



**HAL**  
open science

# ETUDE DE L'ENDOMMAGEMENT PAR FLUAGE DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES ENTRE 550°C ET 650°C

Jean-Claude Arnaud

► **To cite this version:**

Jean-Claude Arnaud. ETUDE DE L'ENDOMMAGEMENT PAR FLUAGE DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES ENTRE 550°C ET 650°C. Sciences de l'ingénieur [physics]. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 1987. Français. NNT: . tel-01132641

**HAL Id: tel-01132641**

**<https://hal-emse.ccsd.cnrs.fr/tel-01132641>**

Submitted on 17 Mar 2015

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

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

# THESE

présentée par

**Jean-Claude ARNAUD**

pour obtenir le titre de

**DOCTEUR**

de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris  
de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne

*Spécialité : Sciences et Génie des Matériaux*

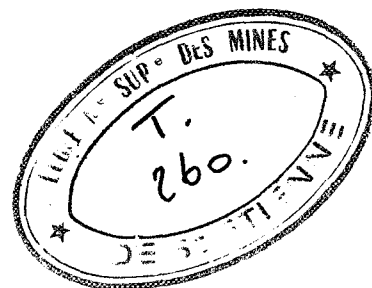
**ETUDE DE L'ENDOMMAGEMENT PAR FLUAGE  
DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITQUES  
ENTRE 550° C ET 650° C**

*Soutenue à Grenoble le 19 novembre 1987*

## *Composition du jury*

A. PINEAU	Président et Rapporteur
F. LOUCHET	Rapporteur
M. DISCONDI	Examineurs
J.H. DRIVER	
T. MAGNIN	
S.H. MASSON	
G. ROBERT	

# THESE



présentée par

**Jean-Claude ARNAUD**



pour obtenir le titre de

**DOCTEUR**

de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris  
et de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne

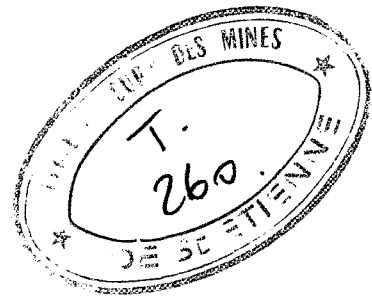
*Spécialité : Sciences et Génie des Matériaux*

## ETUDE DE L'ENDOMMAGEMENT PAR FLUAGE DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES ENTRE 550° C ET 650° C

*Soutenue à Grenoble le 19 novembre 1987*

### *Composition du jury*

M.	A. PINEAU	Président et Rapporteur
M.	F. LOUCHET	Rapporteur
MM.	M. BISCONDI	} Examineurs
	J.H. DRIVER	
	T. MAGNIN	
	S.H. MASSON	
	G. ROBERT	



**à Aline,**

**à mes parents,**

## REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé au Département de Métallurgie du Centre d'Etudes Nucléaires de Grenoble.

Monsieur G. ROBERT m'a proposé ce sujet et en a dirigé l'exécution. J'ai pu bénéficier pendant ces trois années passées à ses côtés, de sa compétence et de son aide. Je tiens à lui exprimer toute ma reconnaissance et toute mon estime.

Monsieur J. DESSUS a participé pour une large part aux travaux de microscopie électronique présentés dans cette thèse. Je tiens sincèrement à le remercier de l'intérêt qu'il a porté à cette étude et tout le travail qu'il a fourni.

Toute ma gratitude va également à Messieurs SPITZ, SAINFORT et MORLEVAT, pour leur accueil au sein du DMG.

Le Professeur PINEAU a consacré avec beaucoup d'amabilité une partie de son temps pour discuter de ce travail et a, en outre, accepté de présider le jury. Je lui en suis très reconnaissant.

Je remercie le Professeur BISCONDI d'avoir participé à la direction de ce travail.

Que Messieurs CHARPENTIER, NOMBALAIS, REGNARD qui m'ont aidé dans la réalisation du travail expérimental de cette thèse reçoivent ma sympathie.

Je remercie également tout le personnel du LECM, et plus particulièrement Messieurs BAILLIN et PELISSIER pour l'expérimentation in situ ainsi que Monsieur MAZILLE pour l'étude d'analyse d'images, sans oublier Messieurs CHAUDET et JOLIVET.

Je tiens à citer aussi Monsieur LIAUTARD qui lors de son séjour au laboratoire m'a apporté son soutien scientifique et moral.

La présentation de ce rapport est due à Madame MAILLAND que je remercie très chaleureusement. Elle a affronté avec beaucoup de courage les nombreuses formules, les multiples tableaux et les corrections de dernière minute.

Je remercie enfin, Monsieur LOUCHET qui a su s'intéresser à ce mémoire et en être le rapporteur ainsi que Messieurs DRIVER, MAGNIN et MASSON qui ont bien voulu examiner ce travail et me faire l'honneur de participer à ce jury de thèse.

Merci à tous ceux que je n'ai pas cités et qui m'ont aidés.

# SOMMAIRE

<b>I - INTRODUCTION</b>	<b>1</b>
<b>II - ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE</b>	<b>3</b>
<b>II.1 - Introduction</b>	<b>3</b>
<b>II.2 - Paramètres mécaniques des éprouvettes axismétriques fissurées</b>	<b>3</b>
<i>II.2.1 - Contrainte moyenne dans le ligament, <math>\sigma_{net}</math></i>	<b>3</b>
<i>II.2.2 - Contrainte de référence <math>\sigma_{réf}</math> et longueur de référence <math>L_{réf}</math></i>	<b>3</b>
<i>II.2.3 - Facteur d'intensité de contrainte <math>K</math></i>	<b>4</b>
<i>II.2.4 - Le paramètre <math>C^*</math> en fluage</i>	<b>4</b>
<i>II.2.5 - Domaines "contrôlés" par les paramètres <math>K, J, C^*</math> (selon /10/)</i>	<b>5</b>
<b>II.3 - Caractérisation de l'amorçage des fissures</b>	<b>5</b>
<b>II.4 - Caractérisation de la propagation des fissures</b>	<b>6</b>
<b>II.5 - Mécanismes physiques élémentaires de l'endommagement à chaud</b>	<b>9</b>
<i>II.5.1 - Introduction</i>	<b>9</b>
<i>II.5.2 - Germination des défauts</i>	<b>10</b>
<i>II.5.2.1 - Nécessité du Glissement Intergranulaire</i>	<b>10</b>
<i>II.5.2.2 - Approche visco-plastique : glissements-montées des dislocations dans le joint</i>	<b>12</b>
<i>II.5.2.3 - Analyse d'ARGON, CHEN et LAU /23/ : Approche diffusionnelle du glissement intergranulaire et prise en considération des processus de relaxation</i>	<b>13</b>
<i>II.5.3 - Croissance des défauts</i>	<b>17</b>
<i>II.5.3.1 - Croissance purement diffusionnelle</i>	<b>17</b>
<i>II.5.3.2 - Influence de la diffusion superficielle</i>	<b>19</b>
<i>II.5.3.3 - Croissance par combinaison de la diffusion intergranulaire et du fluage viscoplastique dans les grains adjacents</i>	<b>20</b>
<i>II.5.3.4 - Croissance d'une fissure dominante</i>	<b>24</b>
<b>III - ETUDE EXPERIMENTALE</b>	<b>27</b>
<b>III.1 - Etude de l'endommagement homogène</b>	<b>27</b>
<i>III.1.1 - Elaboration des états</i>	<b>27</b>
<i>III.1.1.1 - Rappel des caractéristiques structurales de l'Alliage 800</i>	<b>27</b>
<i>III.1.1.2 - Matériaux étudiés</i>	<b>30</b>

<i>III.1.2 - Les essais de fluage : prédéformation + fluage</i>	<b>33</b>
III.1.2.1 - Stabilisation de la microstructure	<b>33</b>
III.1.2.2 - Marquage des éprouvettes	<b>35</b>
III.1.2.3 - Essai de fluage	<b>36</b>
<i>III.1.3 - Résultats - Interprétation</i>	<b>38</b>
III.1.3.1 - Résultats : ductilités à rupture	<b>38</b>
III.1.3.2 - Résultats microstructuraux	<b>38</b>
III.1.3.3 - Mesure du glissement intergranulaire	<b>38</b>
III.1.3.4 - Caractérisation et mesure de l'endommagement intergranulaire	<b>42</b>
<b>III.2 - Endommagement localisé :</b>	<b>47</b>
<i>III.2.1 - Présentation du matériau et conduite des essais</i>	<b>47</b>
III.2.1.1 - Matériau	<b>47</b>
III.2.1.2 - Conduite des essais	<b>48</b>
III.2.1.3 - Conditions expérimentales des essais	<b>49</b>
<i>III.2.2 - Analyse des Essais Mécaniques</i>	<b>51</b>
III.2.2.1 - A la mise en charge	<b>51</b>
III.2.2.2 - Au cours de l'essai de fluage	<b>51</b>
<i>III.2.3 - Résultats des observations microscopiques - Interprétation</i>	<b>55</b>
III.2.3.1 - Observations du faciès de rupture	<b>55</b>
III.2.3.2 - Observations en microscopie électronique à transmission	<b>55</b>
<b>III.3 - Etude de l'endommagement par fluage "In-situ" au microscope électronique à très Haute Tension (M.E.H.T)</b>	<b>57</b>
<i>III.3.1 - Le matériau</i>	<b>57</b>
<i>III.3.2 - Données cristallographiques</i>	<b>58</b>
<i>III.3.3 - Essais de déformation in situ au METH</i>	<b>58</b>
III.3.3.1 - Préparation des échantillons	<b>58</b>
III.3.3.2 - Expérimentation in-situ au MEHT	<b>59</b>
III.3.3.3 - Direction de la contrainte appliquée	<b>59</b>
<i>III.3.4 - Résultats - Interprétations</i>	<b>60</b>



<b>IV - DISCUSSION : ANALYSE DE L'ENDOMMAGEMENT PAR FLUAGE</b>	<b>62</b>
<b>IV.1 - Etude du glissement intergranulaire</b>	<b>62</b>
<b>IV.2 - Rôles respectifs des capacités d'accommodation de la matrice et des glissements intergranulaires</b>	<b>62</b>
<b>IV.3 - Etude comparative de l'acier Z2 CND 17/13</b>	<b>64</b>
<b>IV.4 - Analyse du stade de propagation</b>	<b>65</b>
<b>V - CONCLUSION</b>	<b>68</b>
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES</b>	<b>69</b>
<b>ANNEXE 1</b>	<b>78</b>
<b>A.1.1. Facteur d'intensité de contrainte K</b>	<b>78</b>
<b>A.1.2. Intégrale J</b>	<b>78</b>
<b>A.1.3. Validité du paramètre <math>C^*_{ex}</math> en propagation de fissure</b>	<b>79</b>
<b>ANNEXE 2</b>	<b>81</b>
<b>A.2.1. Ensemble des données pour l'acier 316 à 650° C (923K) :</b>	<b>81</b>
<b>A.2.2. Calcul de la vitesse de nucléation selon RAJ /19/ pour l'acier 316 à 923K</b>	<b>82</b>
<b>A.2.3. Calcul des paramètres définis par ARGON, CHEN et LAU /23/ pour l'acier 316 à 923K :</b>	<b>83</b>
<b>A.2.4. Calcul des paramètres définis par CHEN et ARGON /42/</b>	<b>85</b>
<b>ANNEXE 3</b>	
<b>A.3.1. Utilisation d'une résine électrosensible pour le marquage des éprouvettes :</b>	<b>87</b>
<b>A.3.2. Mesures de l'endommagement intergranulaire</b>	<b>89</b>
<i>A.3.2.1. Technique expérimentale de préparation des échantillons</i>	<b>89</b>
<i>A.3.2.2. Caractérisation et mesure par analyse d'images de l'endommagement</i>	<b>90</b>
<i>A.3.2.3. Localisation des plages étudiées et résultats</i>	<b>91</b>
<i>A.3.2.4. Histogrammes d'orientation : nombre de joints ouverts en fonction de l'angle entre la trace du joint dans le plan d'observation et la direction de la contrainte</i>	<b>97</b>
<b>ANNEXE 4</b>	<b>98</b>
<b>A.4.1. Condition d'utilisation du suiveur électrique de fissures A.N.S.</b>	<b>98</b>
<b>A.4.2. Courbes expérimentales <math>V(t)</math>, <math>a(t)</math> et <math>\delta(t)</math> de quelques essais</b>	<b>99</b>

## NOMENCLATURE

### Constantes physiques

- k** = constante de Boltzmann =  $1,381 \cdot 10^{-23} \text{ JK}^{-1}$  .
- R** = constante des gaz parfaits =  $8,314 \text{ J mole}^{-1} \text{ K}^{-1}$  .

### Autres variables et constantes

- a** = longueur de la fissure, m.
- R** = rayon de l'éprouvette axisymétrique restant à fissurer, m.
- b** = rayon de l'éprouvette axisymétrique ( $b = a + R$ ), m.
- P** = charge appliquée, N.
- A** = fonction du chargement, de la longueur de la fissure et de la géométrie de l'éprouvette.
- $\sigma_{net}$  = contrainte moyenne dans le ligament, MPa.
- $\sigma_{réf}$  = contrainte de référence, MPa.
- $L_{réf}$  = longueur de référence, m.
- $P_y$  = charge limite, N.
- $\sigma_y$  = limite d'élasticité du matériau, MPa.
- $B_0, n$  = coefficients de la loi de comportement :  $\epsilon = B_0 \sigma^n$  (élastique non linéaire).
- $B_2, n_2$  = coefficients de la loi de fluage secondaire  $\dot{\epsilon} = B_2 \sigma^{n_2}$  .

$B'_{11}$ ,  $n'_{11}$ ,  $p'_{11}$  = coefficients de la loi de fluage primaire écrite sous la forme "time-hardening" :

$$\dot{\epsilon} = B'_{11} p'_{11} \sigma^{n'_{11}} t^{-(1-p'_{11})}$$

$A$  = constante de Dorn (coefficient de la loi de vitesse de fluage secondaire).

$\delta$  = déplacement des points d'application de la charge, m.

$\dot{\delta}$  = vitesse de déplacement des points d'application de la charge,  $m h^{-1}$ .

$\dot{\delta}_{ex}$  = vitesse expérimentale de déplacement des points d'application de la charge.

$K$  = facteur d'intensité de contrainte,  $MPa m^{1/2}$ .

$J$  = intégrale de contour (de RICE),  $N m^{-1}$  ou  $(J m^{-2})$ .

$C^*$  = intégrale de contour,  $N m^{-1} h^{-1}$  ou  $(J m^{-2} h^{-1})$ .

$C^*_{ex}$  = paramètre semi-analytique,  $N m^{-1} h^{-1}$ .

$C^*_h$  = paramètre analytique calculable (fluage primaire),  $N m^{-1} h^{-1}$ .

$C^*_{ps}$  = paramètre analytique calculable (fluage primaire et secondaire),  $N m^{-1} h^{-1}$ .

$\alpha$ ,  $\alpha_h$ ,  $\alpha_{ps}$  = exposants des lois de corrélation ( $T_i$ ,  $C^*$ ).

$\beta$  = exposant de la loi de Monkman-Grant ( $T_r$ ,  $\dot{\epsilon}$ ), /16/.

$\sigma$  = (ou  $\Sigma$ ) = contrainte de tension appliquée (ou principale), MPa.

$\sigma_n$  = (ou  $\Sigma$ ) = contrainte de tension normale agissant localement à travers l'interface, MPa.

$\sigma_l$  = contrainte locale, définie par  $\sigma_l = \sigma / c$ , MPa.

$\sigma_n$  = contrainte locale (sur la  $n^{\text{ème}}$  cavité), MPa.

$\sigma_s$  = contrainte de cisaillement, MPa.

$\sigma_s$  critique = contrainte de cisaillement critique, MPa.

$\tau_a$  = contrainte de cission, MPa

$\bar{\tau}_i$  = contrainte interne d'incompatibilité, MPa

$\epsilon$  = déformation de tension normale.

G = module de cisaillement (à 300K et sous la pression atmosphérique), MPa.

E = module d'Young, MPa.

$\nu$  = coefficient de Poisson.

$T_F$  = température de fusion, Kelvin.

T = température, K.

$\dot{\rho}$  = vitesse de nucléation,  $s^{-1}$ .

$\rho_{\max}$  = nombre maximum de sites de nucléation par unité d'aire du joint,  $m^{-2}$ .

$\rho_p$  = densité des précipités dans le joint,  $m^{-2}$ .

$\Delta G_c$  = variation de l'énergie d'activation, J.

$r_c$  = rayon critique, m.

$r$  = rayon de la cavité, m.

$r_s, r_t$  = rayon de la cavité à  $t_s$ , à  $t$ .

$r_n$  = rayon de la  $n^{\text{ième}}$  cavité.

$p$  = taille des précipités, m.

$l, L$  ( $L = l + p$ ) = distances interprécipités définies à la figure 12.

$2\lambda$  = distance moyenne entre cavités, m.

$d$  = taille du grain,  $\mu m$ .

$c$  = rapport  $p/L$ .

$d$  = rapport  $r/\lambda$ .

$F_v$  = facteur de forme.

$\theta, \alpha, \beta, \lambda$ , = différents angles (voir la figure 11).

$b$  = distance interatomique, m.

$\Omega$  = volume atomique,  $m^3$ .

$\delta$  = épaisseur du joint de grains, m.

- $\delta_s$  = épaisseur de la couche superficielle de la cavité, m.
- $\gamma_s$  = tension superficielle,  $\text{J m}^{-2}$ .
- $\gamma_b$  = tension intergranulaire,  $\text{J m}^{-2}$ .
- $D_s$  = coefficient de diffusion superficielle,  $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$ .
- $D_b$  = coefficient de diffusion du joint de grains,  $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$ .
- $Q_b$  = énergie d'activation au joint de grains,  $\text{kJ mole}^{-1}$ .
- $J_l$  = flux lacunaire,  $\text{m}^{-1} \text{s}^{-1}$ .
- $J_s, J_b$  = flux atomique, surfacique, au joint,  $\text{m}^{-1} \text{s}^{-1}$ .
- $(J_s)_{\text{tip}}$  = flux atomique dans la surface interne de la cavité au voisinage immédiat du joint,  $\text{m}^{-1} \text{s}^{-1}$ .
- $(J_b)_{\text{tip}}$  = flux atomique dans le joint au voisinage immédiat de la cavité,  $\text{m}^{-1} \text{s}^{-1}$ .
- $\Delta$  = rapport de la diffusité surfacique à la diffusité intergranulaire =  $\delta_s D_s / \delta D_b$ .
- $\tau_{BR}, \Delta\tau_{DF}, \Delta\tau_{PL}, \Delta\tau'_{DF}, \Delta\tau'_{PL}$  = différents temps ou intervalles de temps définis par /23/, s ou h.
- $\Lambda, \Lambda_l$  = longueurs caractéristiques de diffusion /23/, m.
- $L$  = autre longueur de diffusion /41/, m.
- $\lambda_I$  = exposant de longueur dans la singularité à l'apex du précipité.
- $\lambda_{II}$  = exposant de longueur dans la singularité au point triple.

$q_I, q_{II}$  = facteurs de concentration de contrainte.

$\alpha$  = paramètre de transition mode "quasi-équilibre", mode "quasi-fissure".

$l$  = longueur d'empilement de dislocation, m.

$N$  = facteur multiplicatif de la contrainte de cisaillement appliquée.

$\mu_b, \mu_s$  = potentiel lacunaire, au joint, à la surface de la cavité, J.

$v$  =  $(dr / dt)$ , vitesse de croissance d'une cavité,  $m \ s^{-1}$ .

$T_I$  = temps à l'amorçage /2/, s.

$t_i$  = temps d'incubation /19/, s.

$t_s$  = temps initial, s.

$T_r, T_2$  = temps à rupture, h, temps du 2ème stade de la propagation, h.

$t, T$  = temps, s.

$\zeta, \xi$  = exposants définis par /45/.

$\phi (n, \lambda)$  = fonction de la taille de la cavité, de la distance intercavité et de paramètres dépendants des matériaux.

$I_{n2}$  = facteur de normalisation (dépend de  $n_2$ ), /46/.

$N_t$  = nombre d'intersection de marqueur avec un joint.

$N_g$  = nombre de joints glissants.

$\psi$  = angle entre la trace du joint dans le plan d'observation et la direction de la contrainte.

$d$  = décalage des marqueurs.

$d_p, d_m, d_g$  = classes de décalage.

$D$  =  $l_c/l_t$ , paramètre d'endommagement /55/.

$l_c$  = longueur cumulée de cavité intergranulaire sur une plage d'aire  $S$ .

$l_t$  = longueur totale des joints de grains sur cette même aire  $S$ .



## I - INTRODUCTION

Les aciers inoxydables austénitiques sont employés pour la réalisation d'un certain nombre de composants mécaniques travaillant, à haute température et pendant des temps très longs, c'est à dire dans un domaine où le fluage est important.

Dans le contexte nucléaire qui nous intéresse plus spécialement, ce sont les constituants des éléments de structure du réacteur surgénérateur (cuve, échangeur de vapeur). Ils doivent satisfaire aux conditions d'emploi suivantes : (exemple de l'échangeur de vapeur)

- . Température ~ 525° C
- . Contrainte (en régime stationnaire) ~ 100 MPa pendant plusieurs années (30 ans ( ~ 2,5.10<sup>5</sup> h )).

En conséquence, dans l'optique d'une prévision de durée de vie, on est confronté à l'extrapolation de données obtenues en laboratoire à partir d'essais limités en temps.

Jusqu'à présent les essais de fluage sont réalisés le plus souvent, sur des éprouvettes lisses soumises à une contrainte uniaxiale de traction. Ces conditions, qui sont évidemment très éloignées du mode de sollicitation réel des structures ne permettent pas d'aboutir à des prévisions de vie satisfaisantes. Les difficultés inhérentes à toutes prévisions sont de plus ici aggravées par le caractère évolutif de la structure de ces aciers inoxydables au cours du vieillissement dynamique. Ces essais offrent toutefois l'avantage de permettre l'étude de l'endommagement homogène par fluage de ces alliages.

En fait dans la majorité des cas, la ruine s'effectue par création puis propagation de fissure à partir de zones faibles de l'installation. Ces sites privilégiés à l'amorçage des fissures en service sont les défauts d'élaboration (par exemple les défauts de soudure) et les points faibles liés à des discontinuités géométriques de conception.

Que l'endommagement soit homogène ou localisé, il se présente sous la forme de décohé- sions puis de fissures dans les joints de grains de ces matériaux lorsqu'ils sont déformés à des températures supérieures à la demi température de fusion exprimée en Kelvin (~ 900K).

Les théories actuelles attribuent la création de ces défauts à l'incapacité de la matrice à relaxer les concentrations de contrainte créées par le glissement intergranulaire au niveau des obstacles présents dans les joints, (ROBERT /1/).

L'étude générale de l'endommagement en fluage doit permettre de préciser le comportement à long terme des structures travaillant à haute température. C'est dans ce cadre que se situe le présent travail et il espère contribuer à la résolution de ce problème difficile et encore mal appréhendé.

Il faut noter que cette démarche est typiquement représentative de l'approche locale de la rupture puisque l'on s'intéresse ici au matériau endommagé. L'endommagement quantifié relié aux contraintes et déformations locales peut être alors utilisé dans un calcul de structure.

L'aspect "fondamental" lié à l'étude des mécanismes physiques d'endommagement débouche alors sur l'aspect "application" qui intéresse directement l'industrie.

La première partie de ce travail constituera une synthèse des méthodes expérimentales de prédiction du temps à l'amorçage d'une fissure ainsi que des vitesses de propagation.

Cette partie bibliographique abordera également de façon détaillée les théories physiques actuelles de la rupture par fluage.

Trois chapitres constitueront la partie expérimentale :

- Une analyse statistique du glissement intergranulaire et de l'endommagement micrométrique sur des éprouvettes polycristallines d'Alliage 800 grade II (Z5 NCTA 33.21) déformées par fluage dont les caractéristiques microstructurales matricielles et aux joints de grains varient d'une nuance à l'autre (4 nuances).

- Une étude fine en microscopie électronique à transmission des zones proches du front de fissure d'éprouvettes axisymétriques pré-entaillées d'Alliage 800 grade I, précédée des mesures de vitesse de fissuration et de détection des temps d'amorçage.

- Une observation "in-situ" au Microscope Electronique à très Haute Tension de l'endommagement intergranulaire à chaud d'éprouvettes bicristallines d'acier inoxydable 304 (Z2 CN 17.13).

Au cours de la discussion on s'efforcera après avoir comparé l'endommagement par fluage d'un acier peu renforcé le 316 (Z2 CND 17.13) à un acier renforcé (par une fine précipitation intragranulaire) l'Alliage 800, de proposer un schéma de ruine suffisamment précis pour conduire à une modélisation quantifiable.

## II - ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

### II. 1 - Introduction

Dans ce chapitre nous présentons tout d'abord les méthodes expérimentales proposées dans la littérature pour prédire la vitesse de propagation d'une fissure par fluage. Les résultats des analyses théoriques qui permettent d'établir analytiquement l'expression du champ des contraintes et des déformations à la pointe d'une fissure ne sont pas présentés ici. (Voir les revues bibliographiques présentées dans les références : MASS /2/ et BENSUSSAN, PELLOUX, PINEAU /3/). Nous présentons ensuite de façon détaillée les théories physiques de la rupture par fluage.

### II. 2 - Paramètres mécaniques des éprouvettes axisymétriques fissurées

De nombreuses revues bibliographiques ont été réalisées dans ce domaine (voir les références /2/ ; FRANCOIS, DANG VAN, MUDRY /4/ et RADHAKRISHNAN /5/. Les calculs nécessaires à l'établissement de ces paramètres sont développés en annexe 1.

#### II. 2. 1 - Contrainte moyenne dans le ligament, $\sigma_{net}$ (HARRISON, SANDOR /6/ ; FORMBY, NICHOLSON /7/).

$\sigma_{net}$  est égale à la force divisée par la section restant à fissurer. Elle est définie comme étant la contrainte nominale en pointe de fissure. On néglige de ce fait la concentration de contrainte en pointe de fissure.

La définition est évidente dans le cas d'éprouvettes axisymétriques (voir la figure 1)

$$\sigma_{net} = P / (\pi R^2) \quad (1)$$

Par contre, elle est plus ambiguë dans le cas où la géométrie de la pièce est compliquée.

Expérimentalement, une éprouvette suffit pour déterminer toute la courbe de fissuration puisque  $\sigma_{net}$  augmente lorsque la longueur de fissure augmente.

Il suffit alors de reporter la vitesse de fissuration  $\dot{a}$  en fonction de  $\sigma_{net}$ .

#### II. 2. 2 - Contrainte de référence $\sigma_{réf}$ et longueur de référence $L_{réf}$ (/4/ ; HAIGH /8/ ; FREEMAN /9/ ; PIQUES, PINEAU /10/).

Une contrainte de référence  $\sigma_{réf}$  et une longueur de référence  $L_{réf}$  permettent d'établir une

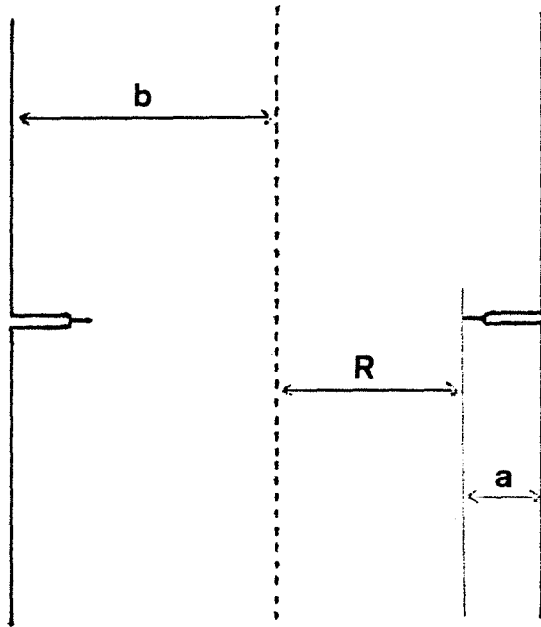


Figure 1 - Eprouvette axisymétrique pour essais de fissuration en fluage.

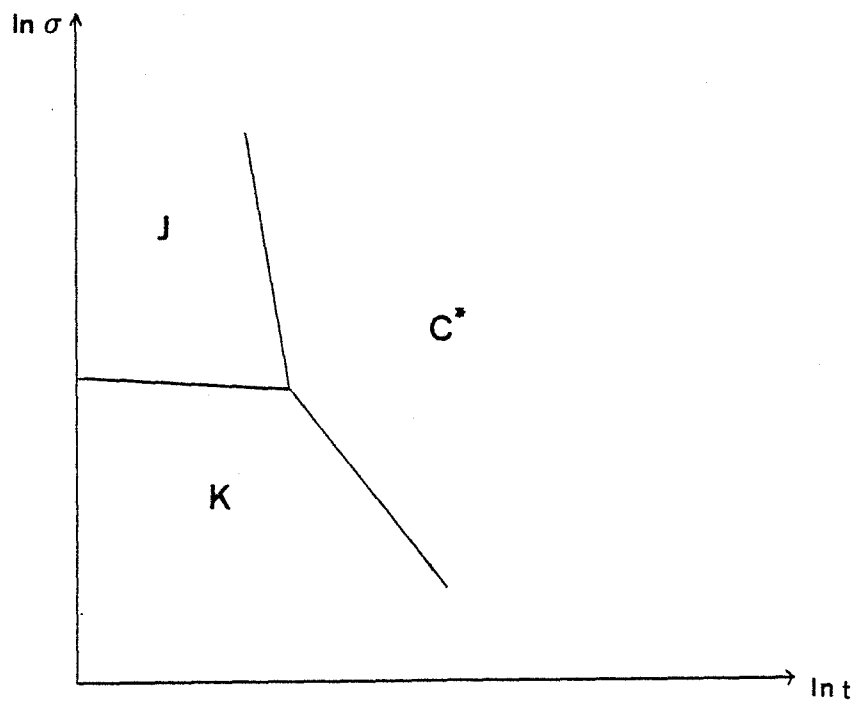


Figure 2 - Domaines contrôlés par les paramètres K, J, C\*.

équivalence entre une éprouvette fissurée et une éprouvette lisse fictive de la façon suivante :  
 La contrainte de référence  $\sigma_{\text{réf}}$  d'une éprouvette fissurée pour laquelle on exprime le fluage par rapport à une longueur de référence  $L_{\text{réf}}$  est la contrainte qui, appliquée sur une éprouvette lisse fictive, produit le même fluage sur la même base de mesure  $L_{\text{réf}}$ .

