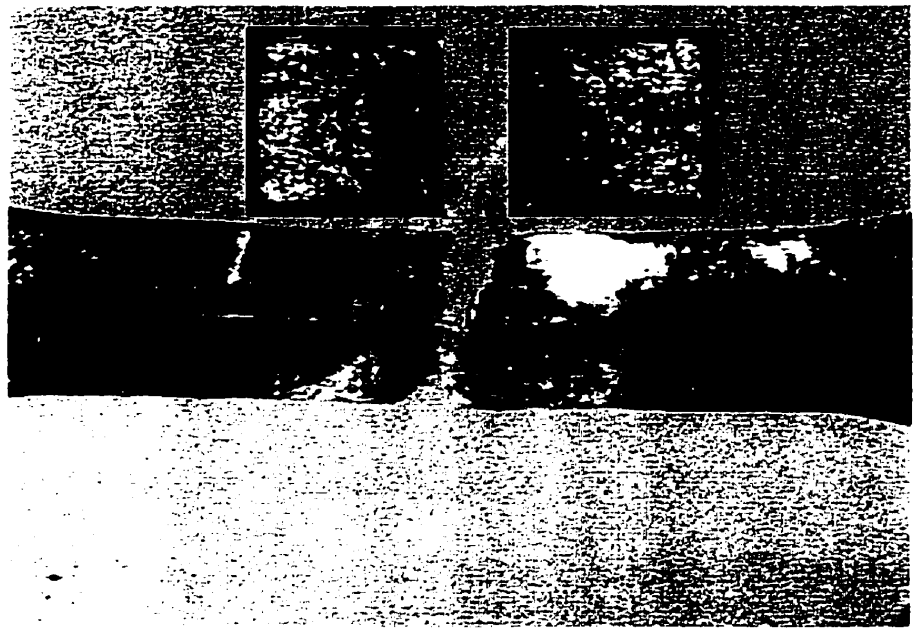
Annexe C : Fûts des éprouvettes carrées lisses



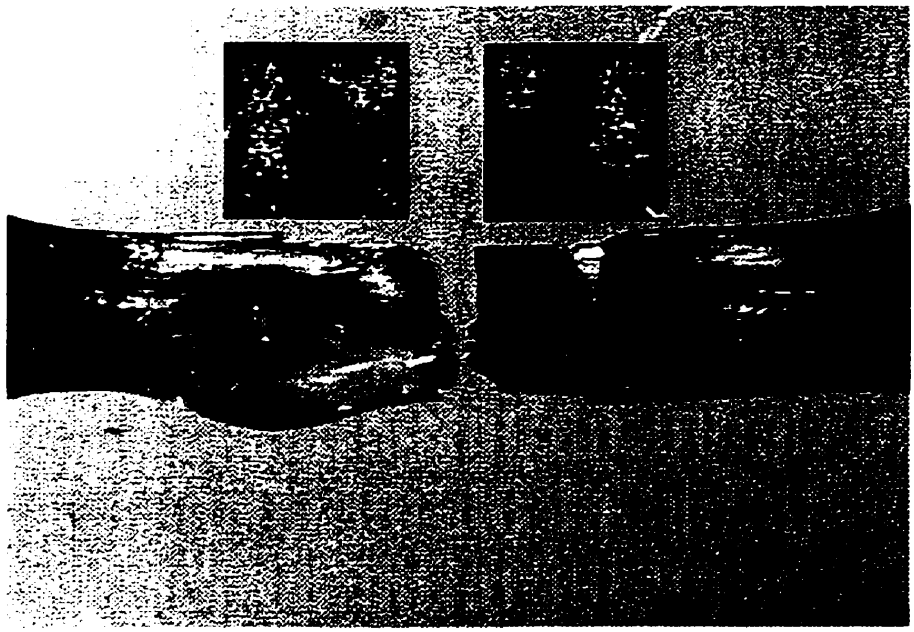
Fût éprouvette 0% carré lisse

(cf. figure 3 – 14)
Fût éprouvette 0.25% 50 cycles carré lisse

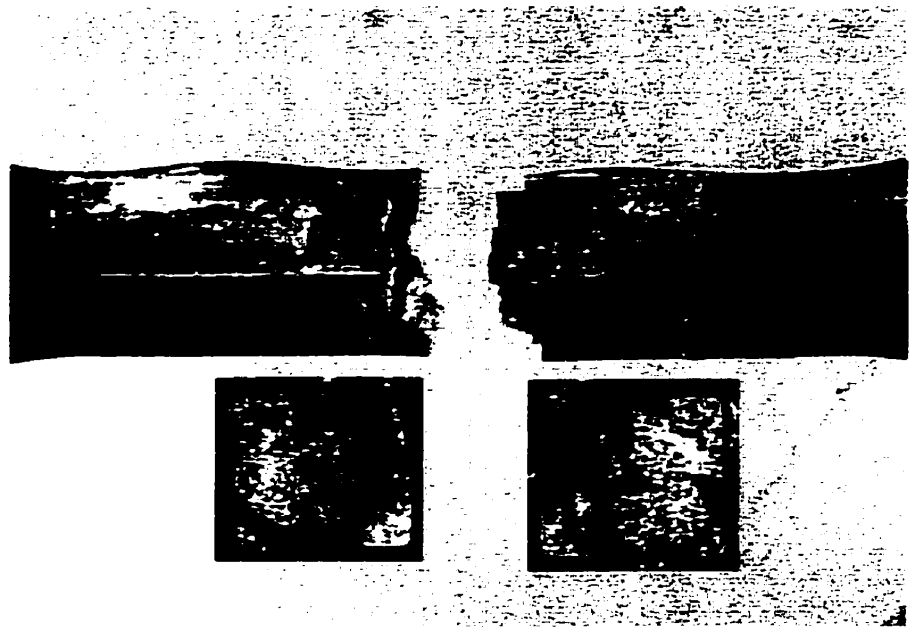
(cf. figure 3 – 15)
Fût éprouvette 0.25% 500 cycles carré lisse



Fût éprouvette 0.75% 20 cycles carré lisse



Fût éprouvette 0.75% 50 cycles carré lisse



Fût éprouvette 5% carré lisse