La détermination de  $\sigma_{\text{réf}}$  repose sur une analyse en plasticité parfaite. On peut donc la définir en considérant que sa valeur tend vers la contrainte d'écoulement  $\sigma_y$  quand le chargement  $P$  de l'éprouvette fissurée tend vers sa valeur limite  $P_y$  :

$$\sigma_{\text{réf}} = \sigma_y \left( P / P_y \right) \quad (2)$$

avec  $\sigma_{\text{réf}}$  = contrainte de référence,  
 $\sigma_y$  = limite d'élasticité du matériau,  
 $P$  = charge appliquée de l'éprouvette fissurée,  
 $P_y$  = charge limite de l'éprouvette fissurée.

PIQUES et PINEAU /10/ déterminent la contrainte de référence pour des éprouvettes axisymétriques telles que  $R/b > 0,35$  (voir la figure 1) :

$$\sigma_{\text{réf}} = P / (\pi R b) \quad (3)$$

Ils identifient pour ces éprouvettes  $L_{\text{réf}}$  au rayon du ligament non fissuré  $R$ .

### II. 2. 3 - Facteur d'intensité de contrainte $K$

Il est défini sans ambiguïté en élasticité pour une fissure sollicitée en mode I. Dans le cas d'éprouvettes axisymétriques fissurées, (voir l'annexe 1), on a :

$$K = (P / 2\pi R^2) \sqrt{\pi a (R/b)} \quad \text{ft} (R/b) \quad (4)$$

### II. 2. 4 - Le paramètre $C^*$ en fluage (RIEDEL, RICE /11/ ; LANDES, BEGLEY /12/)

Le paramètre  $C^*$  découle de l'intégrale  $J$  introduite par RICE en plasticité, dans laquelle on a remplacé les déplacements et les déformations par les vitesses de déplacement et vitesses de déformation. Le passage de  $J$  à  $C^*$  est fondé sur l'analogie formelle qui existe entre les lois de comportement  $\varepsilon = B_0 \sigma^n$  (élasticité non linéaire) et  $\dot{\varepsilon} = B_2 \sigma^{n2}$  (matériau purement visqueux).

On démontre en annexe 1 que  $J$  a pour expression :

$$J = (n - 1) (P\delta) / (n + 1) (2 \pi R^2) \quad (5)$$

avec  $\delta = L_{\text{réf}} B_0 \sigma_{\text{réf}}^n = R B_0 (P / \pi R b)^n$  (selon /10/).

On peut donc définir en fluage secondaire le paramètre  $C^*$  :

$$C^* = (n_2 - 1) (P\dot{\delta}) / (n_2 + 1) (2 \pi R^2) \quad (6)$$

avec la vitesse de déplacement de la base de mesure  $\dot{\delta} = R B_2 (P / \pi R b)^{n_2}$

On peut également définir le paramètre semi-analytique  $C^*_{\text{ex}}$  dans lequel intervient la vitesse de fluage secondaire expérimentale  $\dot{\delta}_{\text{ex}}$  :

$$C^*_{\text{ex}} = (n_2 - 1) (P \dot{\delta}_{\text{ex}}) / (n_2 + 1) (2 \pi R^2) \quad (7)$$

#### II. 2. 5 - Domaines "contrôlés" par les paramètres $K$ , $J$ , $C^*$ (selon /10/)

Selon la valeur de la mise en charge et le temps de fluage  $t$ , les singularités des contraintes et des déformations en pointe de fissure s'expriment en fonction des paramètres  $K$ ,  $J$  ou  $C^*$ . Sur la figure 2 sont représentés schématiquement dans l'espace  $(\sigma, t)$  les domaines contrôlés par ces paramètres.

### II. 3 - Caractérisation de l'amorçage des fissures

MASS /2/ a étudié la fissuration par fluage d'acier Z2 CND 17.13 dont la taille moyenne des grains est égale à  $50 \mu\text{m}$  et a adopté le critère d'amorçage suivant :

Après une pré-fissuration par fatigue, il y a amorçage d'une fissure en fluage lorsque l'on détecte électriquement au temps  $T_i$  une fissure de longueur  $50 \mu\text{m}$  après une phase initiale dépendant de la méthode de mesure (voir la figure 3).

Les valeurs des chargements utilisées dans son étude l'ont conduit à rechercher une corrélation entre le temps à l'amorçage et le paramètre  $C^*$ .

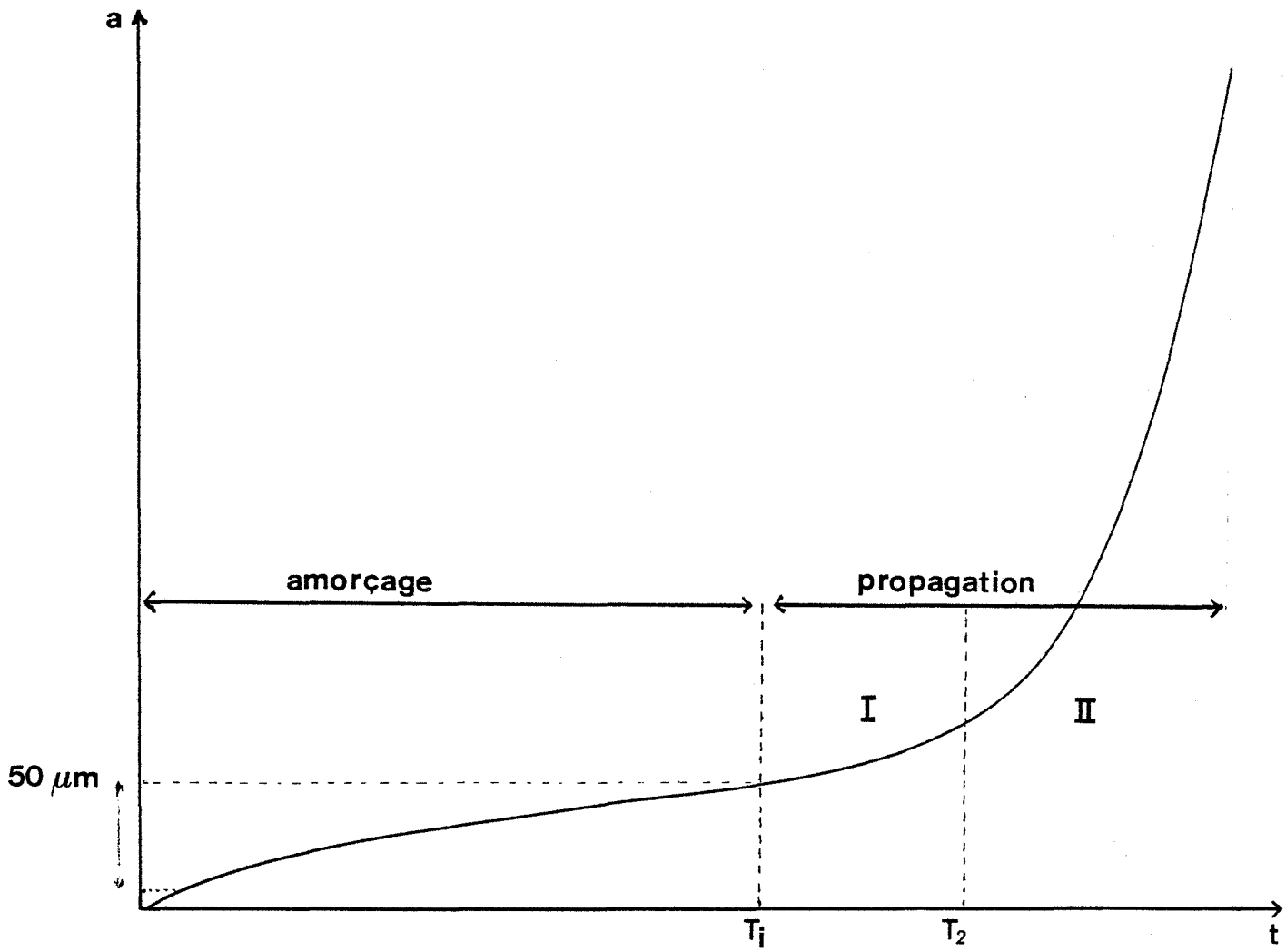


Figure 3 - Allure générale des courbes  $a(t)$ .

Ses résultats, obtenus sur éprouvettes CT et DEN à 600° C, sont présentés sur la figure 4 avec ceux de PIQUES et PINEAU /10/, sur éprouvettes axisymétriques à 3 températures (575° C, 600° C et 650° C).

La corrélation obtenue par ajustement à partir de l'ensemble de ces points s'établit comme suit :

$$T_i C^{*ex \alpha} = Cte \text{ ou } \alpha = 0,65.$$

Cette loi implique que la vitesse d'endommagement localisé (prop à  $1 / T_i$ ) est directement liée à la vitesse de déplacement  $\dot{\delta}_{ex}$  intervenant dans les expressions de  $C^{*ex}$ . Cette relation est comparable à la relation de MONKMAN-GRANT /16/ qui traduit le même type de corrélation pour des éprouvettes lisses :

$$T_r \dot{\epsilon}^\beta = Cte, \quad (8)$$

avec  $T_r$  = temps à rupture

et  $\dot{\epsilon}$  = vitesse de fluage secondaire.

Ces mêmes auteurs /10/ ont introduit des paramètres calculables à partir des conditions de chargement :

$C^{*h}$  en fluage primaire et  $C^{*ps}$  en fluage primaire-secondaire. Ils ont obtenu de nouvelles corrélations :

$$T_i C^{*h \alpha_h} = Cte, \quad \alpha_h = 0,95 \quad (9)$$

$$\text{et } T_i C^{*ps \alpha_{ps}} = Cte, \quad \alpha_{ps} = 0,5 \quad (10)$$

qui permettent, à partir des conditions de chargement d'un essai donné, la détermination à priori du temps de l'amorçage  $T_i$ .

## II. 4 - Caractérisation de la propagation des fissures

De l'instant initial qui correspond à la fin de la mise en charge au temps  $T_i$  d'amorçage de la fissure, nous sommes dans l'amorçage (voir la figure 3)

De  $T_i$  au temps à rupture  $T_r$ , nous sommes dans le domaine de la propagation. Ce dernier comporte 2 stades :

le stade I de  $T_i$  à  $T_2$

le stade II de  $T_2$  à  $T_r$



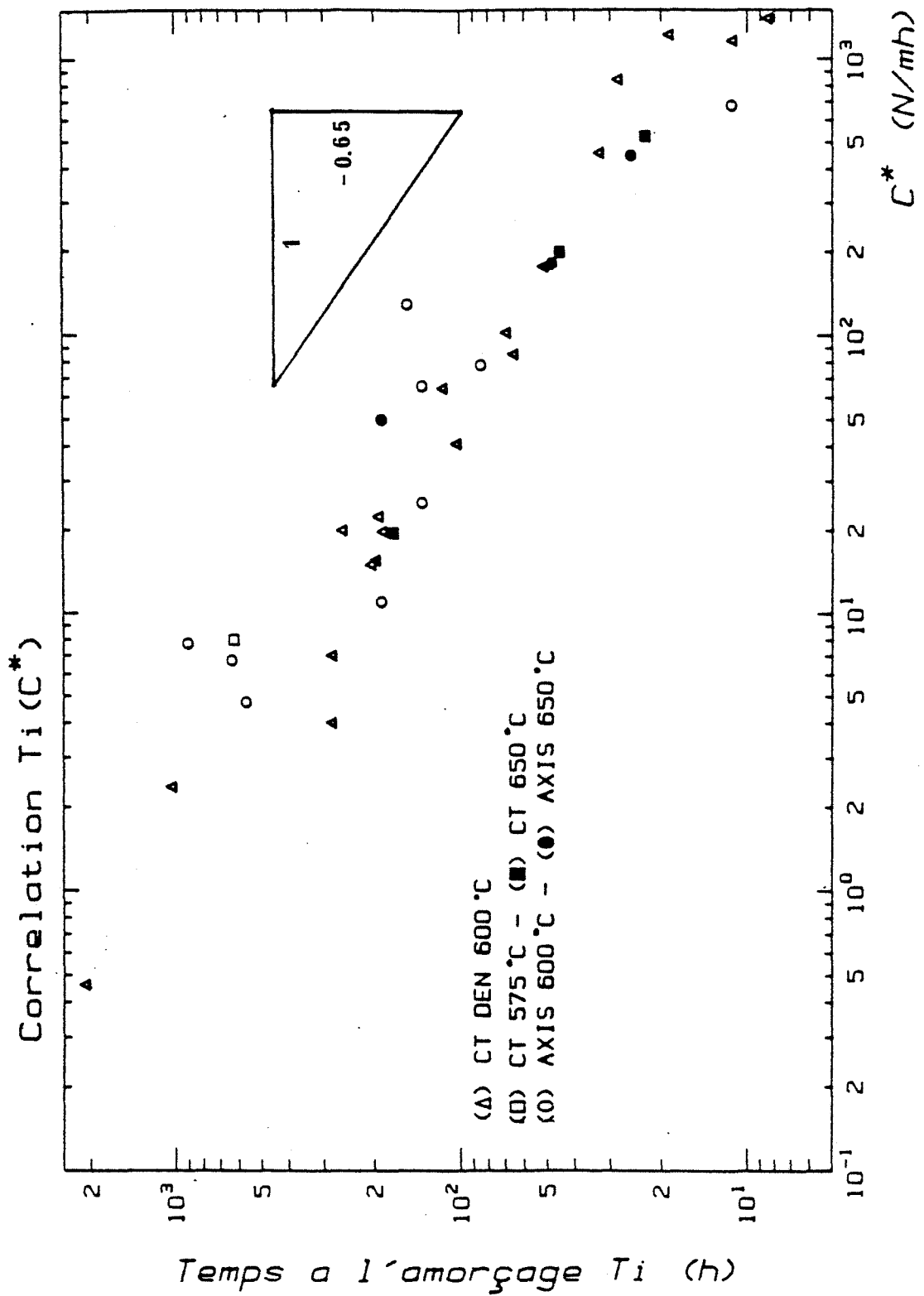


Figure 4 - Corrélation  $T_i (C^*)$  d'après  
 MASS /2/, PIQUES et PINEAU /10/.  
 (Acier Z2 CDN 17-13 SPH)

$T_2$  correspond au temps où la dérivée seconde  $\ddot{\delta}(t)$  des déplacements des points d'application de la charge devient positive.

Comme pour  $T_1$ , des corrélations peuvent être recherchées entre  $T_2$  et les paramètres  $C^*$  (voir /10/).

Mais ici dans le domaine de la propagation de fissure, des corrélations entre la vitesse de fissuration  $\dot{a}$  et les différents paramètres mécaniques précédemment définis  $\sigma_{net}$ ,  $\sigma_{réf}$ ,  $K$  et  $C^*$  sont surtout recherchées.

Sur les figures 5 à 8, sont représentés des exemples de corrélations obtenues pour l'acier Z2 CND 17.13 par les auteurs /10/.

A l'examen de ces figures, deux premières observations s'imposent :

1ère - Comme nous venons de le voir, la phase de propagation se décompose en deux stades. En début de propagation les vitesses d'avancée de fissure augmentent rapidement et les paramètres de chargement varient peu. C'est le stade I. La propagation se poursuit ensuite au cours du stade II.

2ème - Il n'y a pas de corrélation unique entre la vitesse de fissuration  $\dot{a}$  et l'un des trois paramètres de chargement  $\sigma_{net}$ ,  $\sigma_{réf}$  ou  $K$ . De même que pour  $C^*$  dans le stade I. Par contre, une bonne corrélation entre  $\dot{a}$  et  $C^*_{ex}$  apparaît dans le stade II. Mais celle-ci a en fait un intérêt limité.

En effet, le paramètre  $C^*_{ex}$  est proportionnel à  $\dot{\delta}_{ex}$  (voir l'équation (7)).

On démontre en annexe 1 que la détermination analytique de  $\dot{\delta}_{ex}$  est égale à :

$$\dot{\delta}_{ex}(t) = \delta_{ex} (p^1 / t) + (n^1 - 1) \delta_{ex} (\dot{a} / R)$$

Le premier terme de cette relation représente le fluage propre du matériau. Lorsque ce terme est prépondérant,  $C^*_{ex}$  ne dépend pas de  $\dot{a}$  ; on est en stade I.

Le deuxième terme n'est qu'un terme géométrique d'avancée de fissure et s'il est très supérieur au terme de fluage, l'expression de  $C^*_{ex}$  s'écrit :

$$C^*_{ex} = \frac{(n_2 - 1) (n^1 - 1)}{(n_2 + 1)} \frac{P \delta_{ex}}{2 \pi R^3} \dot{a} \quad (11)$$

Cette situation correspond au stade II. L'intérêt de la corrélation  $\dot{a} - C^*_{ex}$  s'en trouve

réduit car en fait on corrèle en partie  $\dot{a}$  avec  $\dot{a}$ .

Il y a donc pas de relation biunivoque entre la vitesse de propagation de fissure  $\dot{a}$  et un paramètre de chargement ( $\sigma_{net}$ ,  $\sigma_{ref}$ ,  $K$ ,  $C^*$ ).

Cette remarque doit nous orienter vers une nouvelle approche de la propagation de fissure en fluage. Cette approche "locale" passe nécessairement par l'étude des mécanismes physiques d'endommagement, que nous allons maintenant présenter.

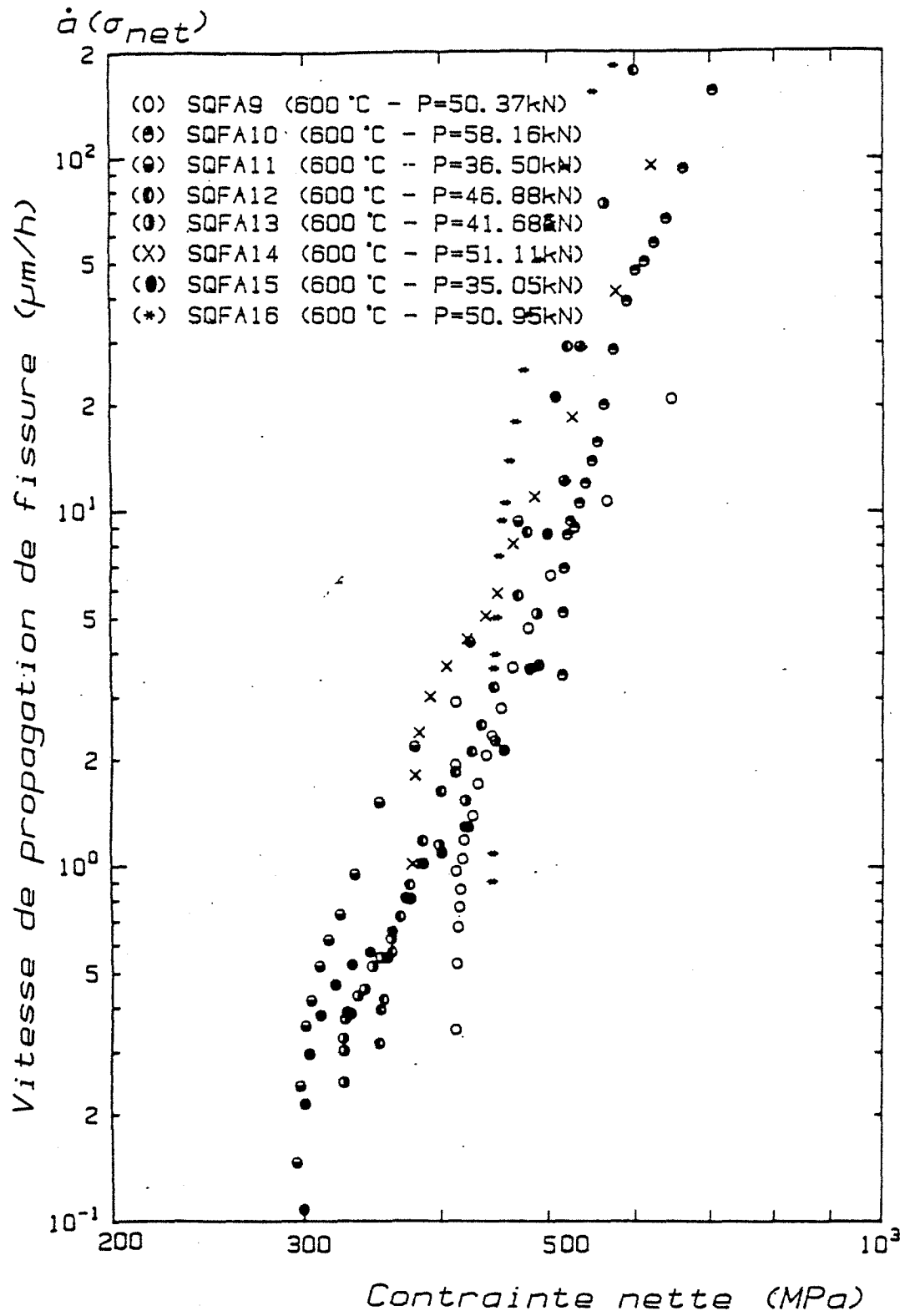


Figure 5

- Corrélation à  $(\sigma_{net})$  d'après PIQUES et PINEAU /10/  
 (Acier Z2 CND 17-13 SPH)

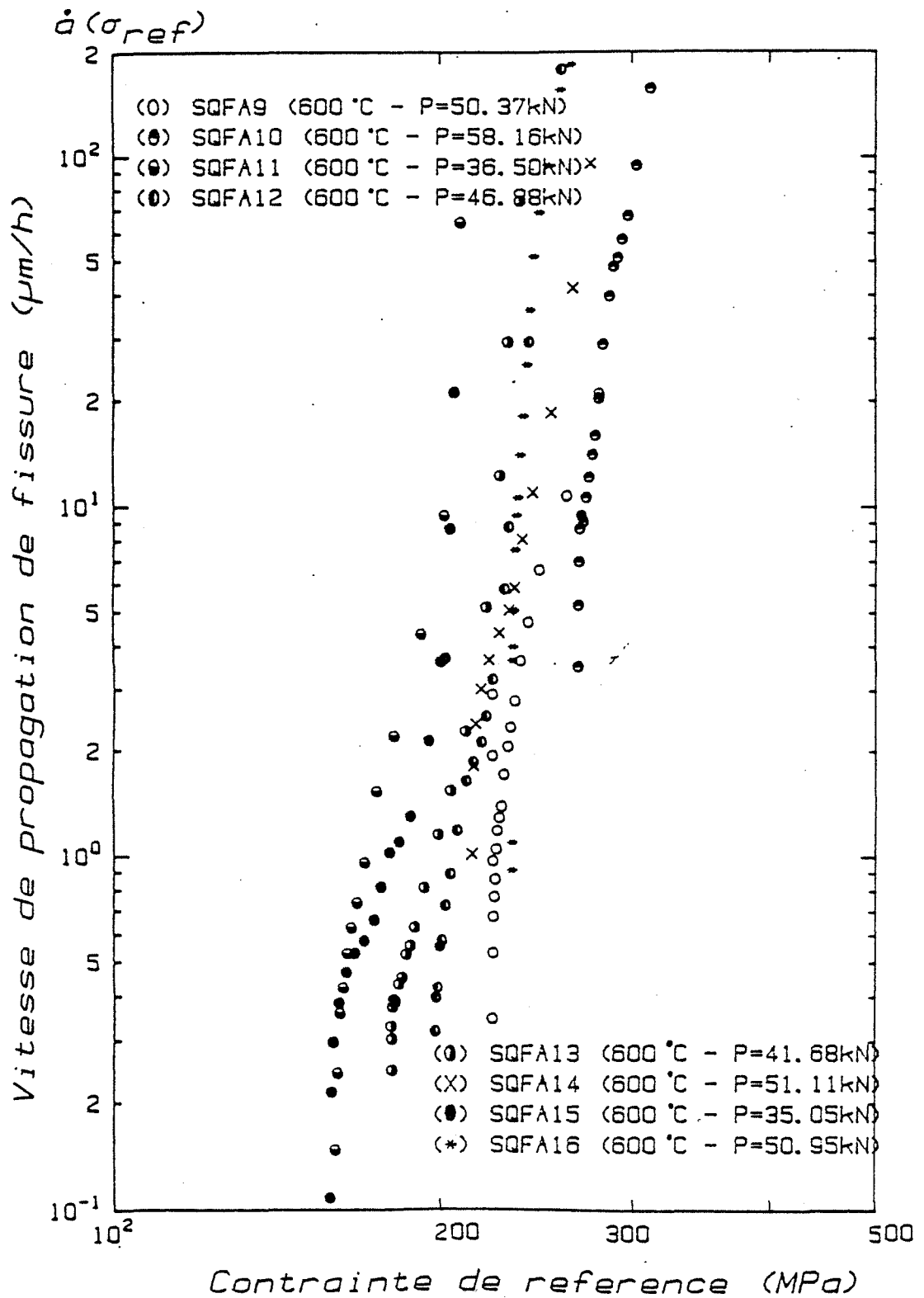


Figure 6

Corrélation  $\dot{a}(\sigma_{ref})$  d'après PIQUES et PINEAU /10/  
 (Acier Z2 CND 17-13 SPH)

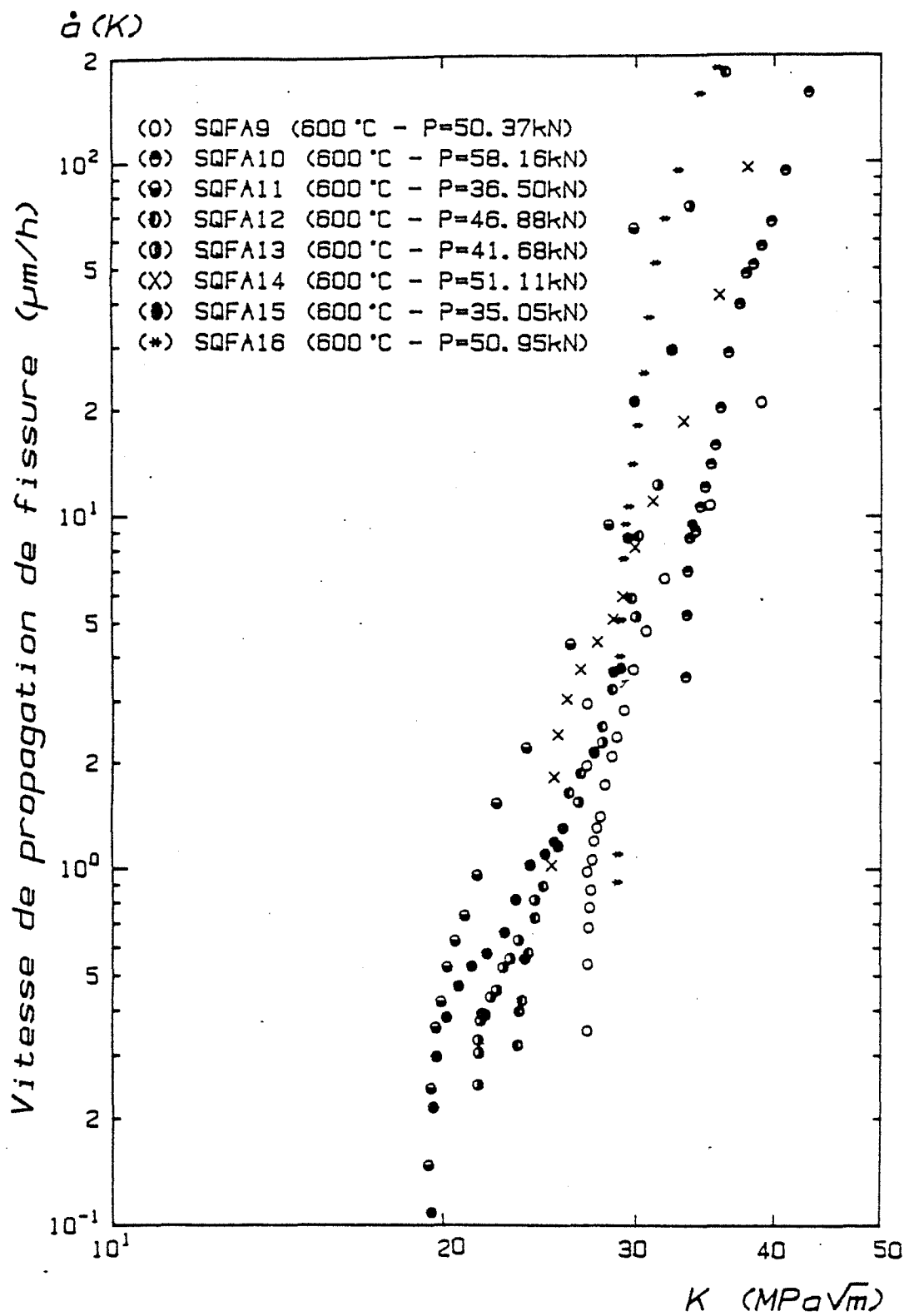


Figure 7

- Corrélation  $\dot{a}(K)$  d'après PIQUES et PINEAU /10/  
 (Acier Z2 CND 17-13 SPH)

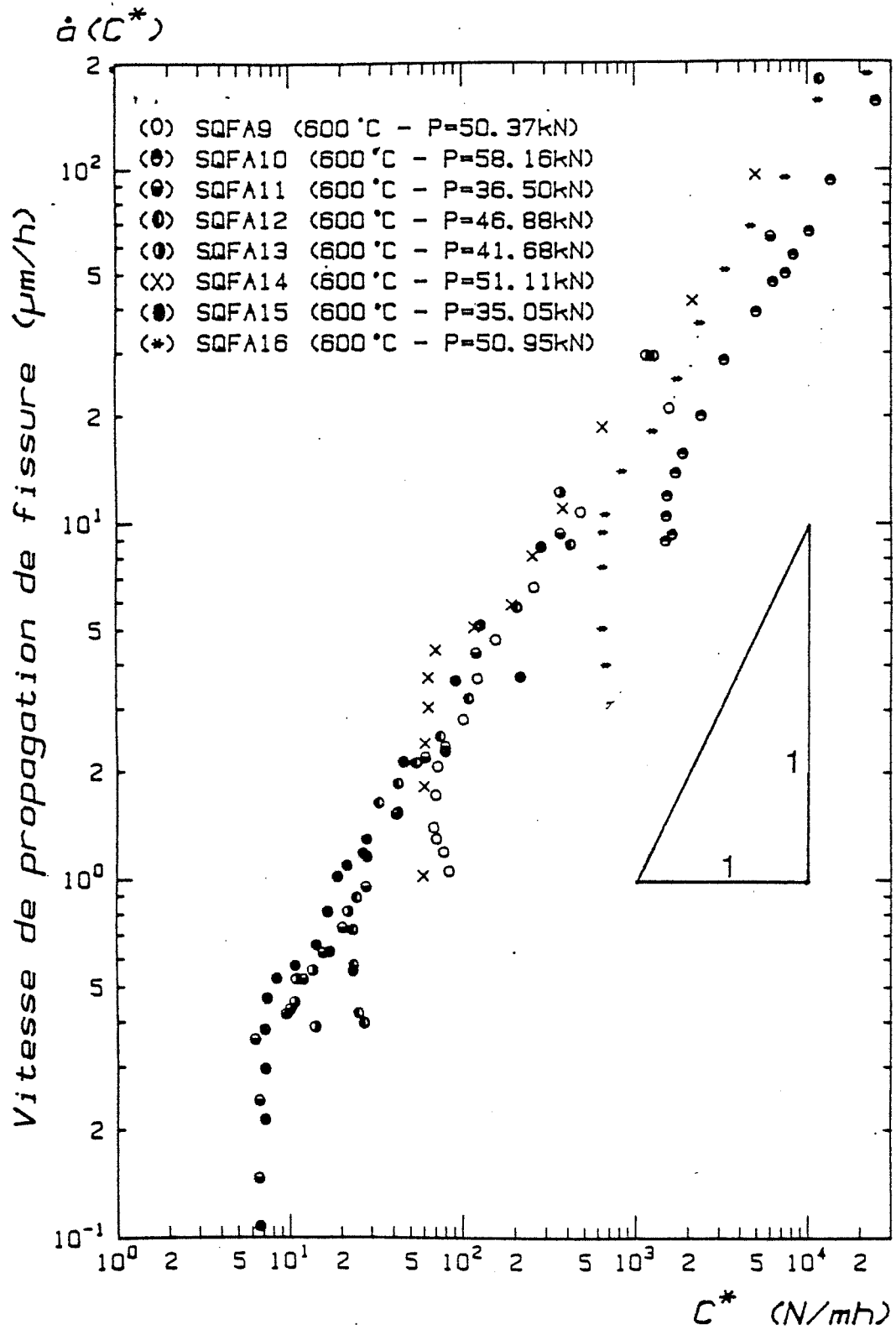


Figure 8

- Corrélation  $\dot{a}(C^*)$  d'après PIQUES et PINEAU /10/  
 (Acier Z2 CND 17-13 SPH)

## II. 5 - Mécanismes physiques élémentaires de l'endommagement à chaud

### II. 5. 1 - Introduction

L'endommagement en fluage des aciers inoxydables austénitiques se présentent sous la forme de cavités et fissures aux joints de grains. (voir la figure 9)

Les étapes classiques de l'endommagement à chaud sont : la germination, la croissance et la coalescence des défauts (voir GUTTMANN /17/).

Pour les conditions de sollicitation couramment rencontrées ( $0,4 < T/T_F < 0,6$  et  $3 \cdot 10^{-4} < \sigma_s / G < 3 \cdot 10^{-3}$  avec  $T_F$  = température de fusion en Kelvin et  $\sigma_s / G$  contrainte de cisaillement normalisée), l'on peut voir sur une carte des modes de déformation proposée par FROST et ASHBY /18/ pour l'acier 316 que, deux mécanismes participent à la déformation (voir la figure 10).

. Le premier (pour des contraintes moyennes  $\sigma_s / G \sim 10^{-3}$ ) est le mécanisme de fluage visco-plastique.

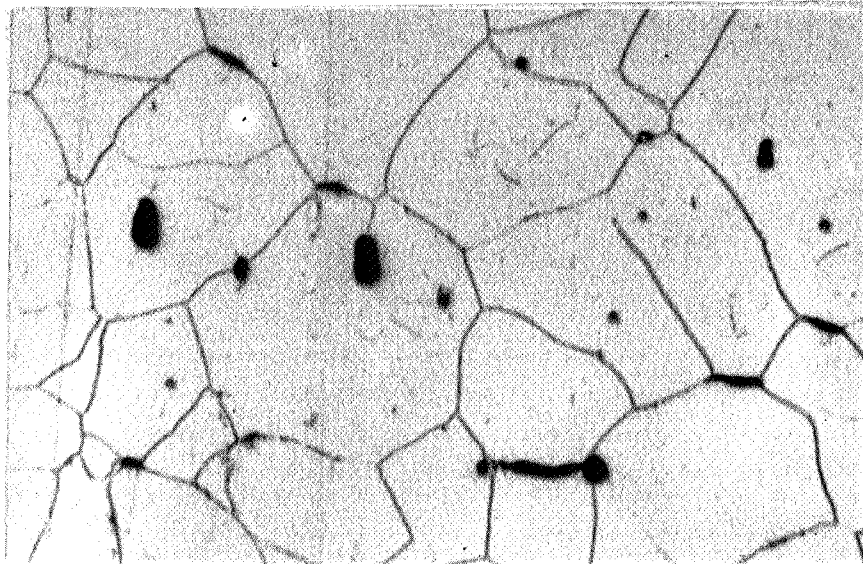
On est dans le domaine des déplacements collectifs des dislocations par glissement dans les plans denses (comme dans le domaine plastique), mais ici le phénomène thermoactivé de montée intervient. L'émission ou l'absorption de lacunes au niveau de la ligne de dislocation permet à celle-ci de se déplacer dans une direction perpendiculaire à son plan de glissement.

.Le deuxième (pour des faibles contraintes  $\sigma_s / G \sim 3 \cdot 10^{-4}$ ) est le mécanisme de fluage purement diffusionnel.

Le matériau accommode la sollicitation, compte tenu des très faibles vitesses de déformation, par diffusion, et le transport de matière se fait par déplacement de défauts ponctuels principalement aux joints de grains (fluage COBLE), les lacunes migrant des zones en tension vers les zones en compression.

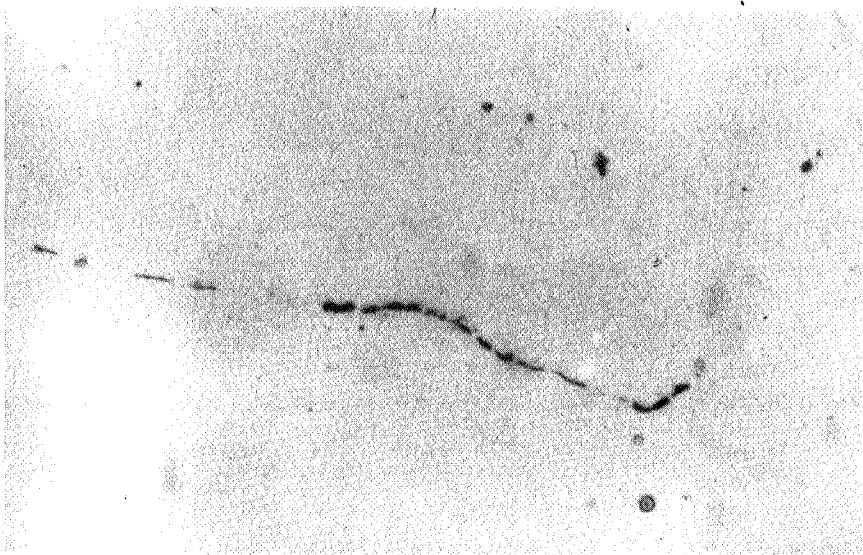
L'analyse, tant théorique qu'expérimentale, de la contribution de ces mécanismes élémentaires aux différentes étapes de l'endommagement reste difficile et sujet à controverse. Nous allons présenter pour chaque étape les analyses les mieux étayées.



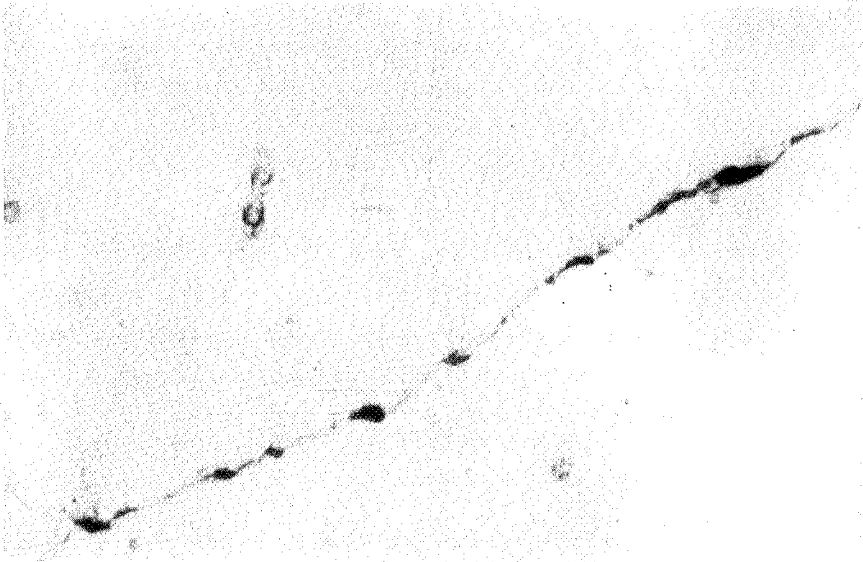


X 200

$\sigma$



X 1200



X 1200

Figure 9

- Exemples d'endommagement en fluage de l'Alliage 800 (G.II)

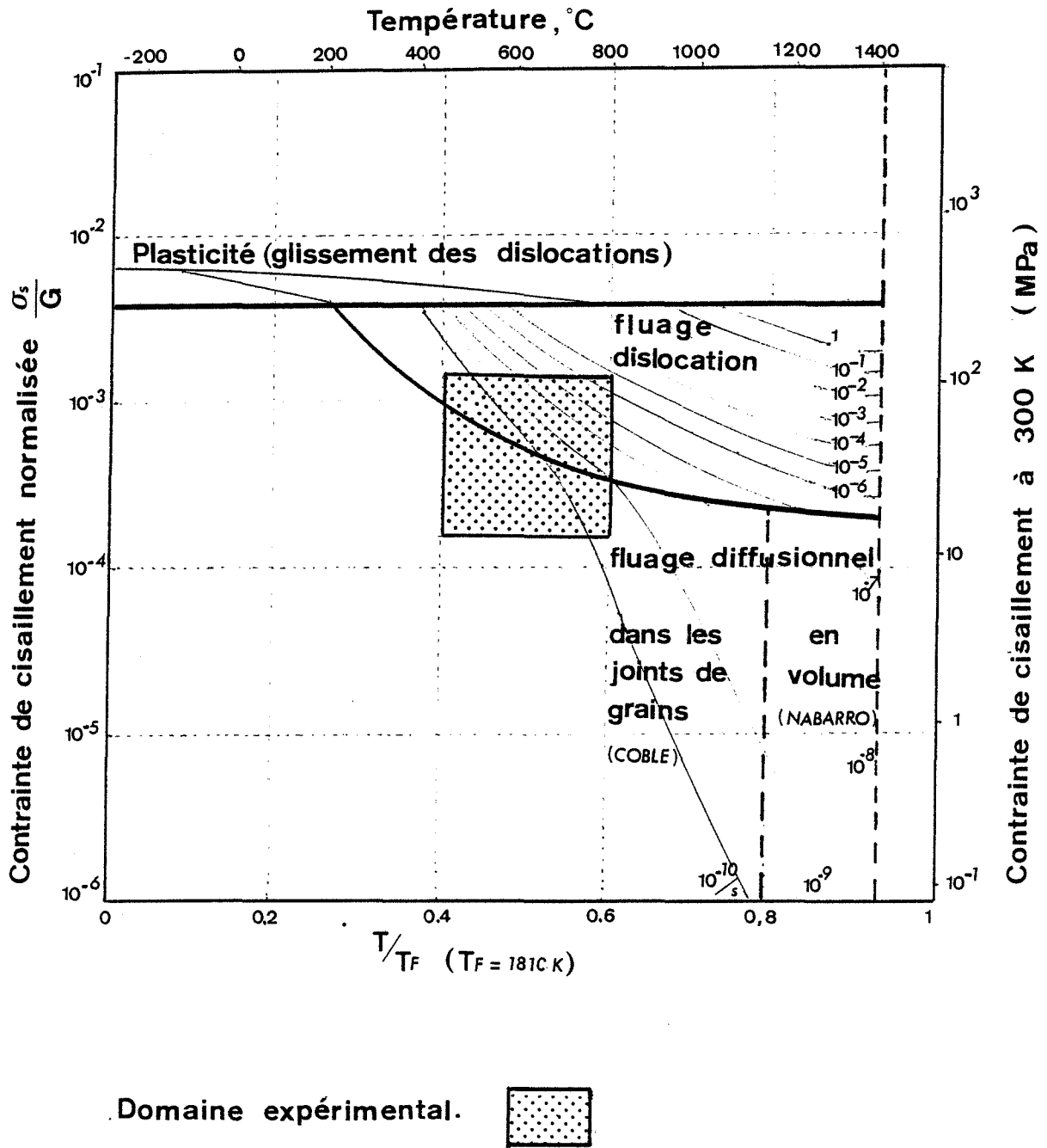


Figure 10

- Carte des mécanismes de fluage pour l'acier 316 ( $d = 200\ \mu\text{m}$ ) selon FROST et ASHBY /18/

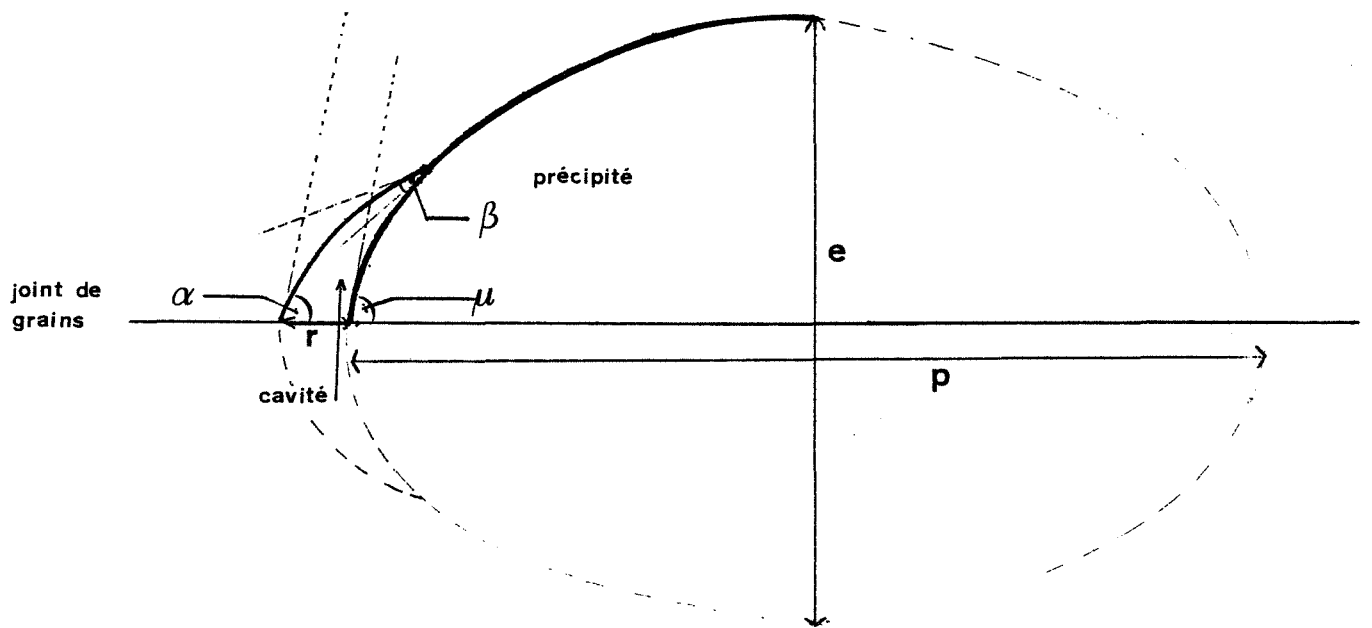


Figure 11 - Géométrie d'un type de cavité intergranulaire selon RAJ et ASHBY /20/

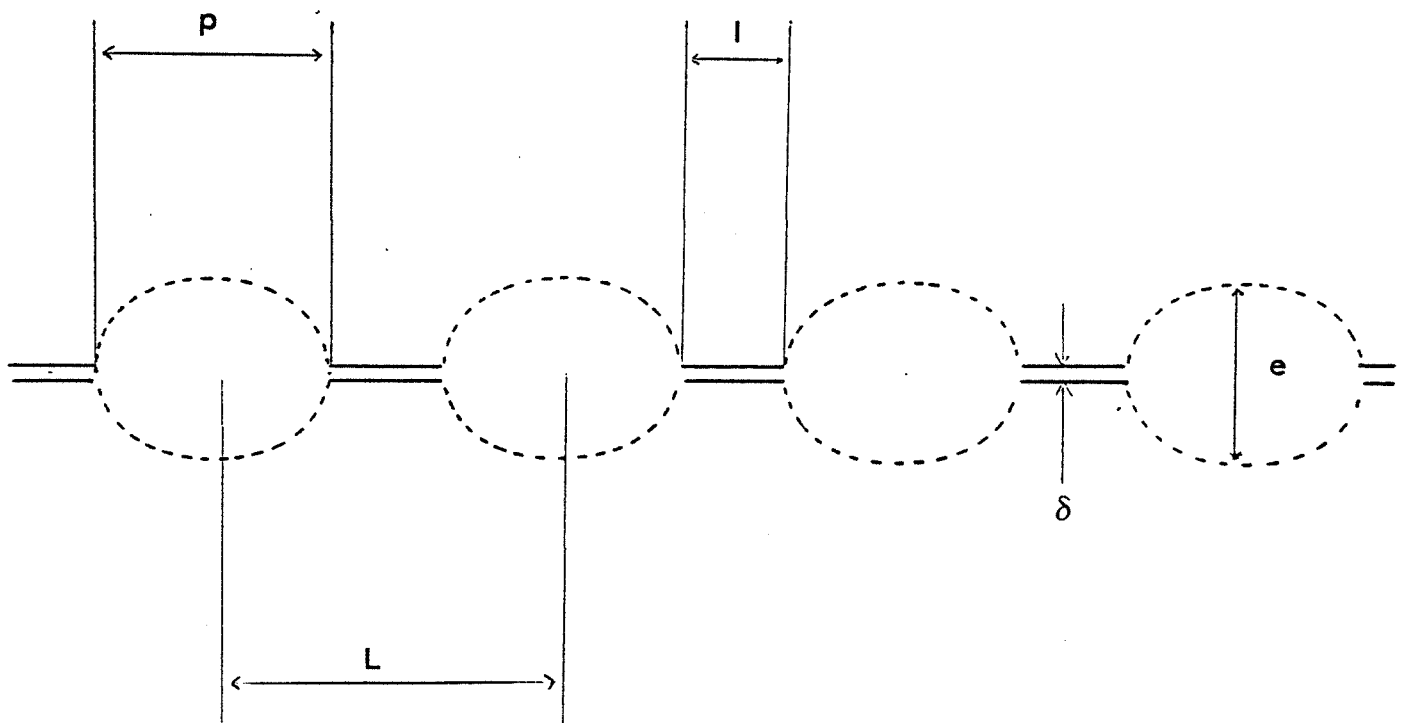


Figure 12 - Définition des paramètres caractéristiques de la précipitation intergranulaire

## II. 5. 2 - Germination des défauts

### II. 5. 2. 1 - Nécessité du Glissement Intergranulaire

La théorie classique de la germination diffusionnelle a été appliquée par RAJ /19/ au calcul de la vitesse de nucléation des cavités dans les joints de grains. Ce modèle suppose que les cavités germent préférentiellement par condensation des lacunes à l'aplomb des précipités sous l'effet de la contrainte locale normale à l'interface  $\sigma_n$ .

L'expression de la vitesse de nucléation à l'état stationnaire est :

$$\dot{\rho} = (4 \pi \gamma_s / \sigma_n \Omega^{4/3}) \delta D_b \rho_{\max} \exp(-\Delta G_c / kT) \quad (12)$$

$\Delta G_c$  est la variation de l'énergie d'activation. C'est la barrière d'énergie libre à franchir pour la germination d'un amas lacunaire stable.

Elle s'exprime par :

$$\Delta G_c = (\sigma_n / 2) r_c^3 F_v \quad (13)$$

avec  $r_c$ , la taille critique du germe :

$$r_c = 2 \gamma_s / \sigma_n \quad (14)$$

$\dot{\rho}$  a donc pour expression :

$$\dot{\rho} = (4 \pi \gamma_s / \sigma_n \Omega^{4/3}) \delta D_b \rho_{\max} \exp(-4 \gamma_s^3 F_v / \sigma_n^2 kT) \quad (15)$$

- avec :
- .  $\gamma_s$  = tension superficielle,
  - .  $\Omega$  = volume atomique,
  - .  $\delta D_b$  = épaisseur du joint  $\delta$  multipliée par le coefficient de diffusion du joint de grain.
  - .  $\rho_{\max}$  = nombre maximum de sites de nucléation par unité d'aire du joint.
  - .  $F_v$  = facteur de forme (voir la figure 11, RAJ et ASHBY /20/).

Les données microstructurales obtenues par LE NAOUR /21/ pour l'acier 316 nous ont permis de tracer la variation de la vitesse de germination en fonction de la contrainte locale normale pour cet acier à 650° C (923 K), (voir la figure 13).

L'ensemble des calculs est développé en annexe 2 et les paramètres caractéristiques de la précipitation intergranulaire sont définis à la figure 12.

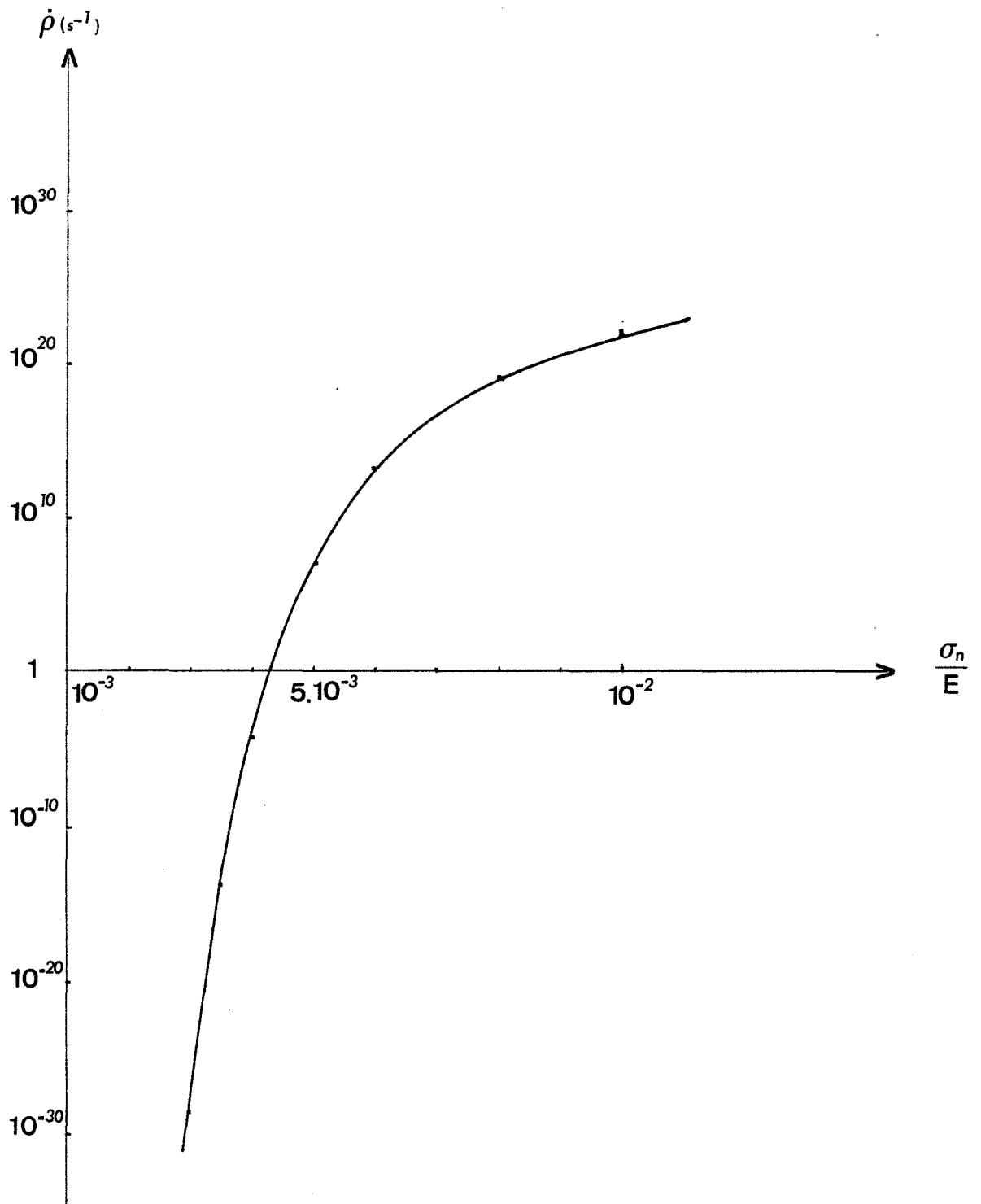


Figure 13

- Variation de la vitesse de germination de cavité en fonction de la contrainte normale locale pour l'acier 316 à 650° C (E = 1,41 10<sup>5</sup> MPa (réf. /22/))

Selon RAJ /19/ seules les vitesses de germination supérieures ou égales à  $1\text{s}^{-1}$  sont représentatives d'une réelle nucléation.

La contrainte qui conduit à la vitesse de  $1\text{s}^{-1}$  est appelée contrainte seuil. Pour l'acier 316 à  $650^\circ\text{C}$  l'on peut voir sur la figure 13 que cette contrainte est approximativement égale à  $4,3 \cdot 10^{-3} E$ , ce qui correspond à une contrainte locale normale de 600 MPA.

Cette valeur est en accord avec les résultats d'ARGON, CHEN et LAU /23/ obtenus pour le Fer  $\gamma$ .

D'après l'équation (14) on peut déterminer à présent le rayon critique du germe connaissant la contrainte seuil et également un temps d'incubation défini par RAJ /19/ selon la relation suivante :

$$t_i = (r_c^3 F_v) / (4 \delta D_b) \quad (16)$$

Le calcul nous donne comme valeurs approximatives : 6,5 nm pour le rayon critique et 10  $\mu$  seconde pour le temps d'incubation.

Ces résultats nous imposent deux premières remarques :

- . 1ère - la très faible valeur du temps d'incubation montre que pour les conditions expérimentales concernées, la germination est un phénomène instantané.
- . 2ème - sous les contraintes de service typiques qui sont de l'ordre de 50-100 MPa, les vitesses de germination tendraient vers zéro. La germination des défauts n'est donc possible que si la contrainte normale exercée sur le joints de grains est d'environ 10 fois plus intense que la contrainte appliquée extérieure.

Cette première étape de l'endommagement nécessite donc l'intervention d'un mécanisme susceptible de provoquer des concentrations de contrainte.

Ce rôle indispensable est attribué au glissement intergranulaire (/1/, /17/), qui contribue, dans ce domaine expérimental à accommoder les incompatibilités de déformation des grains à l'interface (MUSSOT /24/).

Deux formalismes sont actuellement proposés pour décrire le glissement au joint :

- l'un le définit en termes de glissement et de montée de dislocations d'interfaces,
- l'autre, en termes diffusionnels uniquement.

## II. 5. 2. 2 - Approche visco-plastique : glissements-montées des dislocations dans le joint

Le joint est considéré ici comme la surface de séparation entre deux cristaux.

Il est descriptible structurellement à l'aide d'une ou plusieurs familles de dislocations appelées intrinsèques (BOLL MANN /25/).

Des dislocations intragranulaires arrivant dans le joint peuvent interagir avec le réseau de ce dernier et devenir à leur tour des dislocations intergranulaires que l'on appelle extrinsèques.

Sous l'effet de la contrainte et selon la direction de leur vecteur de Burgers par rapport au plan du joint, les dislocations (intrinsèques ou/et extrinsèques) peuvent se déplacer par glissement et montée et produire ainsi le glissement intergranulaire.

BAILLIN /26/ a visualisé le déroulement de ce phénomène en déformant in-situ dans un microscope électronique un bicristal de Germanium présentant un joint de coïncidence  $\{111\}$ ,  $\Sigma = 3$ .

Le mouvement de ces dislocations peut être bloqué par des obstacles (points triples, marches, précipités) présents dans le plan de l'interface. Il en résulte une concentration de contrainte à la tête de l'empilement qui, si elle est suffisamment intense peut permettre la germination de cavité.

Selon HULL et BACON /27/ pour des dislocations coins, la contrainte de cisaillement à la tête d'un empilement de longueur  $l$  vaut  $N$  fois la contrainte de cisaillement appliquée :

$$\sigma_{s1} = N \sigma_s, \quad \text{et}, \quad (17a)$$

$$N = l \sigma_s / M, \quad \text{avec } M = Gb / [\pi (1 - \nu)] \quad (17b)$$

Pour l'acier 316 à 650° C, d'après les données de l'annexe 2.1 et en prenant comme longueur d'empilement la distance  $l$  entre précipités définie à la figure 12 et qui a pour valeur :

$l = 0,75 \cdot 10^{-6}$  m selon LE NAOUR /21/, le facteur multiplicatif  $N$  vaut 6,65 pour une contrainte de cisaillement appliquée  $\sigma_s \sim 58$  MPa (correspondant à une contrainte de tension appliquée de 100 MPa).

Le glissement intergranulaire décrit en terme viscoplastique est donc un mécanisme susceptible d'initier la germination de cavité.

D'autres modèles dérivés des théories classiques de la rupture fragile à basse température font également appel à des empilements de dislocation contre des obstacles. Lorsque les concentrations de contraintes qui en découlent ne sont pas relaxées par la matrice adjacente il y a formation d'une décohésion par rupture.

A partir de la théorie de STROH /28/ différents auteurs ont évalué la contrainte de cisaillement minimale ou critique susceptible de former la décohésion.

Pour un empilement, de dislocation coin, de longueur  $l$  la contrainte de cisaillement critique est de la forme

$$\sigma_s \text{ critique} = (2 \gamma_s G / \pi(1-\nu) l)^{1/2}. \quad (18)$$

D'après cette relation, pour l'acier 316 à 650° C, si l'on suppose comme précédemment que la longueur d'empilement  $l$  est égale à la distance  $l$  entre précipité :

$l = l = 0,75 \cdot 10^{-6}$  m alors la contrainte de cisaillement critique d'ouverture de décohésion a pour valeur : 363 MPa.

Elle est inférieure à la contrainte de cisaillement en tête d'empilement calculée à partir des équations 17a et b ( $\sigma_{s1} = 386$  MPa).

Le calcul démontre donc que ce modèle relativement simple peut décrire de façon satisfaisante la création de décohésions. Les schémas classiques de germination correspondant à ce modèle sont représentés sur la figure 14, (références /29/ à /35/).

Cependant, ce type de modèle est critiquable (/17/, /23/) car il ne prend pas en compte les processus de relaxation plastique et diffusionnelle qui interviennent dans le joint et dans la matrice, au voisinage des obstacles, dès l'application de la contrainte extérieure.

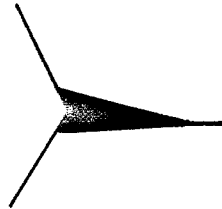
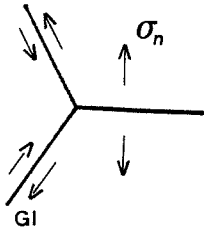
#### II. 5. 2. 3 - Analyse d'ARGON, CHEN et LAU /23/ : Approche diffusionnelle du glissement intergranulaire et prise en considération des processus de relaxation.

Pendant de nombreuses années, la théorie du glissement intergranulaire de type visqueux a prévalu. Les différentes approches de ce phénomène s'intéressaient plus à la contribution du glissement intergranulaire dans la déformation totale qu'aux mécanismes qui la contrôlent (/21/). Le joint est considéré ici comme une zone visqueuse assurant la continuité de la matière entre les grains.

Dans cette zone de diffusion préférentielle où la mobilité des défauts ponctuels est particulière-



ZENER /29/

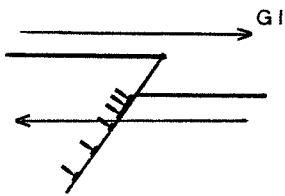


▪ points triples

CHEN et MACHLIN /30/ GI

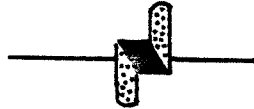
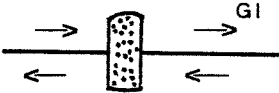


GIFKINS /31/

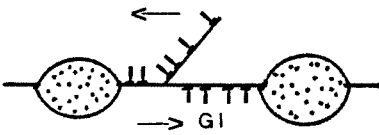


▪ marches

SMITH et BARNBY /32/

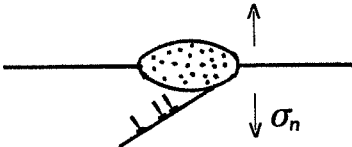


FLECK, TAPLIN et BEEVERS /33/

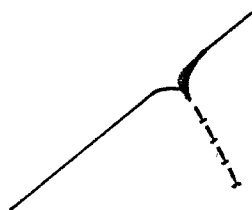
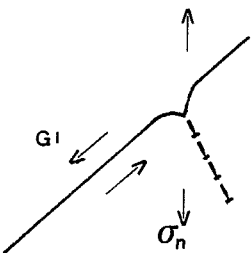


▪ précipités

KIKUCHY, SHIOZAWA et WEERTMANN /34/



PRESLAND et HUTCHINSON /35/



▪ interaction joint - sous-joint

Figure 14

- Schémas de nucléation de cavité intergranulaire, selon les différents obstacles :

- a) points triples
- b) marches
- c) précipités
- d) interaction joint-sous joint

ment importante, la contrainte d'incompatibilité de déformation entre les grains adjacents (/24/) est accommodée par un flux lacunaire vers les zones en compression et par un flux inverse d'atomes. Ce transport de matière peut conduire à un déplacement relatif d'un grain par rapport à l'autre (/1/).

L'analyse d'ARGON, CHEN et LAU /23/ de la cavitation intergranulaire en fluage qui tient compte de façon complète de l'ensemble des processus de relaxation, prend comme initiateur de la germination le glissement intergranulaire de type visqueux.

Selon ces auteurs lorsque ce processus prend place après un temps initial  $\tau_{BR}$  d'application de la charge :

$$\tau_{BR} = B (L/b) \quad (19)$$

avec  $B = (1/\pi) (kT/G\delta D_b) \beta (p/L)$  (voir l'annexe 2),

$p$  = taille du précipité et  $L$  = distance interprécipité (voir l'annexe 2 et la figure 12).

les contraintes de cisaillement sont relaxées dans les portions de joints situées entre les précipités tandis que sur leurs flancs se produit une concentration de contrainte.

Celle-ci est alors relaxée jusqu'à l'établissement d'un état stationnaire par un transport de matière autour du précipité, réalisé par flux diffusionnel au joint ou / et, par fluage dislocation dans la matrice adjacente (voir la figure 15).

La période nécessaire à l'établissement d'un régime permanent par diffusion est :

$$\Delta\tau_{DF} = (B/8) (p^3/\Omega) \quad (\text{est indépendante de } \sigma), \quad (20)$$

alors que son homologue pour la relaxation viscoplastique est :

$$\Delta\tau_{PL} = (B/A) (\delta D_b/bD_v) (pG/L\sigma)^{n_2-1} \quad (21)$$

avec  $A$  coefficient du fluage viscoplastique (constante de DORN),  $n_2$  exposant de la contrainte dans la loi de NORTON, et  $D_v$  coefficient de diffusion en volume.

Le premier mécanisme domine pour des précipités dont la taille  $p$  est inférieure à une longueur caractéristique  $\Lambda$ , le second pour des précipités plus large que  $\Lambda$ .

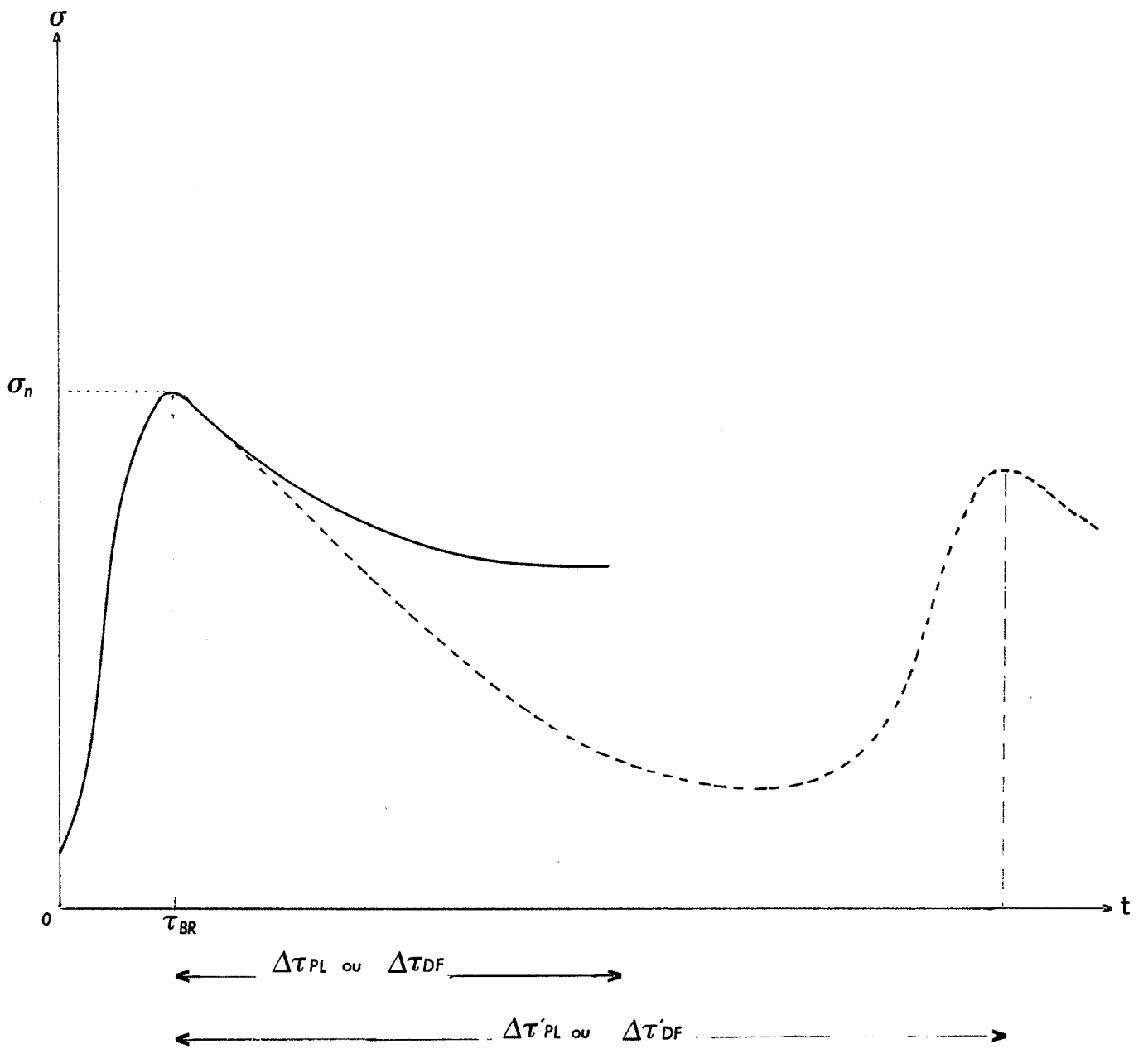


Figure 15 - Schéma d'évolution de contrainte avec le temps :  
 — à l'aplomb du précipité intergranulaire  
 ..... au point triple

$\Lambda$  est obtenue en égalisant les vitesses locales des fluages diffusionnel au joint et visco plastique :

$$\dot{\epsilon}_{DF} = (\delta D_b / kT) (\Omega G / \Lambda^3) (\sigma / G) \quad (\text{diffusionnel}) \quad (22)$$

(c'est l'équation de COBLE dans laquelle on a substitué la taille du grain  $d$  par  $\Lambda$ ).

$$\dot{\epsilon}_{PL} = A (Gb / kT) (D_v) (\sigma / G)^{n_2} \quad (\text{visco-plastique}) \quad (23)$$

$\Lambda$  a donc pour valeur :

$$\Lambda = \left[ (\Omega / A) (\delta D_b / b D_v) (1 / (\sigma / G))^{n_2 - 1} \right]^{1/3} \quad (24)$$

En reliant alors la contrainte locale  $\sigma_l$  à la contrainte de tension appliquée par l'égalité suivante :

$$\sigma_l = \sigma (L / p) = \sigma / c, \quad (25)$$

La distance caractéristique de diffusion  $\Lambda$  a pour nouvelle expression :

$$\Lambda = \left[ (\Omega / A) (\delta D_b / b D_v) (c / (\sigma / G))^{n_2 - 1} \right]^{1/3} \quad (26)$$

On peut noter qu'elle diminue quand la contrainte appliquée augmente, ou quand  $c = p / L$  diminue (voir les figures 16 et 17).

Si le précipité est gros devant  $\Lambda$  ( $p \gg \Lambda$ ), et par conséquent, après l'établissement d'un régime permanent réalisé uniquement par relaxation viscoplastique, la contrainte normale à la surface du précipité est maximale à la distance  $\Lambda$  de son apex, (voir la figure 18).

Le facteur de concentration de contrainte correspondant  $q_l$  est proportionnel à  $(1 / c) = (L / p)$ . Cette intensification peut atteindre la valeur 10, dont on a vu qu'elle était nécessaire à la germination d'un amas lacunaire stable.

Par contre, si  $q_l$  est inférieur à 10 le transport de matière autour du précipité, réalisé par fluage dislocation dans la matrice adjacente, se poursuit pendant le temps :

$$\Delta \tau'_{PL} = \Delta \tau_{PL} (d / L) \left[ \beta (1/4) / \beta (c) \right] \quad (27)$$

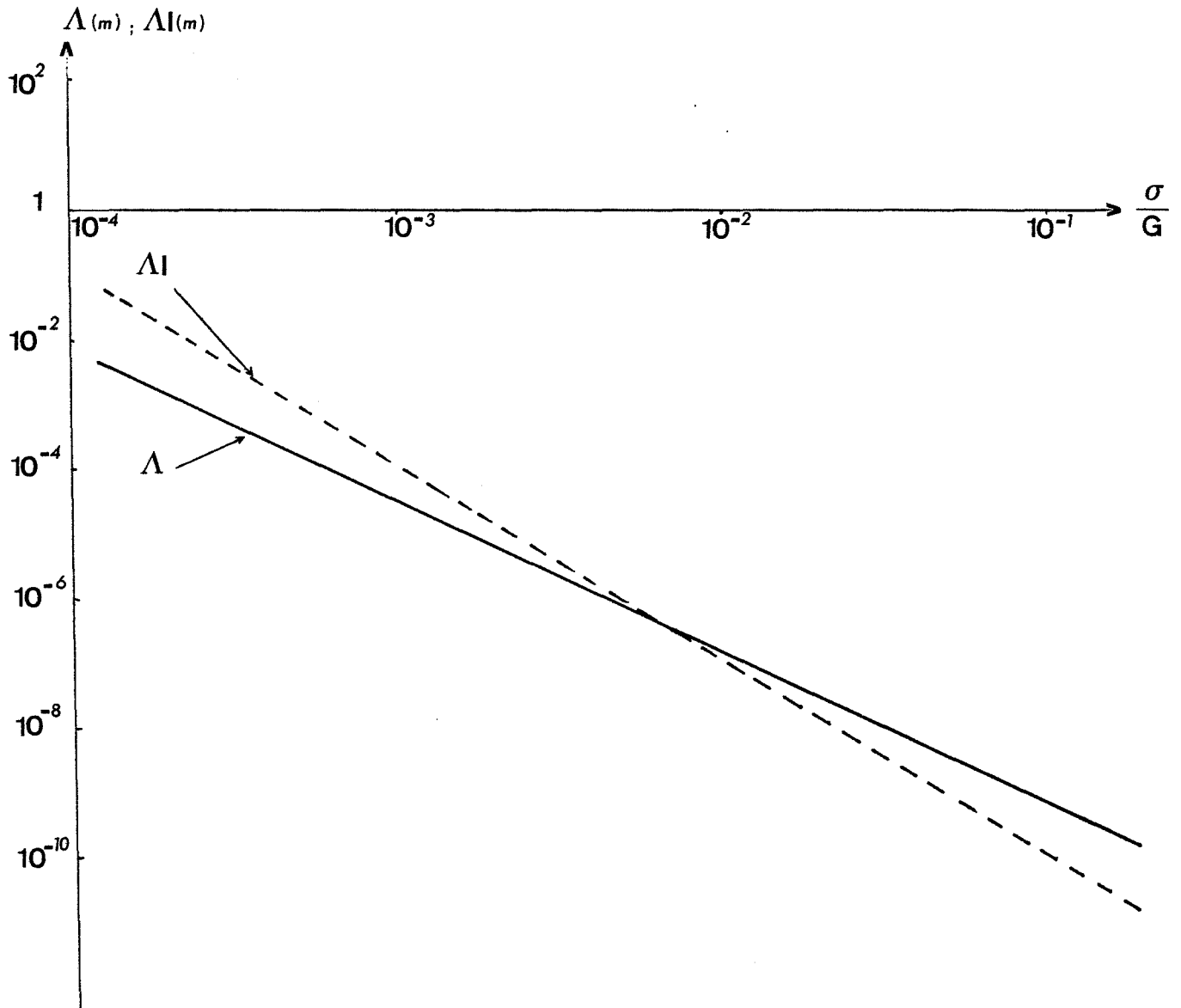


Figure 16

- Variation des longueurs caractéristiques de diffusion  $\Lambda$  et  $\Lambda I$  en fonction du rapport  $\sigma/G$

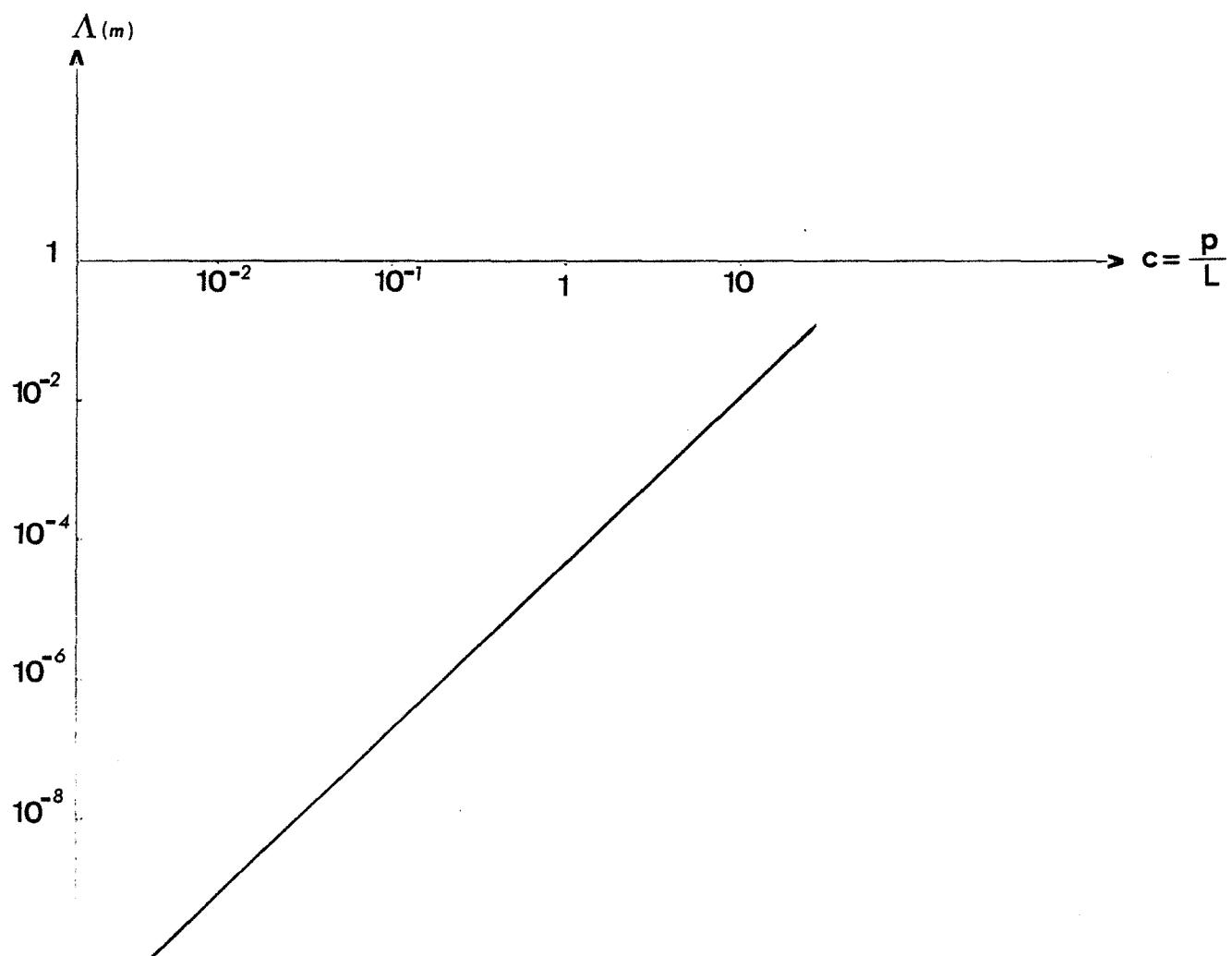


Figure 17

- Variation de la longueur caractéristique de diffusion en fonction du rapport  $c = p/L$

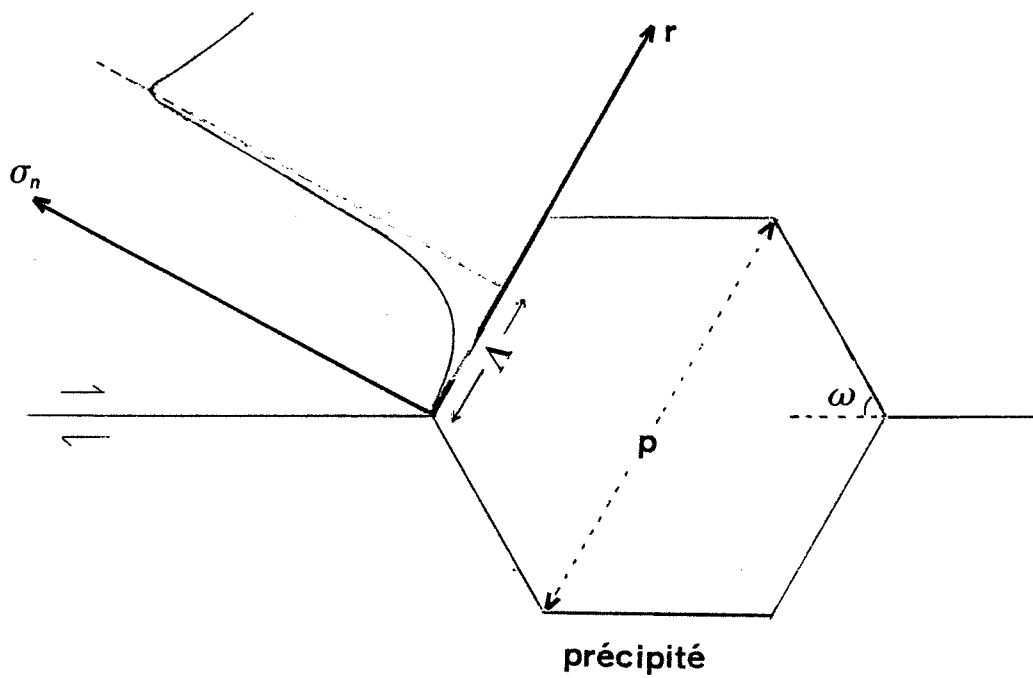


Figure 18 - Distribution spatiale de contrainte à l'aplomb du précipité selon ARGON, CHEN et LAU /23/

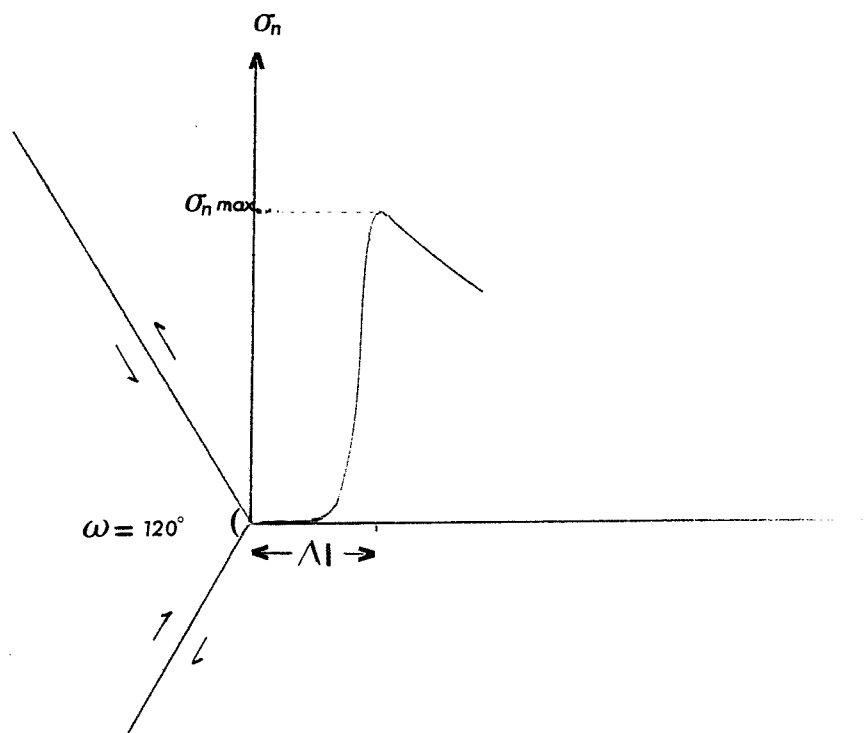


Figure 19 - Distribution spatiale de contrainte au point triple selon ARGON, CHEN et LAU /23/

nécessaire à l'établissement d'une concentration de contrainte aux points triples, (voir la figure 15).

Cette concentration aux points triples se réalise également après le temps :

$$\Delta\tau'_{DF} = \Delta\tau_{DF} (d/L) \left[ \beta(1/4) / \beta(c) \right] \quad (28)$$

nécessaire au transport diffusionnel pour relaxer les contraintes à l'aplomb des précipités dans le cas où  $\Lambda$  est supérieure à la taille de ceux-ci, (voir la figure 15).

A la distance  $\Lambda l$  du point triple a lieu cette intensification de la contrainte. Cette distance est en général plus grande que  $\Lambda$  et le facteur de concentration  $q_{II}$  est de l'ordre de 2 à 5 fois plus faible que  $q_I$  (voir la figure 19)

Nous avons évalué en annexe 2 l'ensemble des paramètres définis ci-dessus pour l'acier 316 à 650° C. Sur la figure 16 on a tracé les courbes  $\Lambda$  et  $\Lambda l$  fonction de  $\sigma/G$ . Sur la figure 17 la courbe  $\Lambda = f(c)$  et sur la figure 20 les courbes  $\Delta\tau_{DF}$  et  $\Delta\tau_{PL}$  fonction de  $\sigma/G$ .

Les calculs montrent que le temps initial  $\tau_{BR}$  pendant lequel se produit une concentration de contrainte à l'aplomb des précipités intergranulaires est égal à  $5,3 \cdot 10^{-6} \text{ s} \sim 5 \mu \text{ seconde}$ . Il est du même ordre de grandeur que le temps d'incubation de RAJ qui ne prend pas en considération l'effet des relaxations possibles, (voir l'équation 16).

La période  $\Delta\tau_{DF}$  nécessaire à l'établissement d'un régime permanent par diffusion est ici de l'ordre de la seconde. Elle est nettement inférieure à son homologue  $\Delta\tau_{PL}$  quand  $\sigma/G$  est inférieur à  $10^{-2}$ .

Pour des valeurs de  $\sigma \sim 100 \text{ MPa}$  (correspondant à  $\sigma/G \sim 1,75 \cdot 10^{-3}$ ) et de  $c = (p/L) \sim 0,44/21$ , on obtient une grandeur caractéristique de diffusion  $\Lambda$  sensiblement égale à  $13 \mu\text{m}$ , qui est supérieure à la taille du précipité :  $p = 0,6 \mu\text{m}$ . L'important transport diffusionnel de matière empêche donc ici la création de cavité à l'aplomb des précipités.



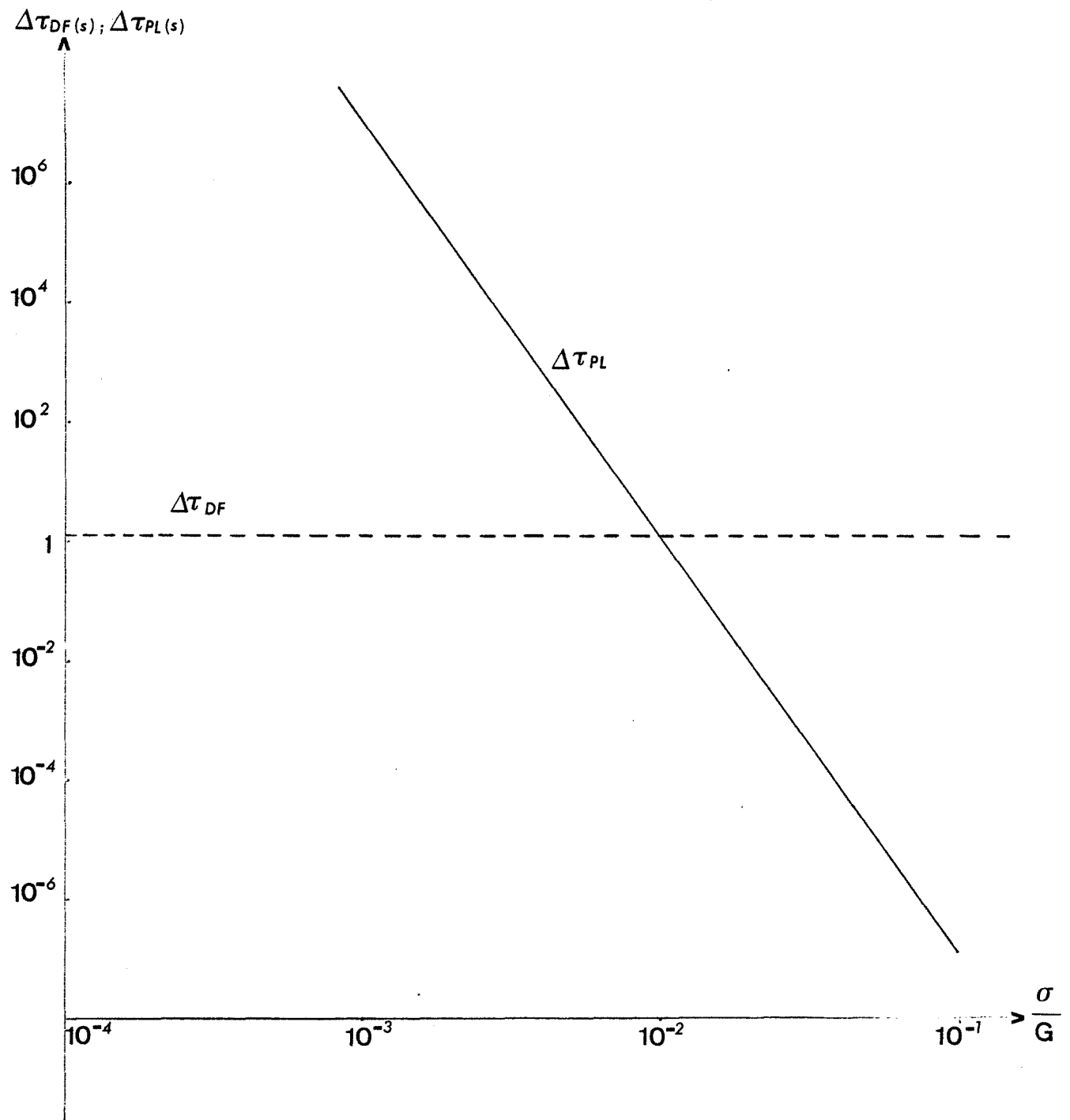


Figure 20

- Variation de  $\Delta\tau_{DF}$  et  $\Delta\tau_{PL}$  avec le rapport  $\sigma/G$  pour l'acier 316 à  $650^\circ\text{C}$

Après un temps  $\Delta\tau'_{DF} \sim 11$  minutes, la germination peut avoir lieu, malgré un faible facteur de concentration de contrainte  $q_{II} \sim 3,3$ , à la distance  $\Delta l \sim 38 \mu\text{m}$  du point triple.

Ces temps de germination possibles (qui varient de  $10^{-5}$  à  $10^3$  s) correspondent à des défauts d'échelles nanométriques ( $r_c \sim 6,5$  nm) alors que le temps à l'amorçage  $T_i$ , défini au chapitre II.3, correspond à un défaut d'échelle micrométrique ( $d \sim 10-5 \cdot 10^2 \mu\text{m}$ ) et, est de l'ordre de  $10^5$  à  $5 \cdot 10^6$  s.

Selon le modèle d'ARGON, CHEN et LAU /23/ appliqué à l'acier 316 à  $650^\circ\text{C}$  la germination se produit donc dans les tous premiers instants du fluage et préférentiellement au voisinage des points triples.

Cette conclusion semble en désaccord avec les observations d'une augmentation continue du nombre de décohésions avec la durée de fluage /17/.

Mais du fait des difficultés expérimentales liées à l'étude de cette première étape de l'endommagement à chaud, l'on peut penser que l'augmentation observée est le résultat d'une phase de développement, stade de croissance que nous allons maintenant présenter.

### II. 5. 3 - Croissance des défauts

#### II. 5. 3. 1 - Croissance purement diffusionnelle

Les modèles théoriques de la croissance des cavités au joint de grains sont basés sur la migration des lacunes vers la cavité qui se produit à cause de la différence de potentiel chimique existant entre une lacune située dans un joint  $\mu_b$  et une lacune située à la surface de la cavité  $\mu_s$ , (SAINTFORT /36/).

HULL et RIMMER /37/ ont été les premiers à proposer une analyse détaillée de la croissance des cavités contrôlée par la diffusion intergranulaire. Leur modèle suppose que sous l'effet de la contrainte normale au joint  $\sigma_n$  la cavité croît tout en conservant sa forme sphérique.

Dans ces conditions si  $2\lambda$  est la distance moyenne entre deux cavités le long du joint, le gradient moyen de potentiel chimique est :

$$\text{grad } \mu \sim [(\mu_s - \mu_b) / 2\lambda] \sim [(\Omega / 2\lambda) ((2\gamma_s / r) - \sigma_n)] \quad (29)$$

et le flux lacunaire, dirigé vers la cavité, qu'il induit a alors pour expression :

$$J_l = - \left( \frac{\delta D_b}{\Omega kT} \right) \text{grad } \mu \sim \left( \frac{\delta D_b}{2\lambda kT} \right) (\sigma_n - 2\gamma_s / r) \quad (30)$$

La croissance ou la disparition par frittage de la cavité dépend du signe de  $\sigma_n - 2\gamma_s / r$ .

Si la contrainte à la surface de la cavité  $2\gamma_s / r$  est inférieure à la contrainte de tension normale au joint  $\sigma_n$  alors la cavité peut se développer par apport de lacunes.

Si par contre la contrainte n'est pas relaxée au voisinage de la cavité ( et alors  $2\gamma_s / r > \sigma_n$ ), la cavité disparaît en émettant des lacunes.

On peut à partir de la relation (30) calculer la variation de volume qu'entraîne le flux lacunaire :

$$(dV / dt) = 2\pi r \Omega J_l \sim (2\pi r \Omega \delta D_b / 2\lambda kT) (\sigma_n - 2\gamma_s / r) \quad (31)$$

et en déduire la vitesse de croissance  $v$  d'une cavité sphérique :

$$v = (dr / dt) = (\Omega \delta D_b / 4r \lambda kT) (\sigma_n - 2\gamma_s / r) \quad (32)$$

$$(\text{car } (dV / dt) = (dV / dr) \cdot (dr / dt) = 4\pi r^2 (dr / dt))$$

Le flux de lacunes est exactement compensé par un flux inverse d'atomes. Selon CHUANG, KAGAWA, RICE et SILLS /38/ la continuité du flux à la surface de la cavité implique que la valeur absolue du flux lacunaire est égale à :

$$|J_l| = |(J_b)_{\text{tip}}| = 2 |(J_s)_{\text{tip}}| \quad (33)$$

avec  $(J_b)_{\text{tip}}$  = flux atomique dans le joint au voisinage immédiat du défaut

et  $(J_s)_{\text{tip}}$  = flux atomique dans la surface interne de la cavité au voisinage immédiat du joint. (Sa valeur, comme nous le verrons dans le chapitre suivant, dépend de la forme de la cavité).

Les atomes évacués de la cavité vont s'accumuler dans la portion de joint dépourvue de cavité entraînant un déplacement relatif des deux grains adjacents de part et d'autre de l'interface ("jacking"). Ce phénomène joue un rôle essentiel dans la croissance diffusionnelle des défauts car il permet de relaxer en partie la concentration de contrainte élastique au voisinage de la cavité, (/17/).

BEERE et SPEIGHT /39/, en tenant compte de ce phénomène, ont modifié le résultat de HULL et RIMMER (/37/).

Ils proposent une nouvelle variation de volume de la cavité :

$$(dV/dt) = (2\pi \delta D_b \Omega / kT) (\sigma - 2\gamma_s / r) (ft(r/\lambda))^{-1} \quad (34a)$$

où  $\sigma$  est la contrainte de tension appliquée,

$$\text{et } ft(r/\lambda) = \ln(\lambda/r) + (r/\lambda)^2 (1 - (r/\lambda)^2 / 4) - (3/4) \quad (34b)$$

### II. 5. 3. 2 - Influence de la diffusion superficielle

Lorsque le coefficient de diffusion superficielle  $D_s$  est supérieur à celui de la diffusion intergranulaire  $D_b$ , la cavité conserve une forme pseudo sphérique de "quasi-équilibre". La croissance est ici contrôlée par la diffusion au joint (mécanisme le plus lent) comme dans le modèle de HULL et RIMMER /37/.

L'équilibre des tensions superficielle et interfaciale impose en fait une forme de cavité lenticulaire avec un angle :

$$\alpha = \cos^{-1}(\gamma_b / 2\gamma_s) \quad (\text{voir la figure 21a}). \quad (35)$$

Si par contre la diffusion superficielle est lente, la cavité n'adopte pas la forme d'équilibre mais une morphologie de "quasi-fissure" d'autant plus aplatie de  $D_s$  est faible (voir la figure 21b). La croissance est ici contrôlée par la diffusion superficielle.

CHUANG, KAGAWA, RICE et SILLS /38/ démontrent que le mode "quasi-équilibre" a lieu lorsque la contrainte appliquée :

$$\sigma < 1,9 (\gamma_s / r) (1 + 1,3 \Delta / d), \text{ pour } 0,1 < d < 0,5 \quad (36)$$

avec  $r$  = rayon de la cavité,

$d$  = rapport  $r/\lambda$ ,  $2\lambda$  distance intercavité,

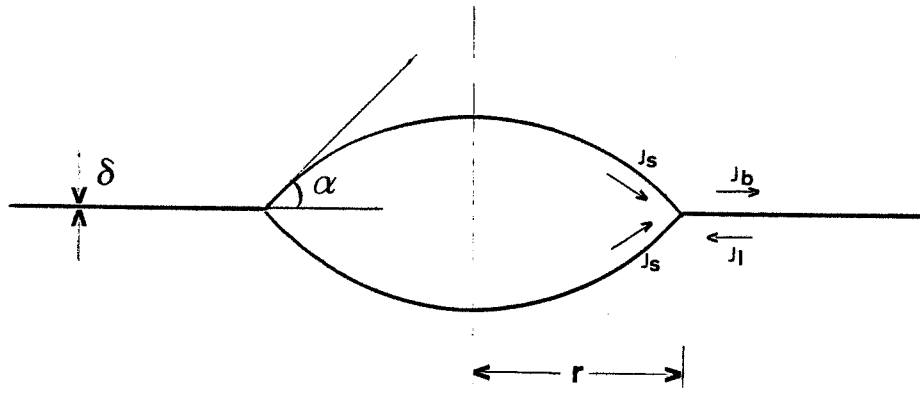
$\Delta$  = rapport de la diffusité en surface à la diffusité intergranulaire :  $\delta_s D_s / \delta D_b$ ,

$\delta$  = épaisseur du joint,

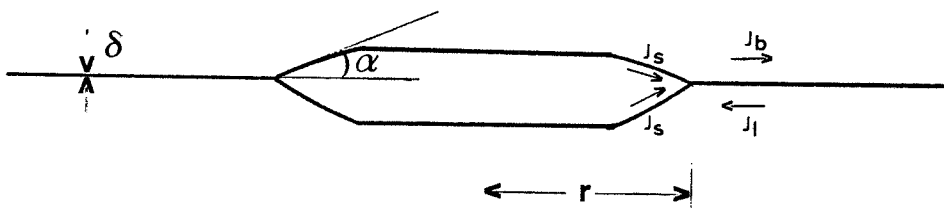
$\delta_s$  = épaisseur de la surface interne de la cavité =  $\Omega^{1/3}$  /38/.

Ce mode est donc favorisé aux faibles contraintes, lorsque  $r$  et  $d$  sont faibles et quand le paramètre  $\Delta$  est élevé (diffusion superficielle rapide).

Pour cette morphologie équiaxe le flux atomique dans la surface interne de la cavité au voisinage du joint ( $J_s$ )<sub>tip</sub> est égal à :



(a)



(b)

Figure 21

- Croissance diffusionnelle des cavités :
- a) condition de "quasi équilibre", morphologie équiaxe
  - b) condition hors équilibre, morphologie en "quasi-fissure"

$$(j_s)_{\text{tip}} = (h(\alpha) / \Omega) r (dr/dt) \quad (37a)$$

où  $h(\alpha) = [1 / (1 + \cos \alpha) - (\cos \alpha) / 2] \sin \alpha$ .

Ils démontrent également que le mode "quasi-fissure" a lieu lorsque la contrainte appliquée :

$$\sigma > 3,5 (\gamma_s / r) (1 + 1,2 \Delta/d), \text{ pour } 0,1 < d < 0,5 \quad (38)$$

Il est donc favorisé aux contraintes plus fortes, lorsque  $r$  et  $d$  sont plus élevés et quand  $\Delta$  est faible (diffusion superficielle lente).

Pour cette morphologie en "quasi-fissure"  $(j_s)_{\text{tip}}$  a pour expression :

$$(j_s)_{\text{tip}} = 2 \sin(\alpha/2) (D_s \delta_s \gamma_s / kT) (kT (dr/dt) / D_s \delta_s \Omega \gamma_s)^{2/3} \quad (37b)$$

Sur la figure 22 nous avons représenté pour l'acier 316 à 650° C les domaines d'existence des 2 modes de croissance.

Pour cela nous avons choisi comme distance intercavité  $2\lambda$ , la distance interprécipité  $L$  définie à la figure 12 :  $2\lambda = L = 1,35 \mu\text{m}$  (selon /21/).

Pour une contrainte appliquée de 100 MPa l'on observe un mode de croissance "quasi-équilibre" jusqu'à un rayon de cavité sensiblement égal à 100 nm, un mode intermédiaire pour  $r$  compris entre 100 et 130 nm et enfin un mode de croissance "quasi-fissure" pour  $r$  supérieur à 130 nm.

### II. 5. 3. 3 - Croissance par combinaison de la diffusion intergranulaire et du fluage viscoplastique dans les grains adjacents

Les modèles que nous venons d'analyser sont purement diffusionnels. Ils considèrent que les grains adjacents sont parfaitement rigides de sorte que la matière se déplace uniformément le long des joints entre cavités en "écartant" les 2 grains contigus. En réalité, le fluage dislocation dans la matrice adjacente permet une accommodation de la matière ayant diffusée dans les joints à partir des parois des cavités.

NEEDLEMAN et RICE /41/ suggèrent que le fluage dans la matrice a pour effet de diminuer le trajet de transport diffusionnel. Ils définissent alors une "distance de diffusion"  $L$  qui permet d'évaluer le couplage diffusion-fluage viscoplastique, (voir la figure 23). Elle s'exprime par :

$$L = (\delta D_b \Omega \sigma / kT \dot{\epsilon})^{1/3} \quad (39)$$

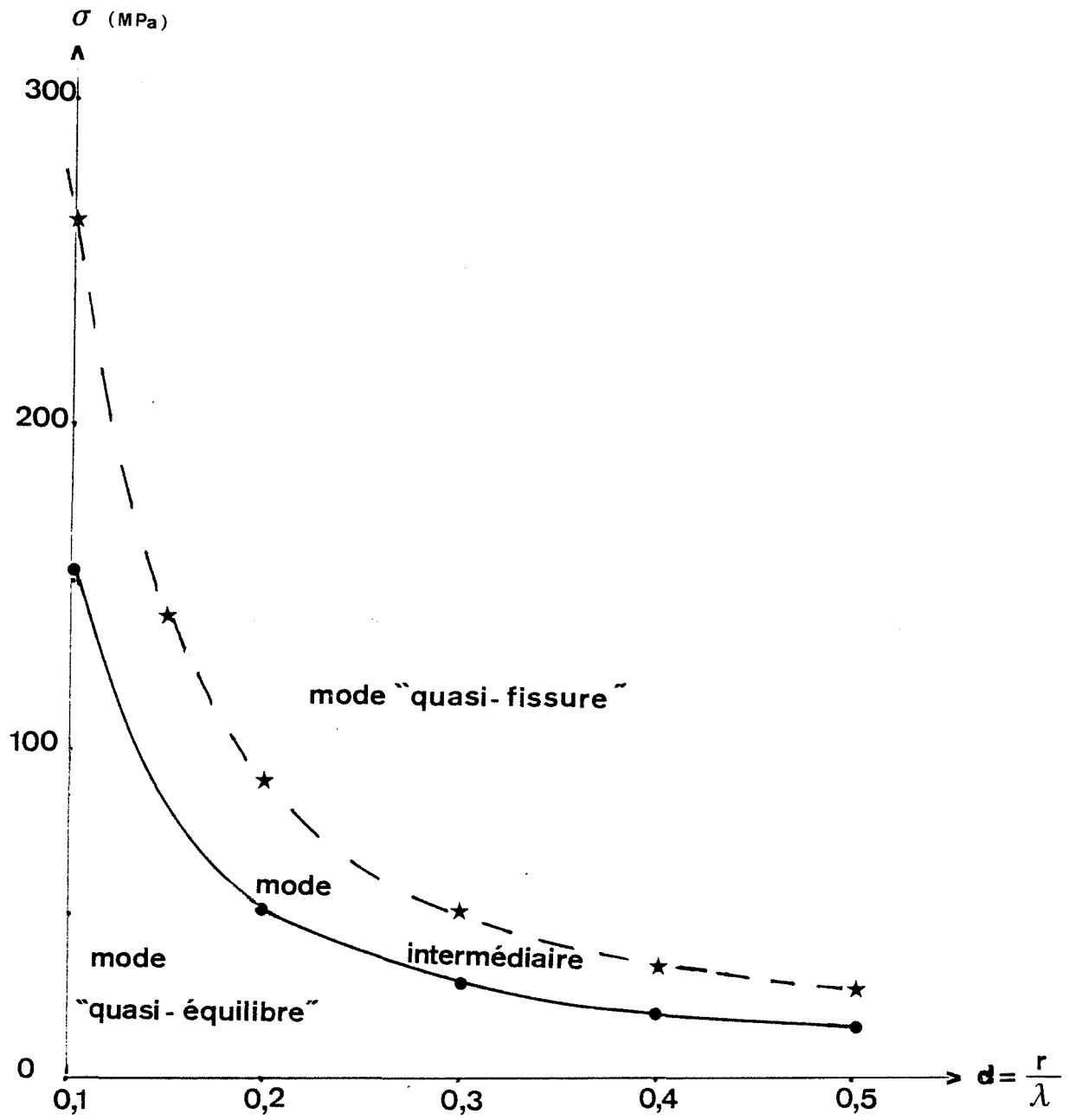


Figure 22 - Transition d'un mode "quasi-équilibre" à un mode "quasi-fissure" pour l'acier 316 à 650° C

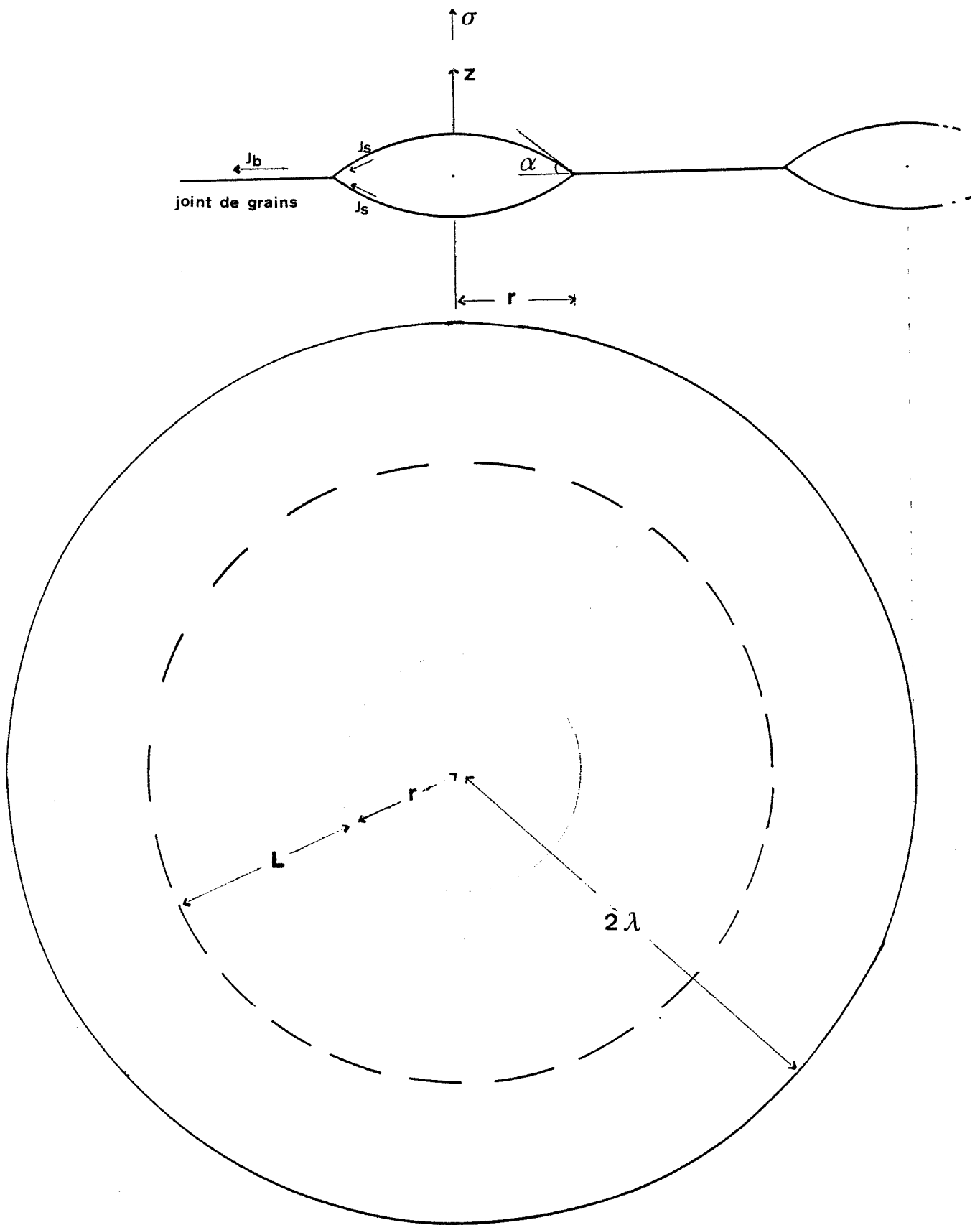


Figure 23

- Croissance de cavité par couplage diffusion intergranulaire - fluage visco-plastique



Sa définition est semblable à celle de la grandeur caractéristique de diffusion  $\Lambda$  donnée au chapitre II.5.2.3. pour la germination (ARGON et al /23/). Mais ici  $\dot{\epsilon}$  n'est pas une grandeur locale, c'est la vitesse de déformation de fluage stationnaire dépendant de la contrainte de tension appliquée  $\sigma$ , ( $\dot{\epsilon}$  prop. à  $\sigma^{n_2}$ , voir l'annexe A 2.4.1.)

$L$  décroît lorsqu'on augmente la contrainte. Ce n'est que lorsque  $L$  est comparable ou inférieur à la taille des cavités que la contribution du fluage viscoplastique devient non négligeable, conduisant à des vitesses de croissance supérieures à celles prédites par le modèle diffusionnel seul.

CHEN et ARGON /42/ proposent une généralisation du problème de la croissance des cavités intergranulaires. Leur modèle qui tient compte du couplage diffusion intergranulaire-fluage viscoplastique prévoit les vitesses de croissance normalisées pour les 2 formes de cavité, "quasi-équilibre" et "hors équilibre".

a) Couplage diffusion intergranulaire-fluage viscoplastique de la matrice :

Le couplage a lieu lorsque l'inégalité  $r + L < \lambda$  est réalisée (voir la figure 23). Leur solution analytique est identique à celle de BEERE et SPEIGHT /39/, (équations (34a et b), après substitution de  $\lambda$  par  $r + L$ , et en négligeant la contrainte à la surface de la cavité  $2\gamma_s / r$  devant  $\sigma$  :

$$(dV / dt) = 2 \pi L^3 \dot{\epsilon} [f(r / L)]^1 \quad \text{avec,} \quad (40a)$$

$$f(r / L) = \text{Ln} [(r + L) / r] + [r / (r + L)]^2 [1 - (1/4) (r / (r + L))^2] - [3/4] \quad (40b)$$

D'après ces 2 équations on a représenté sur la figure 24 l'évolution de la vitesse de croissance en volume normalisée  $(dV/dt) / \dot{\epsilon} r^3$  d'une cavité "quasi-équilibre" en fonction du rayon de cavité normalisé  $r/L$ .

Le cas de la croissance purement diffusionnelle correspond aux faibles valeurs de  $r / L$ .

A l'opposé, lorsque  $r / L$  est grand ( $> 10$ ), la vitesse de croissance normalisée tend vers une valeur constante  $3\pi / 2$  d'où :

$$dV/dt = (3\pi / 2) \dot{\epsilon} r^3. \quad (41)$$

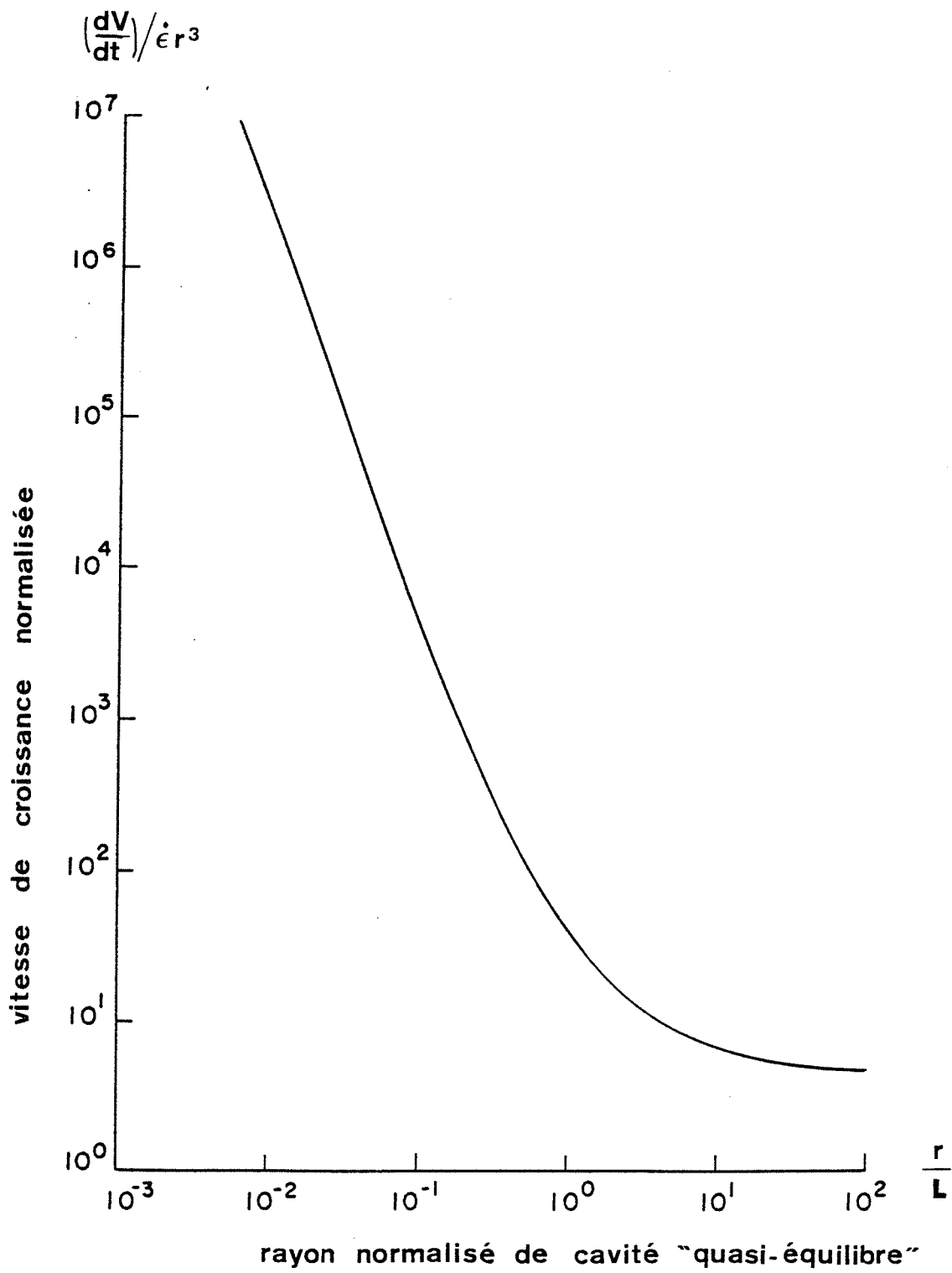


Figure 24

- Variation de la vitesse de croissance en volume normalisée en fonction du rayon de cavité normalisé

Ce cas limite correspond au cas de la croissance purement viscoplastique, étudiée par HANCOCK /43/. Ce type de croissance peut être observé au cours du fluage tertiaire pour des déformations élevées.

b) Vitesses de croissance pour les 2 formes de cavité :

Selon ARGON et CHEN /42/ les différents flux atomiques superficiels sont compatibles avec la croissance en volume de la cavité. Cela se traduit par une nouvelle relation (d'après les équations (31) et (33) :

$$(dV / dt) = 4 \pi r \Omega (J_s)_{\text{tip}} \quad (42)$$

En substituant alors les expressions des flux atomiques superficiels déterminés par CHUANG et al /38/ (équations (37a et b) dans cette nouvelle équation (42) et en égalant les résultats obtenus à la relation (40a) ils obtiennent les vitesses de croissance normalisées  $(4 \pi h (\alpha) / \dot{\epsilon} r)$ ,  $(dr / dt)$  pour les cavités "quasi-équilibre" et "quasi-fissure".

Pour la morphologie équiaxe la solution analytique est bien évidemment comparable à celle de BEERE et SPEIGHT /39/ après remplacement de  $\lambda$  par  $r + L$  (équations 40a et b).

Pour les cavités "quasi-fissure" la solution analytique est proportionnelle à un paramètre  $\alpha$ . Ce paramètre qui caractérise cette morphologie est fonction du rapport des diffusités  $\Delta$ . Il a pour expression :

$$\alpha = 4 \pi h (\alpha) / (4 \sin (\alpha / 2))^{3/2} (\sigma L / \Delta \gamma_s)^{1/2} \quad (43)$$

Sur la figure 25 est représenté le réseau des courbes de vitesses de croissance normalisées en fonction du rayon de cavité normalisé  $r/L$  pour une large gamme de valeurs de  $\alpha$ . Contrairement à celle des cavités équiaxes, la vitesse de croissance des "quasi-fissures" passe par un minimum puis devient fortement croissante lorsque le rayon normalisé augmente. Le caractère de fissure est d'autant plus accentué que la valeur de  $\alpha$  est élevée, donc en particulier que  $\Delta$  est faible (diffusion superficielle lente).

c) Transition entre le mode "quasi-équilibre" et le mode "quasi-fissure"

Le modèle prévoit également la transition entre les modes de croissance "quasi-équilibre" et "hors-équilibre". Le réseau de courbes de la figure 25 montre que les cavités équiaxes tendent à se transformer en fissures au cours de leur croissance. La transition a lieu lorsque les vitesses

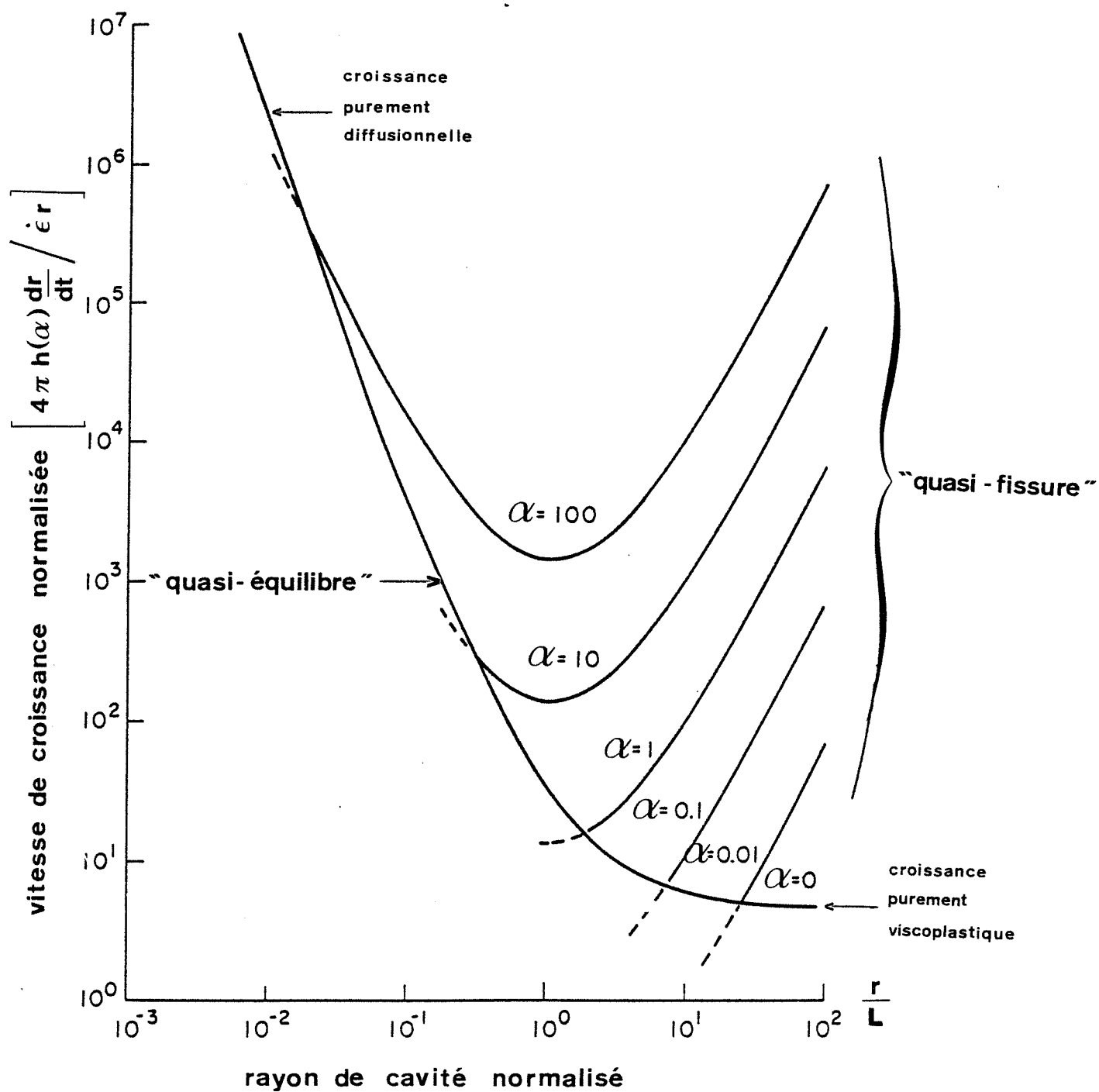


Figure 25 - Variation des vitesses de croissance normalisées en fonction du rayon de cavité normalisé pour :
 

- . les cavités "quasi-équilibre"
- . les cavités "quasi-fissure"

des 2 modes de croissance sont égales. Le rayon de la cavité à la transition est alors lié au paramètre  $\alpha$  par la relation :

$$\alpha = 2\pi [(L/r) \text{ft}(r/L)]^{1/2} \quad (44)$$

où  $\text{ft}(r/L)$  est définie par l'équation (40b).

Sur la figure 26, qui représente la variation de  $\alpha$  avec  $r/L$ , l'on voit que la transition intervient d'autant plus tôt que le caractère de fissure est favorisé, c'est à dire qu'  $\alpha$  est élevé. L'on a également représenté sur cette figure les domaines de croissance purement diffusionnelle et purement viscoplastique qui apparaissent comme les solutions aux limites de ce modèle général.

En annexe 2.4 nous avons calculé pour l'acier 316 (à  $T = 923$  K et  $\sigma = 100$  MPa) la longueur de diffusion  $L$  et le paramètre  $\alpha$ .

La longueur de diffusion  $L$  obtenue est égale à  $7 \mu\text{m}$ . Si l'on choisit pour valeur de distance intercavité  $2\lambda$ , celle de la distance interprécipité  $L = 1,35 \mu\text{m}$  /21/, alors  $\lambda < L + r$ . Dans ce cas notre régime de croissance est purement diffusionnel et le modèle d'ARGON et CHEN /42/ est alors strictement identique à celui de BEERE et SPEIGHT /39/.

Le paramètre  $\alpha$  est approximativement égal à 120. Cette valeur est nettement supérieure aux valeurs typiques (1-50) du modèle, elle confirme que la croissance initiale est entièrement diffusionnelle et montre que la transformation des cavités équiaxes en fissures se réalise dès le début de ce stade d'endommagement. Ce résultat est tout à fait conforme à celui obtenu au chapitre II.5.3.2. (rayon de transition  $\sim 100\text{nm}$ ), car comme nous l'avons déjà vu le modèle d'ARGON et CHEN /42/ prend en considération les travaux de CHUANG et al /38/.

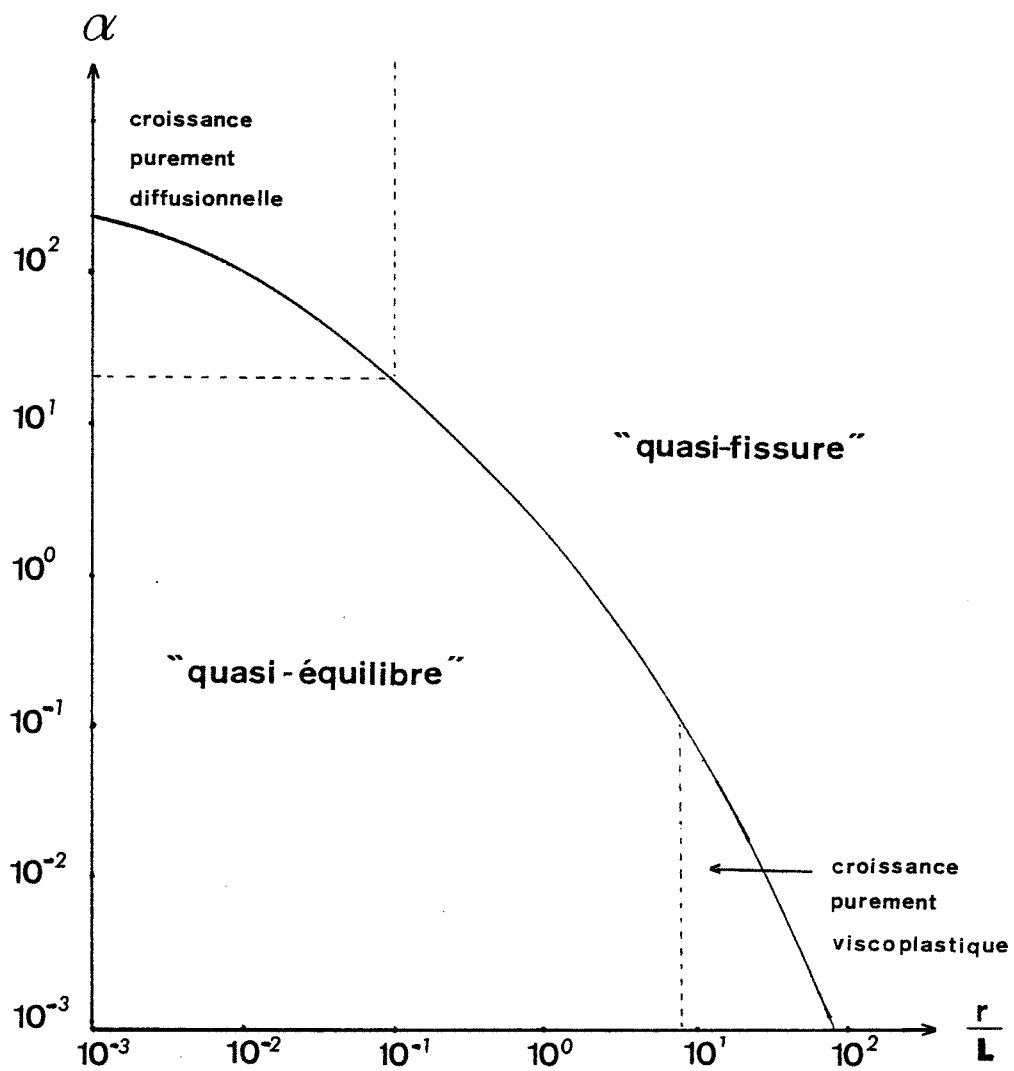


Figure 26 - Variation de  $\alpha$  en fonction de  $r/L$

#### II. 5. 3. 4 - Croissance d'une fissure dominante

Il semble donc aujourd'hui admis ( /1/, /17/, /38/, /42/ ) que les cavitations "équiaxe" et "quasi-fissure" correspondent à des stades différents de l'endommagement plutôt qu'à des mécanismes différents. Ces défauts quand ils atteignent une taille et un espacement critique, coalescent et forment une fissure (ASHBY et DYSON /44/).

Dans le cas général des ruptures par fluage des aciers inoxydables austéniques, matériaux à forte possibilité de relaxation plastique, la fissure créée est stable et va se propager par germination et croissance de cavités devant son extrémité (voir la figure 27) bien avant le stade tertiaire.

WILKINSON et VITEK /45/ proposent un modèle théorique très général pour décrire ce phénomène. Ils supposent que le champ de contrainte, en avant de la pointe de la fissure, peut être déterminé indépendamment de la présence des cavités. La taille de celles-ci, ainsi que la contrainte locale qui s'exerce sur chacune d'elles, sont fonction uniquement de leur position en avant de la fissure (voir la figure 28).

Ainsi la  $n^{\text{ième}}$  cavité de taille  $2r_n$  est soumise à la contrainte locale :

$$\sigma_n = (A / 2\lambda_n) \zeta \quad (45)$$

où  $2\lambda$  est la distance intercavité.  $A$  et  $\zeta$  sont positifs et  $A$  est fonction du chargement, de la longueur de la fissure et de la géométrie de l'éprouvette.

La vitesse de croissance de cette  $n^{\text{ième}}$  cavité s'exprime alors par :

$$v_n = (dr_n / dt) = \phi(r_n, \lambda_n) \sigma_n^\xi \quad (46)$$

où  $\xi$  est un nombre positif.  $\phi$  qui dépend du mécanisme de croissance considéré est fonction de la taille de la cavité, de la distance intercavité et de paramètres dépendants du matériau tels

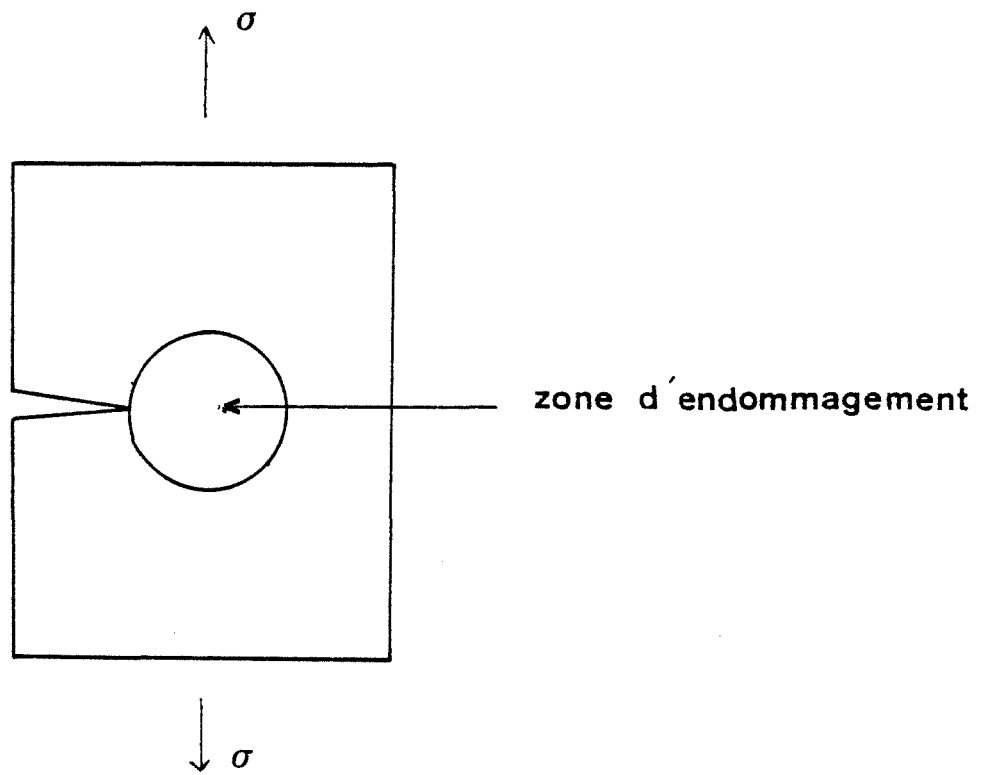


Figure 27 - Croissance d'une fissure dominante

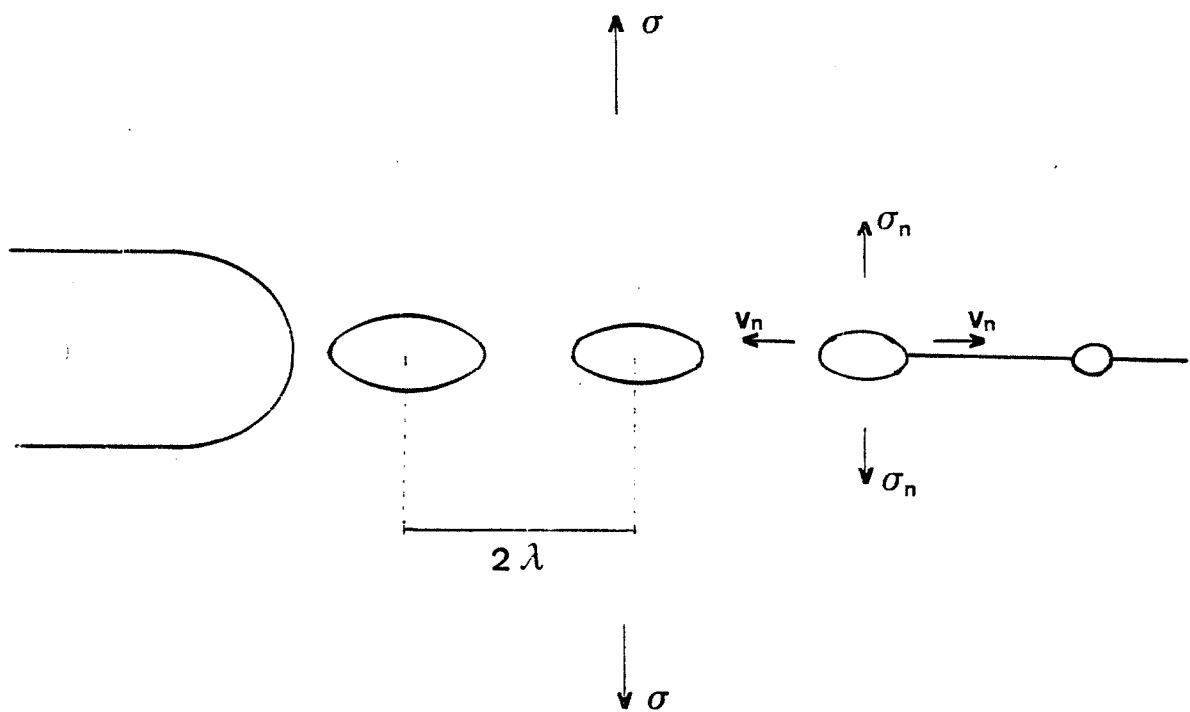


Figure 28 - Modèle de WILKINSON et VITEK de croissance d'une fissure /45/



que les coefficients de diffusion.

Pendant un intervalle de temps  $\Delta t = t - t_s$ , cette  $n^{\text{ième}}$  cavité croit de  $2r_n$  à  $2r_{n-1}$ .

$r_{n-1}$  est le rayon de la cavité voisine, la plus proche de la fissure au temps  $t_s$  (voir la figure 28).

Pendant ce même intervalle de temps  $\Delta t$ , la première cavité en avant de la pointe atteint une longueur suffisante pour être absorbée par la fissure. Celle-ci avance alors de  $2\lambda$  à la vitesse moyenne de :

$$\dot{a} = 2\lambda / \Delta t \quad (47)$$

La connaissance de la distance intercavité ainsi que de l'intervalle de temps  $\Delta t$  permet donc de déterminer la vitesse moyenne de propagation de la fissure.

On évalue  $\Delta t$  à partir de la vitesse de croissance de chaque cavité (équation (46)) :

$$\Delta t = \int_{r_n}^{r_{n-1}} (dr / v_n) = (1 / \sigma_n)^\xi \int_m^{m-1} dr / \phi(r, \lambda) \quad (48)$$

Il est intéressant de calculer la vitesse de propagation de la fissure dans le cas particulier où il n'existe qu'une seule cavité, en avant de la pointe de la fissure, qui croit de  $2r_s$  à  $2r\lambda$ .

D'après l'équation (47) utilisée avec (45) et (48) on obtient alors :

$$\dot{a} = (A \zeta^\xi (2\lambda)^{1-\zeta^\xi}) / \int_{r_s}^{r\lambda} (dr / \phi(r, \lambda)) \quad (49)$$

Si l'on prend, par exemple, comme modèle de croissance de la cavité le modèle de HULL et RIMMER /37/, d'après l'équation (32) simplifiée (on néglige ici la contrainte à la surface de la cavité  $2\gamma_s/r$  devant la contrainte locale  $\sigma_n$ ) l'on détermine alors la fonction  $\phi(r, \lambda)$  et l'exposant  $\xi$  :

$$\phi(r, \lambda) = (\Omega \delta D_0) / (4 r \lambda kT)$$

$$\xi = 1$$

Choisissons comme fissure une fissure stationnaire en viscoplasticité généralisée, dans ce cas la loi du comportement du matériau est prise sous la forme  $\dot{\epsilon} = B_2 \sigma^{n_2}$  et le champ de contrainte est analogue à celui de HUTCHINSON-RICE-ROSEN GREN (champ HRR) /11/.

A et  $\xi$  s'expriment alors par :

$A = C^* / (B_2 I_{n_2})$ , (où  $I_{n_2}$  est un facteur de normalisation fonction uniquement de l'exposant  $n_2$  (/46/)).

$$\zeta = 1 / (n_2 + 1)$$

D'après l'équation (49) en utilisant les valeurs de  $\phi(r, \lambda)$ ,  $\xi$ , A et  $\zeta$  que nous venons d'établir, on aboutit à la vitesse de propagation de la fissure :

$$\dot{a} = C^{*1/(n_2 + 1)} \Omega \delta D_b / (2\lambda B_2 I_{n_2})^{1/(n_2 + 1)} kT (r^2 - r_s^2) \quad (50)$$

### III - ETUDE EXPERIMENTALE

Ce chapitre est consacré à la présentation des différents résultats obtenus au cours de la présente étude sur l'endommagement par fluage des aciers inoxydables austénitiques. Il décrit les 3 axes de recherche que nous avons développé :

- le premier consiste en une analyse statistique du glissement intergranulaire et de l'endommagement (micrométrique) sur des éprouvettes polycristallines d'Alliage 800 grade II,
- le deuxième en une analyse par microscopie électronique à transmission des zones proches du front de fissure après des essais de propagation réalisés sur des éprouvettes axi-symétriques d'Alliage 800 grade I vieilli,
- et enfin le troisième à observer en continue les différents stades de l'endommagement intergranulaire à chaud par fluage "in-situ" d'éprouvettes bicristallines d'acier inoxydable 304.

#### III. 1 - Etude de l'endommagement homogène

Au cours du chapitre précédent nous avons vu que les 2 paramètres structuraux essentiels qui régissent l'endommagement par fluage sont le renforcement matriciel et le glissement au joint. Ils dépendent uniquement de la précipitation, intragranulaire pour le premier et, intergranulaire pour le second.

Afin de mieux comprendre leur rôle dans les mécanismes élémentaires de l'endommagement à chaud, nous avons en contrôlant la précipitation, réalisé 4 états métallurgiques différents d'Alliage 800 Grade II.

##### III. 1. 1 - *Elaboration des états*

###### III. 1. 1. 1 - Rappel des caractéristiques structurales de l'Alliage 800.

###### a - **Caractéristiques de la précipitation**

Les matériaux industriels à composition chimique complexe sont caractérisés par une évolution

structurale importante au cours de maintien en température, instabilité accentuée par la déformation, (ROBERT /1/).

L'Alliage 800 (Z5 NCTA 33-21) a une structure entièrement austénitique à la température ambiante en raison de sa forte teneur en nickel.

Dans le matériau à l'état de réception, on note la présence de gros précipités intergranulaires : ce sont des nitrides et des carbures de titane qui se sont formés au cours du refroidissement du lingot. Ils possèdent une structure cristalline de type Na Cl, (B1), ( $a_0$  (Ti N) = 4,24 Å et  $a_0$  (Ti C) = 4,32 Å).

A cette précipitation primaire s'ajoute celle des carbures du type  $M_{23}C_6$ , en général intragranulaires, formés aux différents stades de la fabrication du produit et qui n'ont été que partiellement remis en solution lors du traitement thermique final. Ces carbures complexes  $M_{23}C_6$ , (M = Cr, Fe, Mo), ont une structure cubique faces centrées, (D 84), ( $a_0$  ( $M_{23}C_6$ ) = 10,64 Å).

Au cours de maintiens dans le domaine 500-650° C, l'Alliage 800 est le siège d'une évolution structurale qui consiste en : (voir la figure 29, SPITERI /47/).

- une précipitation de carbures du type  $M_{23}C_6$  principalement aux joints de grains.

Cette précipitation est d'autant plus abondante que la mise en solution lors du traitement thermique de fin de fabrication a été importante.

- une précipitation d'une phase durcissante  $\gamma'$  ( $Ni_3(Ti, Al)$ ).

Cette phase précipite sous forme de petites particules quasi-sphériques, réparties uniformément dans la matrice, après quelques centaines d'heures de maintien à des températures comprises entre 500 et 650° C.

La phase  $\gamma'$  a une structure cristalline ordonnée de type  $Cu_3Au$ , (L12), (voir la figure 30) ; ( $a_0$  ( $\gamma'$ ) ~ 3,59 Å).

En général dans ces alliages, on admet que, quel que soit le degré de substitution du titane par l'aluminium, la structure cristalline cubique simple des précipités  $\gamma'$  n'est pas affectée. La

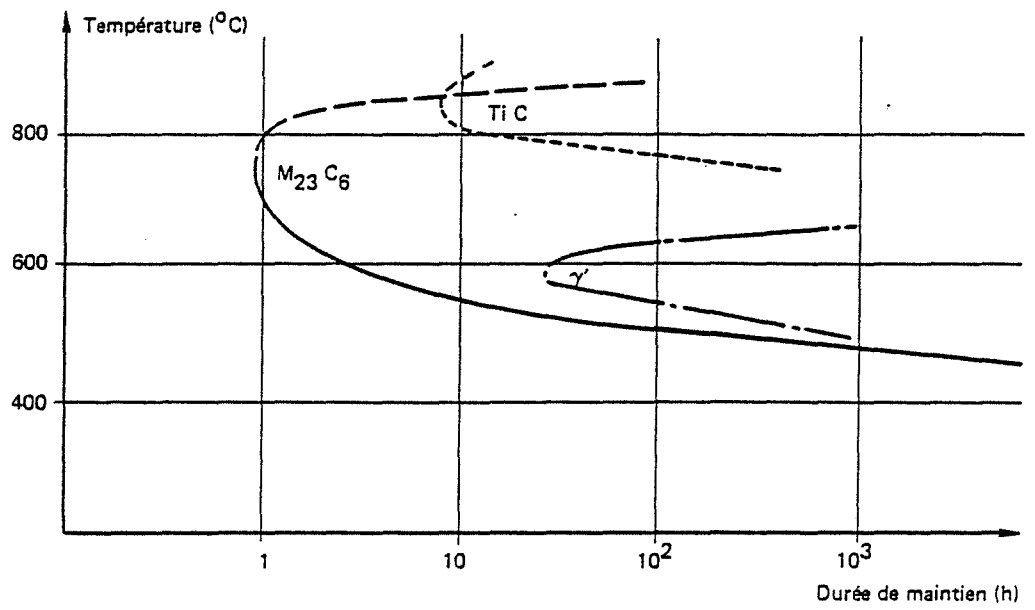


Figure 29 - Schéma indicatif des positions respectives des domaines de précipitation pour l'Alliage 800 (d'après SPITERI /47/)

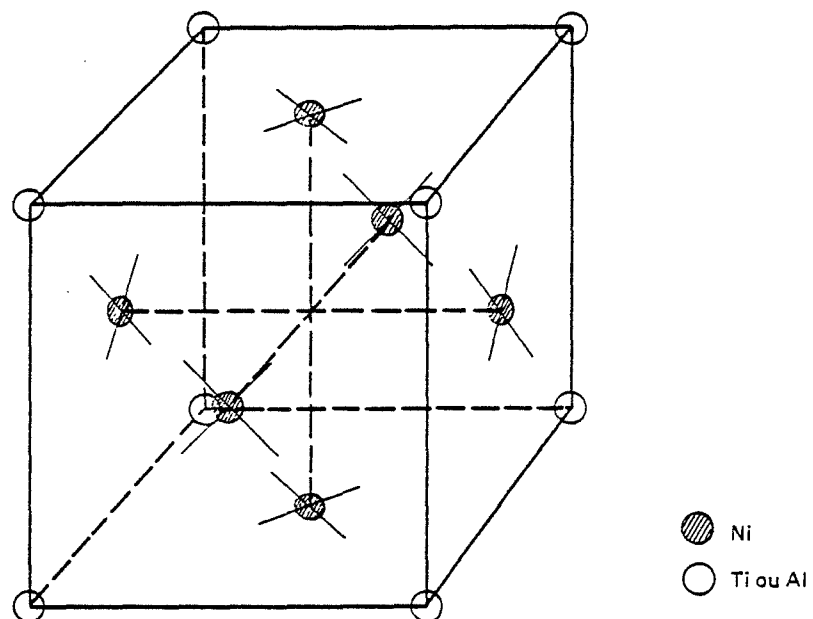


Figure 30 - Structure de la phase  $\gamma'$

phase  $\gamma'$  est cohérente avec la matrice austénitique  $\gamma$ , de structure cubique faces centrées (A1), ( $a_0(\gamma) = 3,64 \text{ \AA}$ ), parce qu'elles possèdent des structures cristallines voisines et que la différence de paramètre entre les deux mailles est très faible.

D'autres phases intermétalliques ont été mises en évidence après des maintiens de très longue durée (plusieurs dizaines de milliers d'heures) à  $600^\circ \text{ C}$  : (BERGE, DONATI, GUTTMANN, SPITERI, VALIBUS /48/).

- la phase  $\sigma$  (Fe-Cr) dont la structure est quadratique (D 8b), ( $a_0(\sigma) = 8,8 \text{ \AA}$  et  $c_0(\sigma) = 4,54 \text{ \AA}$ ).

- la phase G (Ti 6 Ni16 Si7) dont la structure est cubique à faces centrées. Son paramètre est légèrement supérieur à celui du carbure  $M_{23}C_6$ , ( $a_0(G) = 11,2 \text{ \AA}$ ). Cette phase apparaît généralement aux points triples sous une forme lenticulaire. Dans son voisinage immédiat on trouve le plus souvent, (POZARNIK /49/)

- la phase  $\alpha$  (Cr) dont la structure est cubique centrée (A2), ( $a_0(\alpha) \sim 2,88 \text{ \AA}$ ).

#### **b - Influence de la précipitation $\gamma'$ sur les propriétés mécaniques**

Pour des teneurs en (Ti + Al) supérieures à 0,6 -0,7 %, la sursaturation est suffisante pour que la germination de la phase  $\gamma'$  soit homogène. On observe alors une augmentation de la dureté, de la résistance au fluage et une chute de la ductilité.

Le durcissement de la matrice résulte d'interactions précipités-dislocations.

Lorsque les précipités sont de petites tailles, les dislocations les cisailent. Le passage d'une dislocation glissant dans un plan du type  $\{111\}$  de la phase  $\gamma'$  bouleverse l'ordre initial et par suite engendre une énergie d'antiphase. Pour rétablir l'ordre, une seconde dislocation doit à son tour traverser le précipité. On observe alors des paires de dislocations.

Lorsque la taille des précipités augmente, la contrainte nécessaire au cisaillement devient de plus en plus importante. Un second mécanisme intervient alors : c'est le processus de contournement suggéré par OROWAN /50/, (voir la figure 31). Le résultat du franchissement par ce mécanisme est une boucle résiduelle autour du précipité. On note alors, pour une fraction volumique donnée, une décroissance de la dureté lorsque la taille des particules augmente.

### III. 1. 1. 2 - Matériaux étudiés

#### a - Le matériau de base

Le matériau de base provient de la coulée WD 107 d'Imphy. Sa composition chimique est la suivante (% en poids) :

Élément Coulée	C	N	Si	Mn	Ni	Cr	Ti	Al	Ti + Al	Ti/Al
Spécification pour tubes de générateur de vapeur	0,03 à 0,06	< 0,03	< 0,7	< 1,00	32 à 35	19 à 23	0,3 à 0,5	0,1 à 0,3	0,4 à 0,8	
Imphy WD 107	0,057	0,0209	0,42	0,77	33,06	21,07	0,48	0,29	0,77	1,65

Les examens microstructuraux en microscopie optique, effectués sur des échantillons polis par abrasion mécanique jusqu'à la suspension diamantée de granulométrie 1  $\mu\text{m}$  puis attaqués chimiquement par le réactif glycérogia (13 %  $\text{HNO}_3$ , 47 %  $\text{HCl}$  et 40 % de glycérol) pendant ~ 3 minutes à 12° C, sont représentés sur la figure 32. On observe :

- une précipitation intragranulaire de carbonitrides de titane primaires, de morphologie anguleuse.
- une précipitation intragranulaire de carbures de chrome, qui n'ont pas été redissous lors du traitement thermique de fin de fabrication (hypertrempe à 980° C).
- une précipitation intergranulaire très réduite.

La taille de grain, déterminée selon la norme AFNOR, **NF A 04-102**, a pour indice 9.10 (dia-

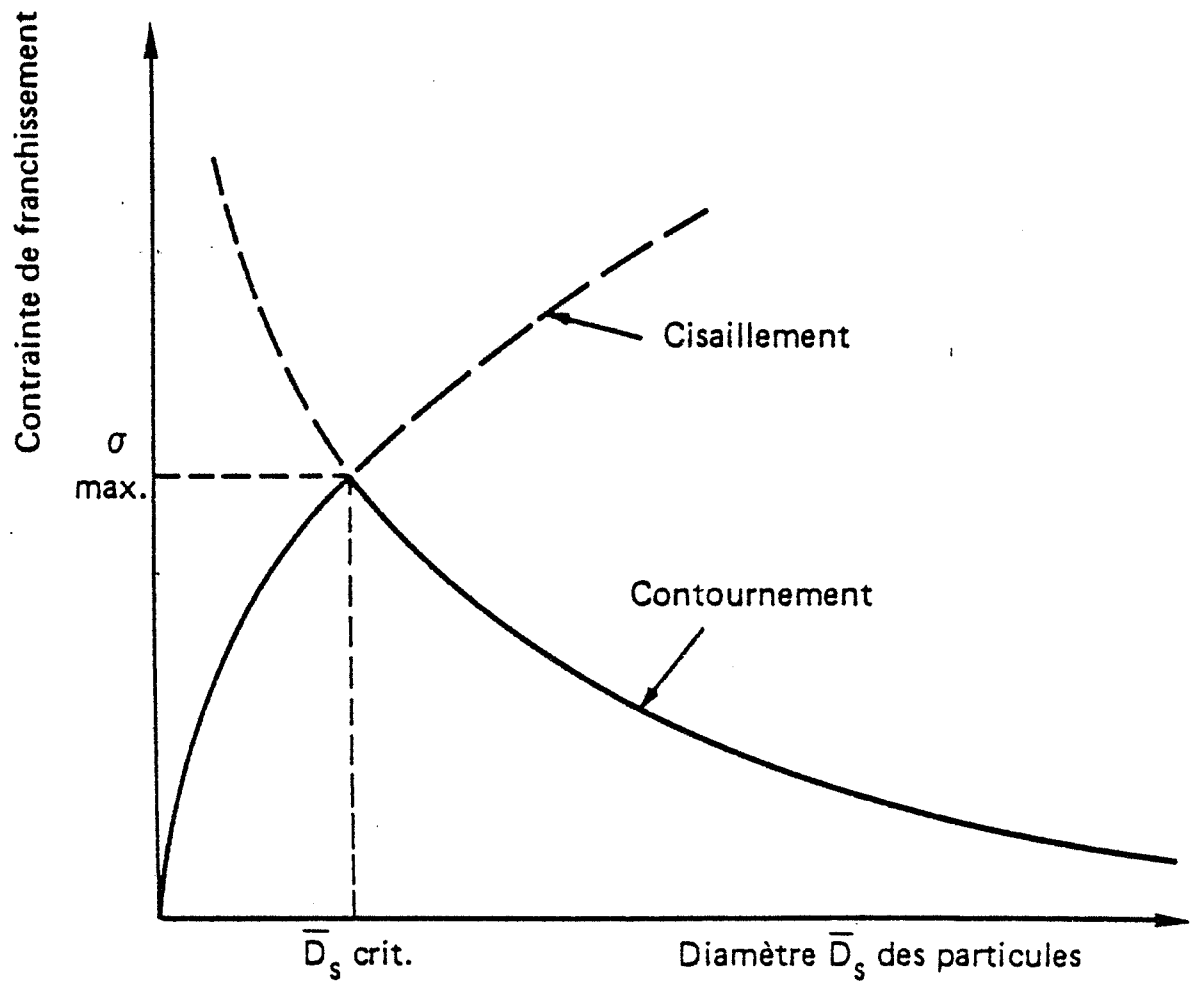
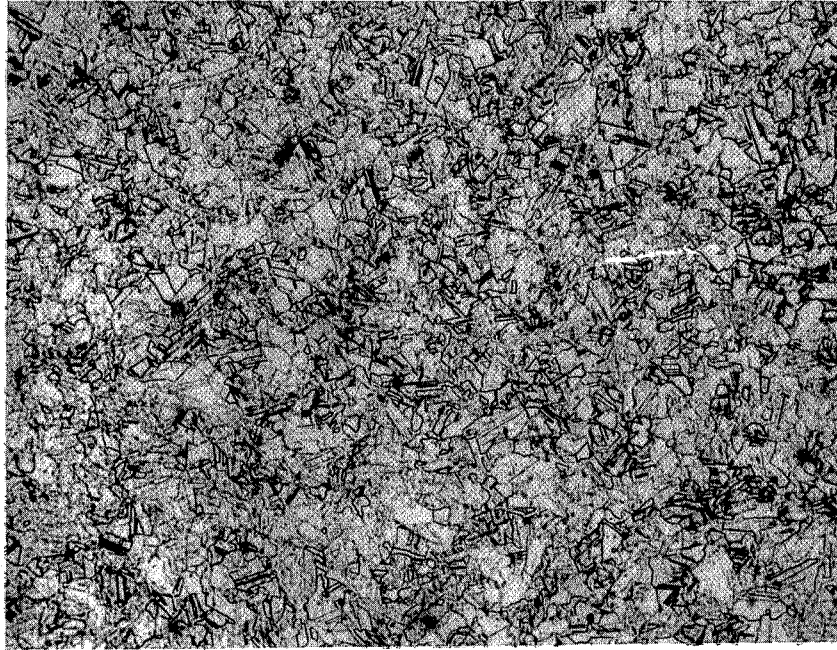


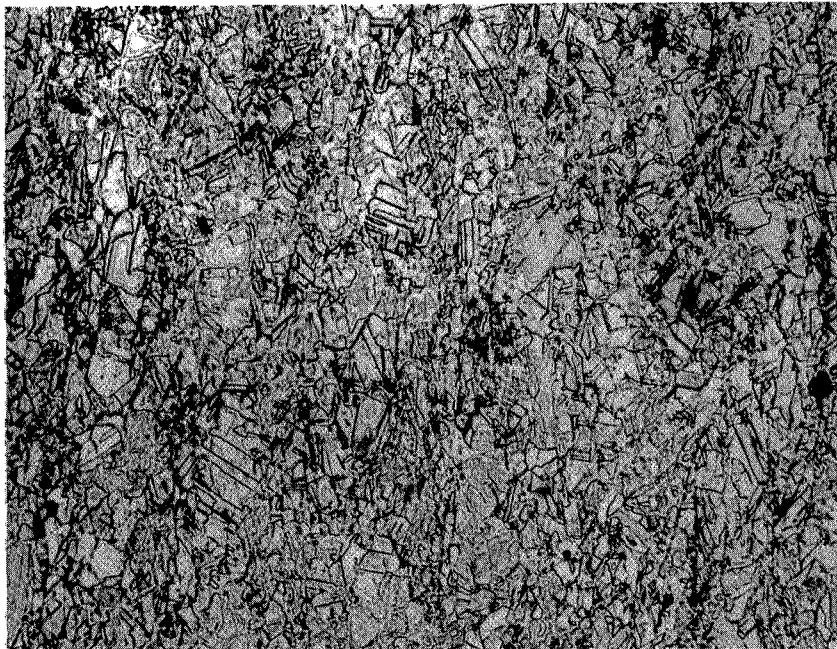
Figure 31

- Evolution schématique de la contrainte de franchissement des particules sphériques en fonction de leur taille (à fraction volumique constante)





X 200

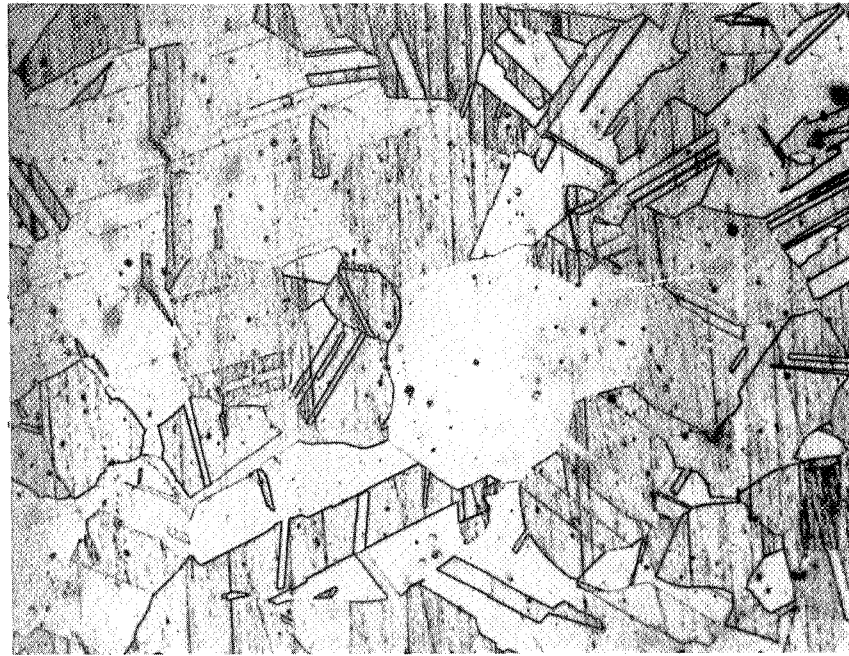


X 200

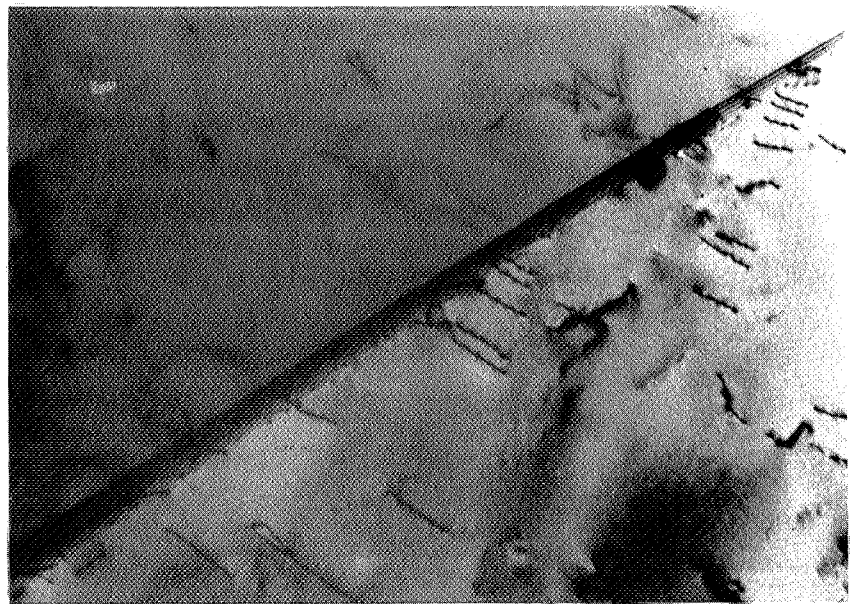
**Figure 32**

- Etat de réception des barres Imphy WD 107 en Alliage 800 :
- a) coupe transversale
- b) coupe longitudinale

(attaque chimique = 3 mn à 10° C dans le glycéragia)



X100



400 nm

Figure 33

- Microstructure de l'état A<sub>0</sub> (état initial hypertrempé) :
  - a) microscopie optique
  - b) microscopie électronique à transmission

mètre moyen du grain 10-17  $\mu\text{m}$ ).

Cet état initial est un cas défavorable à la quantification du glissement intergranulaire, en effet :

- sa teneur en carbone élevée ( ~ 600 ppm) entrainerait au cours du fluage une forte précipitation de carbures au joint.

- sa petite taille de grain (10-17  $\mu\text{m}$ ) ne permettrait pas l'exploitation des grilles déposées à la surface des échantillons (voir le chapitre III 122)

Un traitement de grossissement des grains (hypertrempe de 2 heures à 1150° C) suivi d'un traitement de décarburation (hypertrempe de 16 heures à 1070° C) a permis d'atteindre une taille de grain de 120 - 180  $\mu\text{m}$  (indice AFNOR 2-3) et une teneur en carbone de 220 ppm, (voir la figure 33).

A partir de ce premier état, appelé A, nous avons alors réalisé 3 nouveaux états.

#### **b - Elaboration des états B, C et D**

Après une série d'essais, nous avons choisi comme traitement de précipitation de la phase  $\gamma$ , un vieillissement de 500 h à 575° C. L'état B a subi uniquement ce traitement supplémentaire.

Afin de rendre le joint plus libre nous avons réalisé un traitement de décarburation poussé (en plusieurs étapes, au total ~ 60 h à 1070° C) qui a diminué fortement la teneur en carbone (50-60 ppm). L'état D a subi uniquement ce traitement supplémentaire. L'état C quant à lui a subi ces 2 traitements supplémentaires.

Le tableau suivant récapitule la teneur en carbone de chaque état et indique leur microdureté matricielle respective.

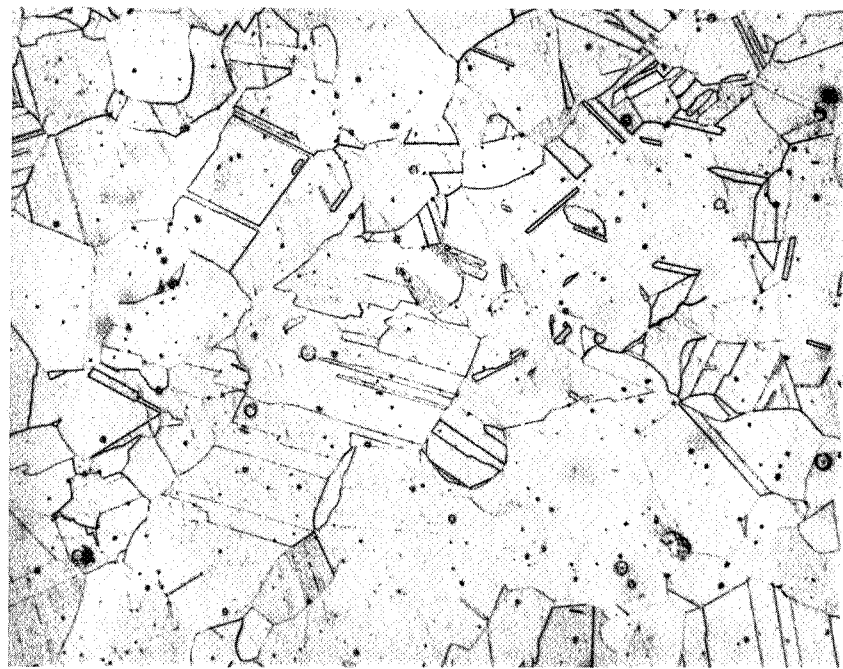
Etat	Teneur en carbone (en ppm)	Microdureté matricielle (en unité arbitraire) (charge utilisée : 10 g au centre des grains)	Propriétés
A	220	144	- Joint "moyennement chargé" - Matrice "douce"
B	220	212	- Joint "moyennement chargé" - Matrice "dure"
C	50	221	- Joint "relativement libre" - Matrice "dure"
D	60	154	- Joint "relativement libre" - Matrice "douce"

Sur les figures 33 à 36 sont rassemblées les microstructures initiales ( $A_0$ ,  $B_0$ ,  $C_0$  et  $D_0$ ) des 4 états étudiés.

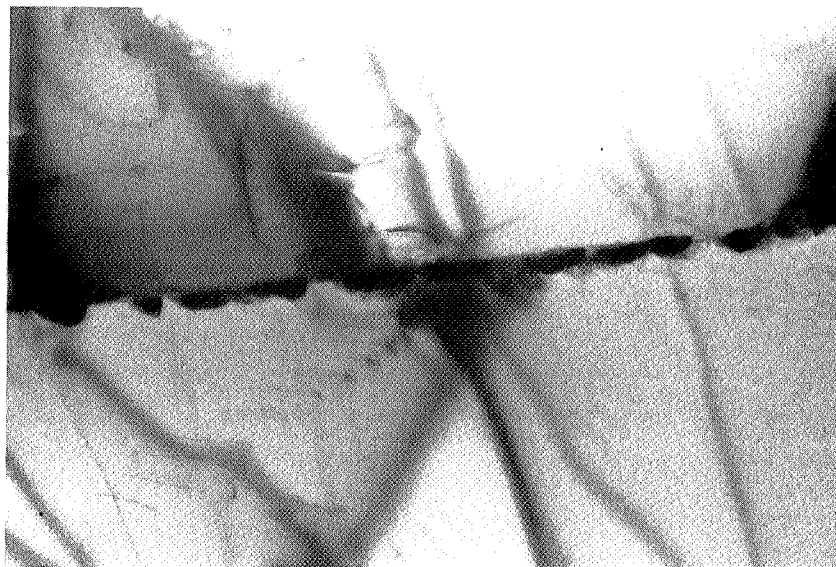
Les examens de microscopie électronique en transmission ont été effectués à l'aide des microscopes JEOL 200 CX et 2000 FX. Les échantillons observés avaient été préalablement amincis mécaniquement jusqu'à une épaisseur de 80-120  $\mu\text{m}$ , puis polis électrolytiquement à l'aide d'un appareil à double jet TENUPOL, dans un mélange de 10 % d'acide perchlorique, 80 % d'éthanol et 10 % de glycérol, sous une tension de 40 V et à une température de 8° C.

Les seuls examens intéressants sont ceux des états vieillis  $B_0$  et  $C_0$ . Ils montrent clairement la différence de précipitation intergranulaire entre un état "chargé" et un autre "libre". Par contre la précipitation dans les états hypertrempés  $A_0$  et  $D_0$  est, comme prévue, très réduite.

Pour obtenir des résultats corrects, nous devons donc établir une structure de précipitation aux joints de grains dans nos 4 états la plus stable possible avant le début des essais de fluage.

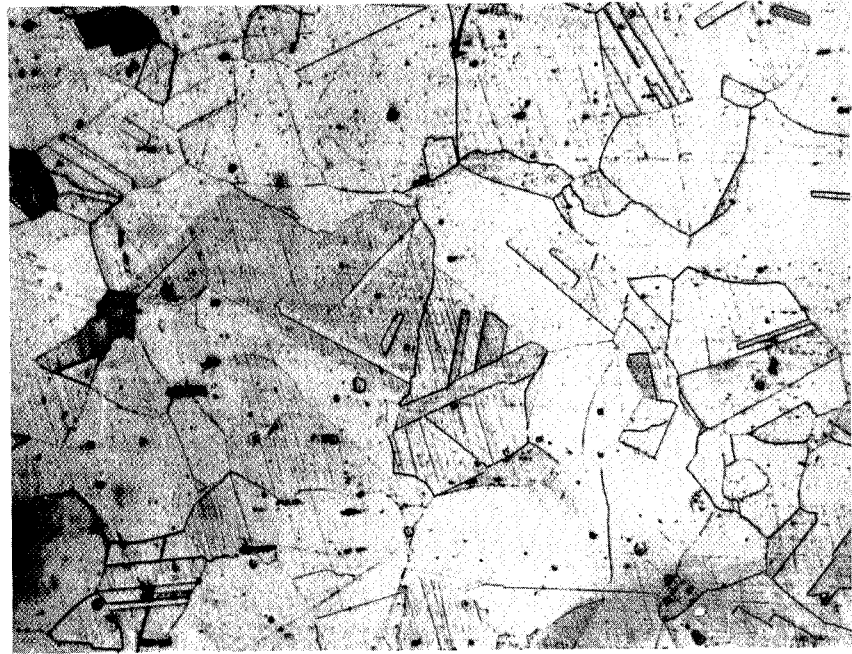


x100



400 nm

Figure 34 - Microstructure de l'état B<sub>0</sub> (état initial vieilli)  
a) microscopie optique  
b) microscopie électronique à transmission



X100



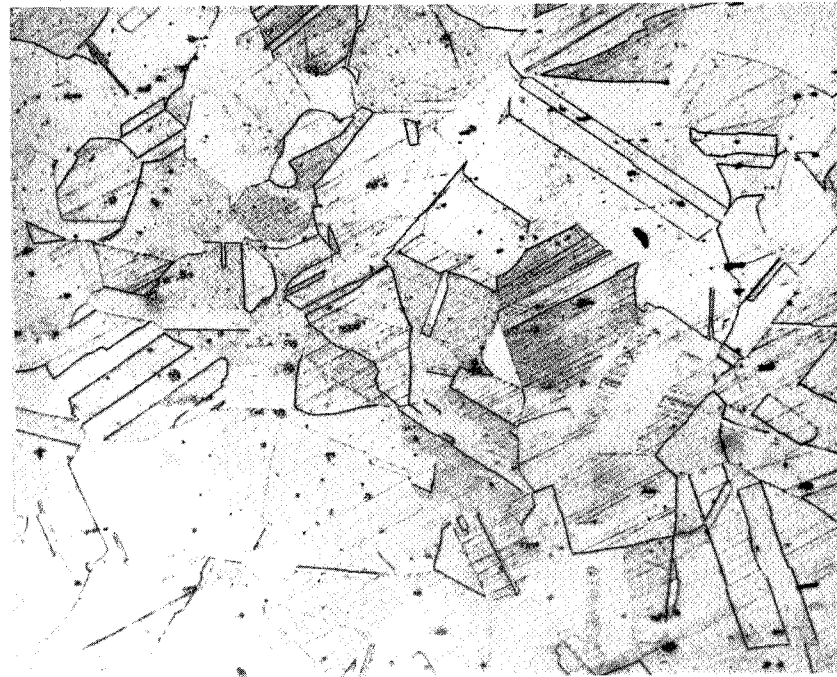
200 nm

Figure 35

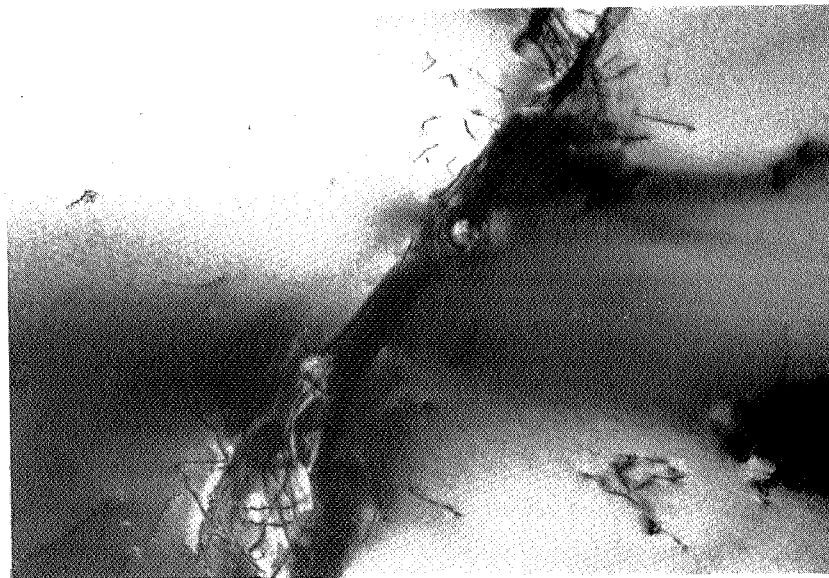
- Microstructure de l'état C<sub>0</sub> (état initial vieilli)

a) microscopie optique

b) microscopie électronique à transmission



X 100



400 nm

Figure 36

- Microstructure de l'état D<sub>0</sub> (état initial hypertrempé)

a) microscopie optique

b) microscopie électronique à transmission

### III. 1. 2 - Les essais de fluage : prédéformation + fluage

#### III. 1. 2. 1 - Stabilisation de la microstructure

Les travaux antérieurs, ( /1/ ; ARNAUD, DESSUS, NOMBALAI, ROBERT /51/ ) ont montré qu'à cause de la sur évolution structurale liée à la déformation, un simple traitement thermique est insuffisant pour obtenir une précipitation aux joints dans sa configuration la plus stable possible. Un recuit sous contrainte s'avère alors nécessaire.

Le phénomène de traînage des éléments en insertion par les dislocations n'existant que pour des vitesses de déformation relativement basses, (STRUDEL /52/), nous avons choisi un essai de mise en charge douce, conduisant à un allongement de l'ordre de 1 % en 300 heures, soit une vitesse de fluage  $\sim 10^{-4} \cdot 10^{-5} \text{ h}^{-1}$ .

Nous avons également choisi de réaliser cet essai ainsi que celui du fluage ultérieur à la température de 650° C. Ce choix est basé sur le caractère thermiquement activé du glissement intergranulaire et sur le fait que la limite supérieure en température de la phase  $\gamma'$  (voir la figure 29) se situe autour de 650-700° C.

Cette température de 650° C a conduit à une coalescence des  $\gamma'$  dans les états "durcis" (B et C), et à la germination d'une autre population de  $\gamma'$  dans les états "doux" (A et D).

Les résultats de microdureté, ainsi que l'observation préférentielle de paires de dislocations dans les matrices B et C, et de boucles dans les autres, montrent que la deuxième population de  $\gamma'$  ( $r_{\gamma'} \sim 15-20 \text{ nm}$ ) renforce moins le matériau que la première ( $r_{\gamma'} \sim 5-10 \text{ nm}$ ), voir (la figure 37).

Mais l'on peut noter que cette différence de renforcement s'est amenuisée au cours de la prédéformation.

Les microduretés, les charges, les allongements, ainsi que les vitesses de prédéformations figurent ci-dessous :



Etat	Microdureté matricielle (en unité arbitraire) (charge utilisée 10 g au centre des grains déformés)	Contrainte (MPa)	Allongement (%)	Vitesse (h <sup>-1</sup> )
A Matrice "douce" Joint "chargé"	156	135	1	3,3 10 <sup>-5</sup>
B Matrice "dure" Joint "chargé"	185	147	0,6	2 10 <sup>-5</sup>
C Matrice "dure" Joint "libre"	176	143	1	6,7 10 <sup>-5</sup>
D Matrice "douce" Joint "libre"	160	140	3	2 10 <sup>-4</sup>

Seuls les états A et B ont été prédéformés pendant 300 h. Les états C et D se sont rompus au bout de 150 h.

Les structures de précipitations intergranulaires obtenues sont présentées sur les figures 38 et 39.

Les longueurs caractéristiques définies à la figure 12 et exprimées en  $\mu\text{m}$  sont résumées dans le tableau suivant :

Etat	Nature de la précipitation intergranulaire	p	e	l
A (220 ppmc)	M <sub>23</sub> C <sub>6</sub> (+ une précipitation plus fine)	0,55	0,2	0,4
B (220 ppmc)	M <sub>23</sub> C <sub>6</sub>	0,25	0,15	0,3
C (50 ppmc)	Ti (C, N)	0,85	0,5	3
D (60 ppmc)	Ti (C, N)	0,9	0,55	2

Les structures des dislocations seront présentées et comparées à celles obtenues lors des essais de fluage au chapitre III 132.

### III. 1. 2. 2 - Marquage des éprouvettes

Pour chaque état, 4 éprouvettes plates (voir la figure 40) ont subi la chaîne des traitements thermomécaniques que l'on vient de décrire, (grossissement des grains, décarburation ou / et vieillissement, prédéformation à chaud).

Une éprouvette sert à l'analyse en microscopie électronique après ces traitements, les 3 autres sont alors préparées en vue de la quantification du glissement intergranulaire par la technique des marqueurs.

Seules celles des états A et B ont subi cette préparation. Les éprouvettes de l'état C s'étant rompues au cours de la prédéformation, l'étude du glissement intergranulaire n'a pu être réalisé pour cet état. Pour l'état D, il nous a paru préférable, à juste raison, de marquer les éprouvettes avant la prédéformation, et ainsi d'obtenir une mesure du GI.

Le principe du marquage des éprouvettes est le suivant :

- on dépose une résine à la surface de l'éprouvette,
- on grave dans la résine une grille à l'aide d'un faisceau électronique,
- puis on révèle ce motif sur l'échantillon.

Cette technique est décrite en annexe 3.1.

Les grilles ainsi obtenues couvrent partiellement la partie utile de l'éprouvette. Le réseau des

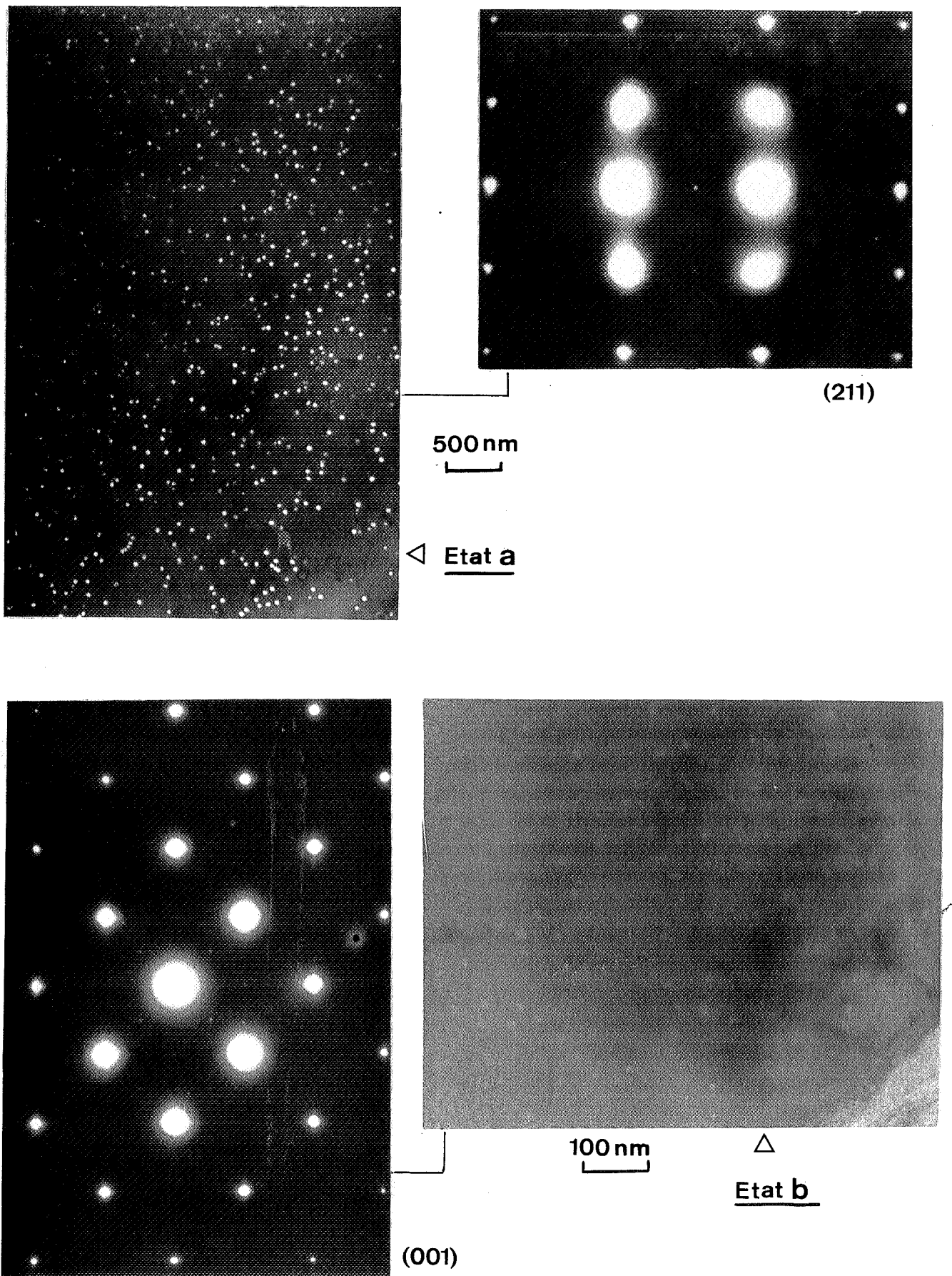


Figure 37

- Mise en évidence de la phase  $\gamma'$  après la pré-déformation à  $650^\circ\text{C}$  dans les états :

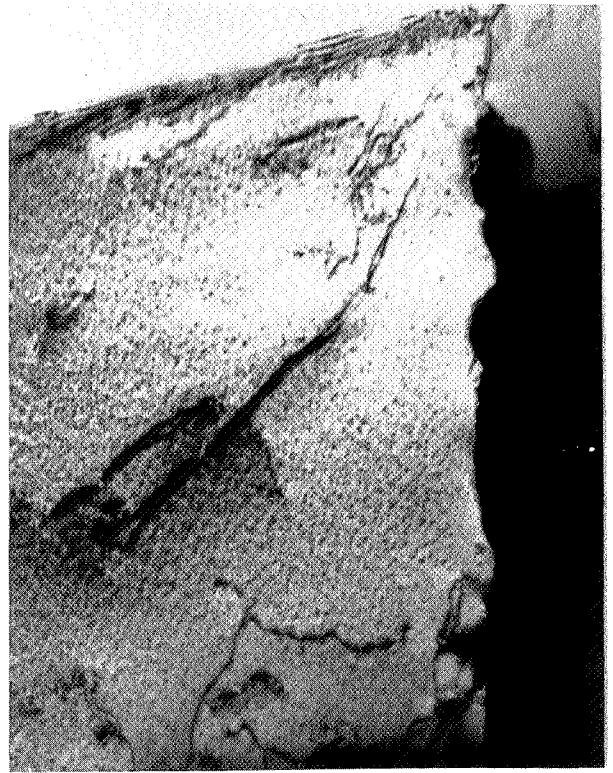
- a) "doux"
- b) "durs"



500 nm

M.E.T

500 nm



Nuance A

Nuance B



10 μm

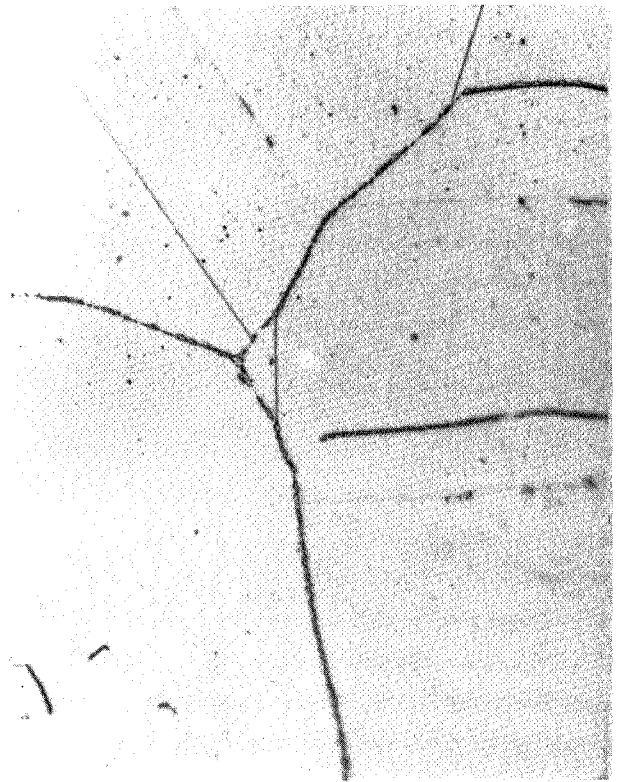


Figure 38

- Structure des précipitations intergranulaires des 2 nuances A et B "pré-déformées"



Nuance C

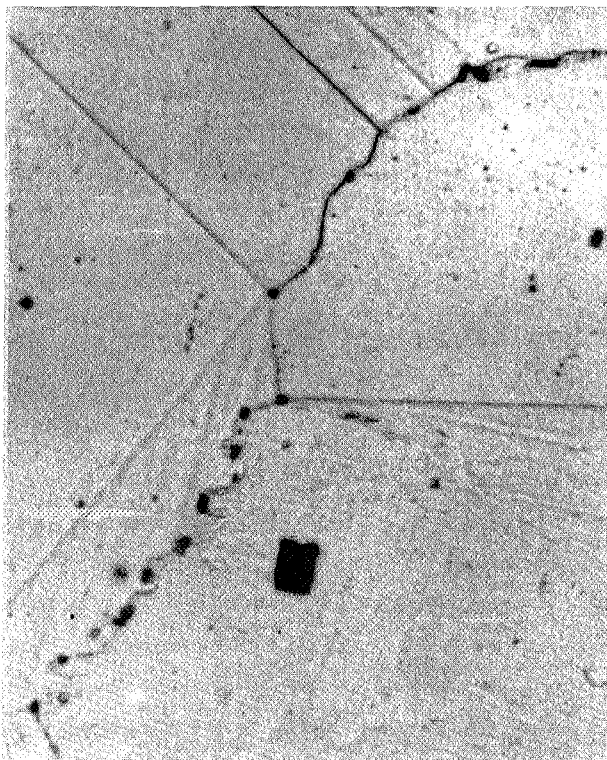
500nm

M.E.T

500nm



Nuance D



10 μm

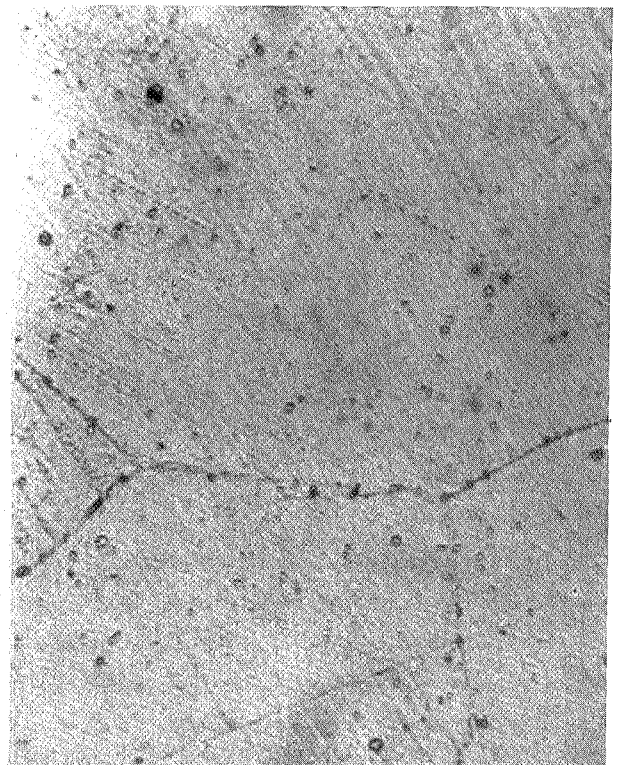


Figure 39

- Structure de précipitations Intergranulaires des 2 nuances C et D "pré-déformées"

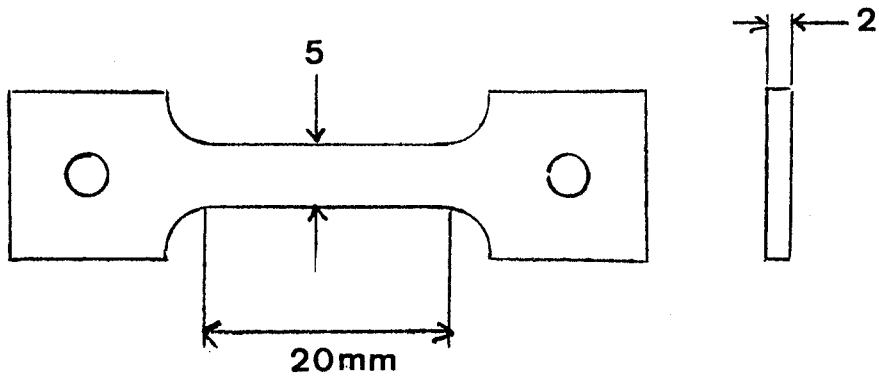


Figure 40 - Géométrie de l'éprouvette plate

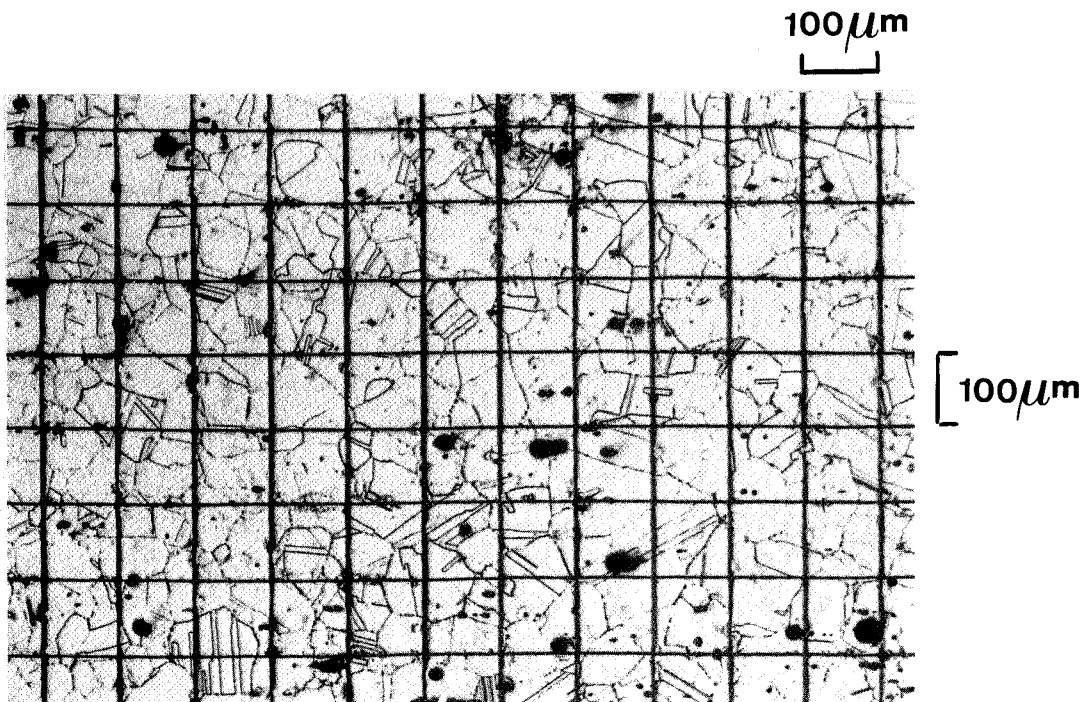


Figure 41 - Exemple d'un résultat obtenu après le marquage d'une éprouvette.

traits (d'épaisseurs 2,5-5  $\mu\text{m}$ ) forme des carrés de 100  $\mu\text{m}$  de côté, (voir la figure 41).

### III. 1. 2. 3 - Essai de fluage

Le mode de sollicitation est identique à celui pratiqué lors de la prédéformation mais avec une contrainte plus élevée de façon à produire, si possible, des allongements totaux de plusieurs pourcents à des vitesses de fluage voisines.

La machine utilisée lors de ces sollicitations est un prototype fabriqué à la SICN (Société Industrielle de Combustible Nucléaire). Elle permet d'effectuer 4 essais de fluage simultanément, à la température de 650° C et sous un vide de  $10^{-5}$  -  $3 \cdot 10^{-6}$  Torr (  $\sim 1,3 \cdot 10^{-3}$  -  $4 \cdot 10^{-4}$  Pa ).

La mesure des déformations est réalisée à l'aide de comparateur.

Pour chaque état (A et B), nous avons interrompu un essai au bout de 550 h (temps total de prédéformation + fluage).

Les autres essais sont conduits jusqu'à rupture. Le temps à rupture est sensiblement égal à : 700 h (683 h pour l'état A et 692 h pour l'état B).

Le tableau suivant récapitule pour les états A et B, les contraintes utilisées, les allongements des essais interrompus, les allongements à rupture, ainsi que les vitesses moyennes de fluage obtenues. On a également rappelé les résultats des états C et D, afin de pouvoir comparer l'ensemble des résultats à rupture.

Etat	Contrainte (MPa)	Allongement total de l'essai interrompu	Allongement total et temps à rupture	Vitesse moyenne ( $h^{-1}$ )
A (Matrice "douce" Joint "chargé")	145	~ 3,5 %	Ar ~ 8 % Tr ~ 700 h	$1,4 \cdot 10^{-4}$
B (Matrice "dure" Joint "chargé")	165	~ 1 %	Ar ~ 1,5 % Tr ~ 700 h	$2 \cdot 10^{-5}$
C Matrice "dure" Joint "libre"	143		Ar ~ 1 % Tr ~ 150 h	$6,7 \cdot 10^{-5}$
D Matrice "douce" Joint "libre"	140		Ar ~ 3 % Tr ~ 150 h	$2 \cdot 10^{-4}$



### III. 1. 3 - Résultats - Interprétation

#### III. 1.3.1 - Résultats : ductilités à rupture

Les valeurs précédentes montrent que pour une vitesse de déformation sensiblement identique, les matériaux qui présentent la plus faible densité de précipitation intergranulaire, se sont rompus les premiers.

L'on remarque également que l'allongement à rupture demeure dans tous les cas très réduit. Il atteint au plus 8 % après 700 h de fluage dans le cas du matériau doux à joints chargés et reste limité à 1 % après 150 h de déformation dans le cas de la nuance dure à joints libres.

Cette ductilité augmente en moyenne d'un facteur 4 par adoucissement de la matrice (à structure de précipitations au joint identique), et d'un facteur 2 par accroissement de la densité de précipité intergranulaire (à même renforcement matriciel).

La prise en compte des 2 paramètres structuraux renforcement matriciel et glissement au joint apparaît bien indispensable à l'analyse de l'endommagement par fluage.

#### III. 1. 3. 2 - Résultats microstructuraux

Comme nous l'avons vu au cours du chapitre III 1.2.1, les observations de microscopie électronique ont permis la mesure des paramètres dimensionnels de la précipitation.

Ces observations nous permettent également de déterminer les mécanismes de déformation par l'étude des structures de dislocations des différents états.

Sur les figures 42 à 45 sont représentées les sous-structures de dislocations obtenues après déformation.

Il s'avère après un premier examen de ces figures, que les caractéristiques de renforcement des 4 matrices (A à D) sont peu différentes et imposent dans tous les cas une déformation localisée à caractère planaire typique d'un matériau à faible énergie de faute d'empilement.

On note toutefois au niveau des joints de grains de l'état "doux" le plus déformé (état A déformé 8 %) la mise en cellule des dislocations.

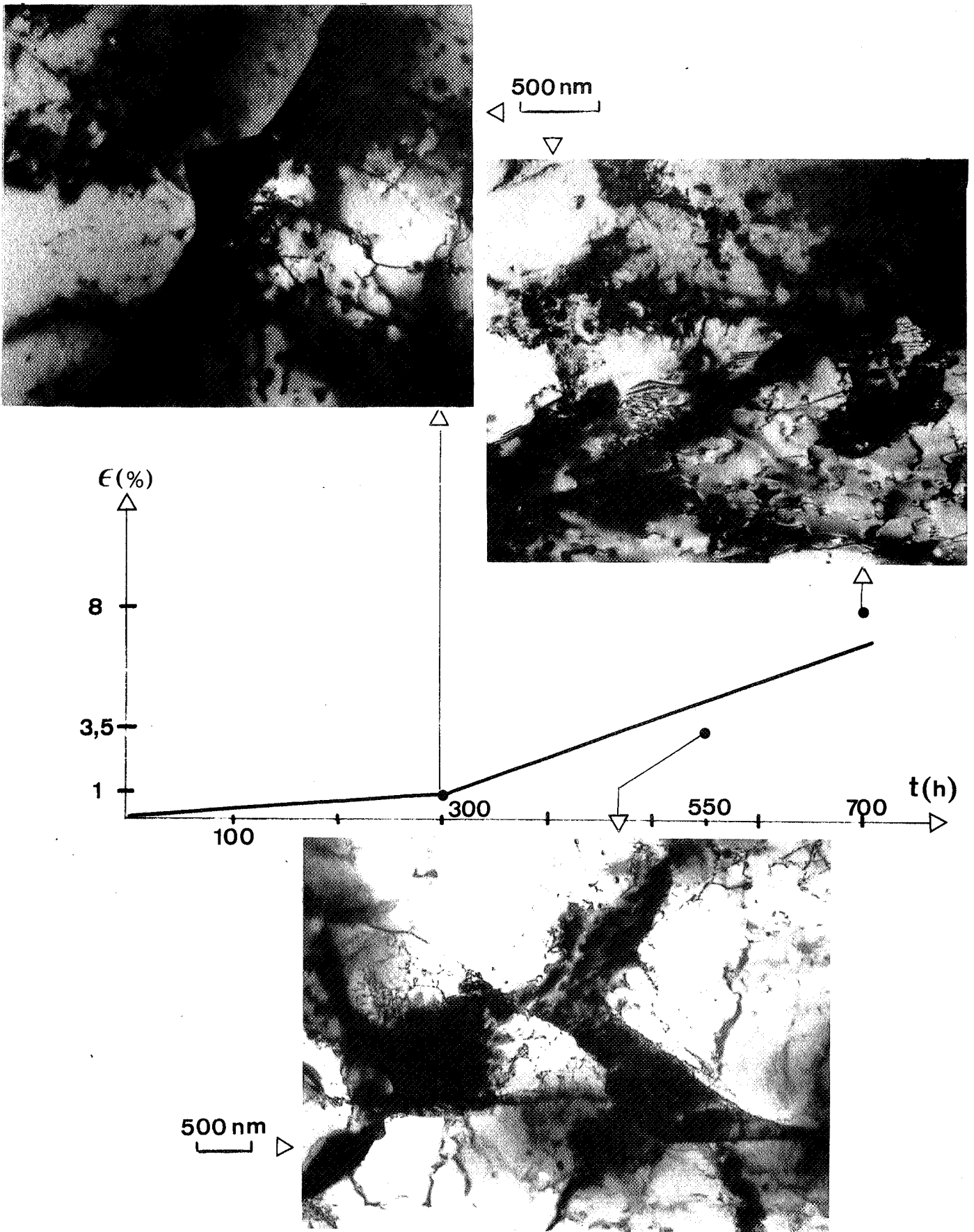


Figure 42

- Structure de dislocation à 1 %, 3,5 % et 8 % de déformation.(M.E.T)

Etat A (matrice "douce", joint "chargé").

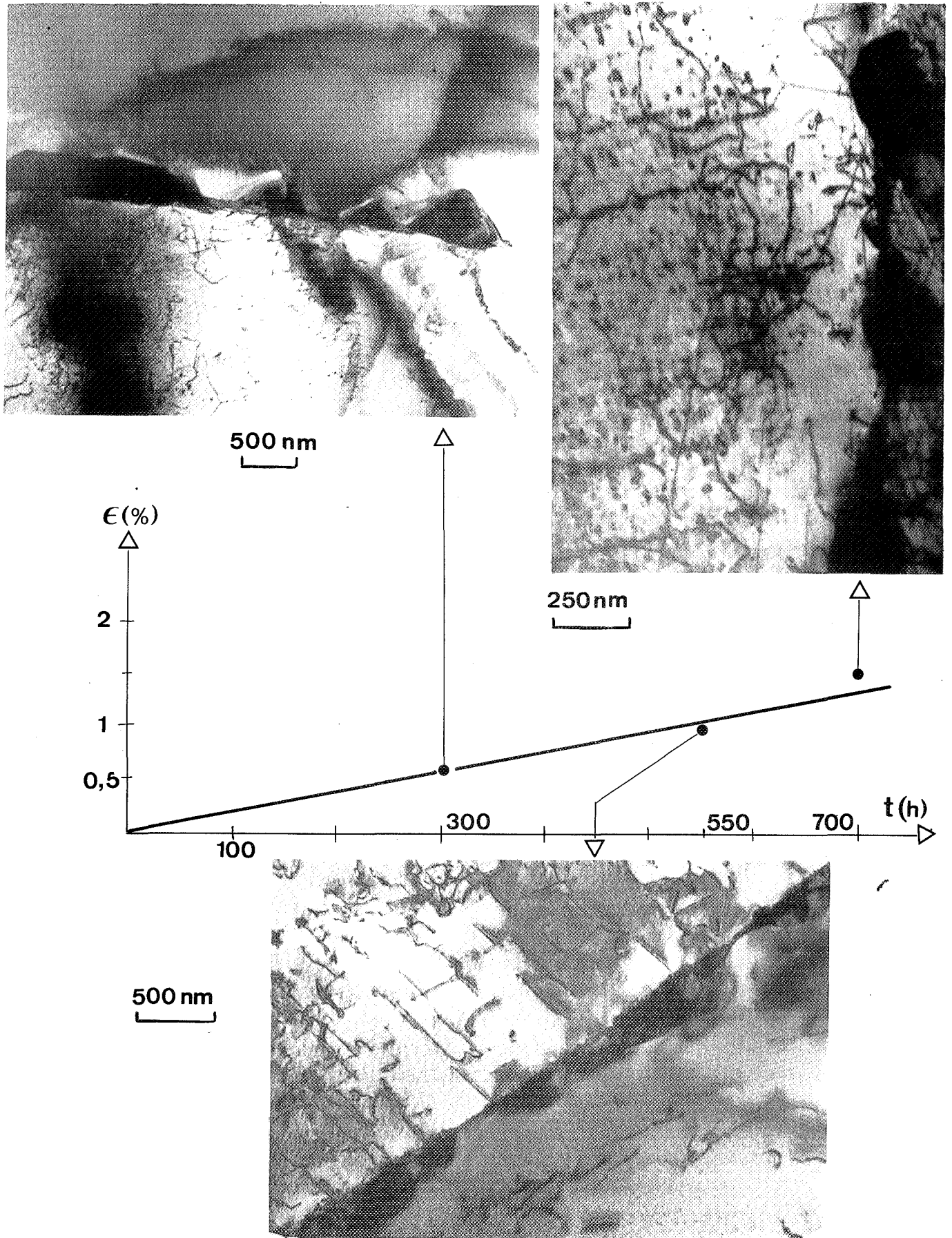
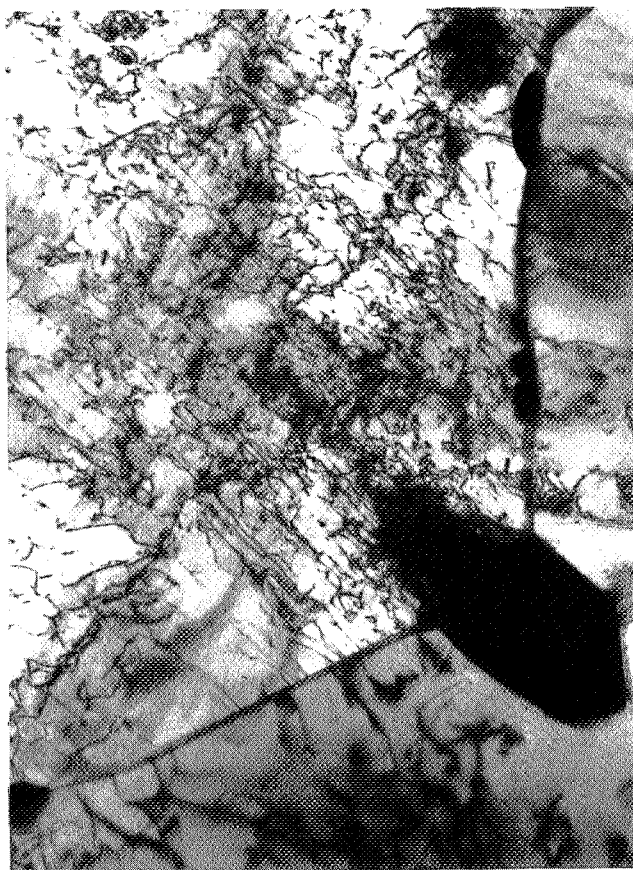


Figure 43 - Structure de dislocation à 0,6 %, 1 % et 1,5 % de déformation.(M.E.T)  
Etat B (matrice "dure", joint "chargé")



500nm



500nm

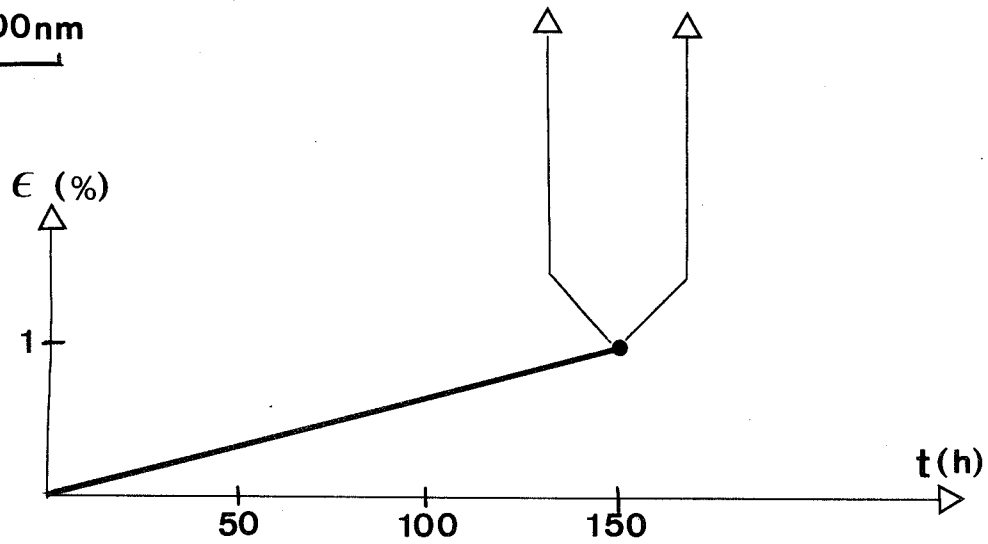


Figure 44

- Structure de dislocation à 1 % de déformation. (M.E.T)

Etat C (matrice "dure", joint "libre")

### III. 1. 3. 3 - Mesure du glissement intergranulaire :

L'exploitation des grilles tracées à la surface des éprouvettes a permis d'évaluer statistiquement le glissement intergranulaire.

#### a - Technique de dépouillement :

Chaque surface a été photographiée, puis reconstituée par montage photo. La lisibilité des planches, grossies 200 fois, n'est toutefois pas excellente, (voir la figure 46).

Chaque intersection de marqueur avec un joint est comptabilisée, (Nt).

Pour les Ng joints qui ont glissé, on relève :

- la classe angulaire à laquelle appartient l'angle  $\psi$  que fait la trace, du joint glissant dans le plan d'observation, avec la direction de la contrainte. (Trois classes ont été choisies :  $0^\circ - 20^\circ$  ;  $70^\circ - 90^\circ$  et  $20^\circ - 70^\circ$ ).

- le décalage  $d$  des marqueurs correspondant au déplacement relatif des grains adjacents, mesuré parallèlement aux joints. Nous avons défini 3 classes de décalage :  $d_p < 1,5 \text{ mm}$  ;  $1,5 \text{ mm} \leq d_m \leq 3 \text{ mm}$  et  $d_g > 3 \text{ mm}$ . Ce qui correspond, du fait du grandissement utilisé ( $\times 200$ ) à des glissements réels respectifs de : " $d_p$ "  $< 7,5 \mu\text{m}$  ;  $7,5 \mu\text{m} \leq "d_m" \leq 15 \mu\text{m}$  et " $d_g$ "  $> 15 \mu\text{m}$ .

On procède ainsi dans deux directions, parallèlement et perpendiculairement à la contrainte (voir la figure 47). Le fait de mesurer dans deux directions permet une meilleure analyse du glissement. En effet, les traits tracés sur la longueur de l'éprouvette favorisent la mesure sur les joints perpendiculaires à la contrainte, alors que ceux tracés sur la largeur complète la méthode en contrôlant ceux qui sont plutôt parallèles à l'axe de la contrainte.

#### b - Résultats

300 à 1500 points de mesure ont été réalisés par éprouvettes. Pour les essais à rupture nous avons réalisé les mesures dans des zones situées au delà de  $\sim 2 \text{ mm}$  de la fracture. Pour les essais interrompus, les mesures ont été effectuées dans un large domaine situé de part et d'autre du centre de la face de l'éprouvette. Les résultats sont synthétisés dans les tableaux suivants :

## Nombre de joints

	Nt	Ng (0°-20°)	Ng (20°-70°)	Ng (70°-90°)	Ng (total)	Ng/Nt
Etat A (matrice "douce" joint "chargé")						
$\varepsilon \sim 3,5\%$	1499	37	143	58	238	16 %
$\varepsilon \sim 8\%$	717	37	141	22	200	28 %
Etat B (matrice "dure" joint "chargé")						
$\varepsilon \sim 1\%$	1154	9	32	18	59	5 %
$\varepsilon \sim 1,5\%$	672	3	32	5	40	6 %
Etat D (matrice "douce" joint "libre")						
$\varepsilon \sim 3\%$	308	6	18	4	28	9 %

## Nombre de décalages

Pour la classe angulaire 0°-20°	dp	dm	dg
Etat A (matrice "douce" joint "chargé")			
$\varepsilon \sim 3,5\%$	37	0	0
$\varepsilon \sim 8\%$	34	3	0
Etat B (matrice "dure" joint "chargé")			
$\varepsilon \sim 1\%$	9	0	0
$\varepsilon \sim 1,5\%$	3	0	0
Etat D (matrice "douce" joint "libre")			
$\varepsilon \sim 3\%$	6	0	0

Nombre de décalages

Pour la classe angulaire 20°-70°	dp	dm	dg
Etat A (matrice "douce" joint "chargé") $\varepsilon \sim 3,5 \%$ $\varepsilon \sim 8 \%$	135 96	7 26	1 19
Etat B (matrice "dure" joint "chargé") $\varepsilon \sim 1 \%$ $\varepsilon \sim 1,5 \%$	31 30	1 2	0 0
Etat D (matrice "douce" joint "libre") $\varepsilon \sim 3 \%$	11	7	0

Nombre de décalages

Pour la classe angulaire 70°-90°	dp	dm	dg
Etat A (matrice "douce" joint "chargé") $\varepsilon \sim 3,5 \%$ $\varepsilon \sim 8 \%$	58 19	0 2	0 1
Etat B (matrice "dure" joint "chargé") $\varepsilon \sim 1 \%$ $\varepsilon \sim 1,5 \%$	18 5	0 0	0 0
Etat D (matrice "douce" joint "libre") $\varepsilon \sim 3 \%$	4	0	0

avec dp ----> décalages < 7,5  $\mu\text{m}$   
dm ----> décalages 7,5  $\mu\text{m}$  < dm < 15  $\mu\text{m}$   
dg ----> décalages > 15  $\mu\text{m}$

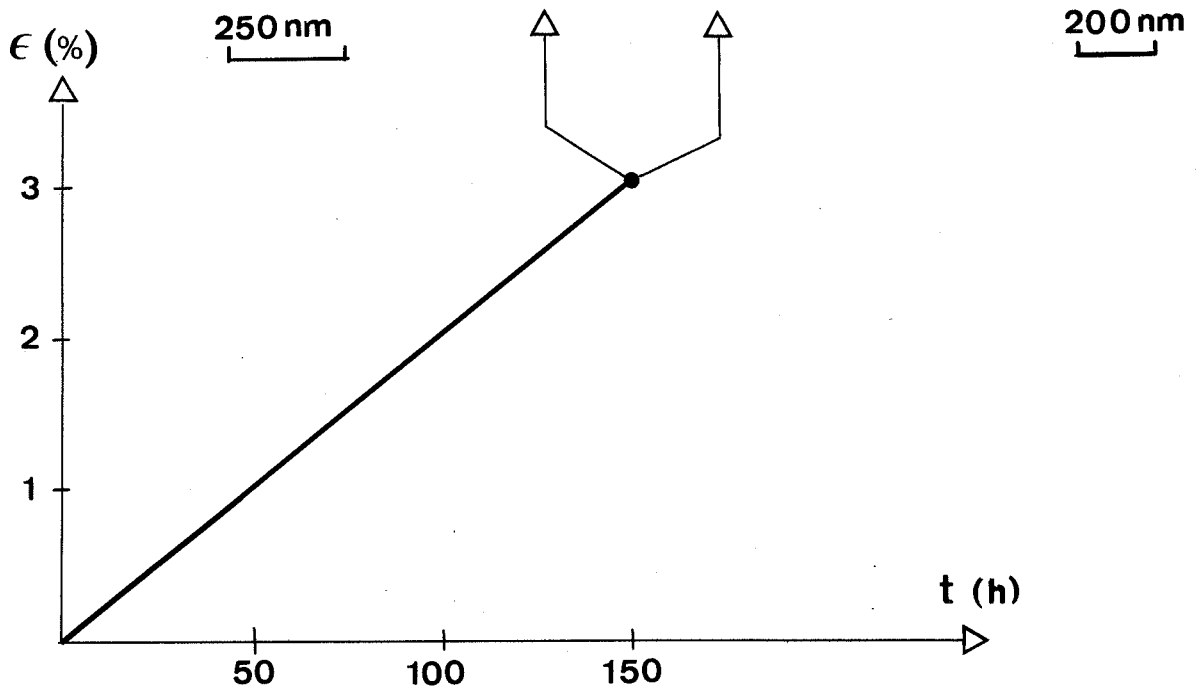
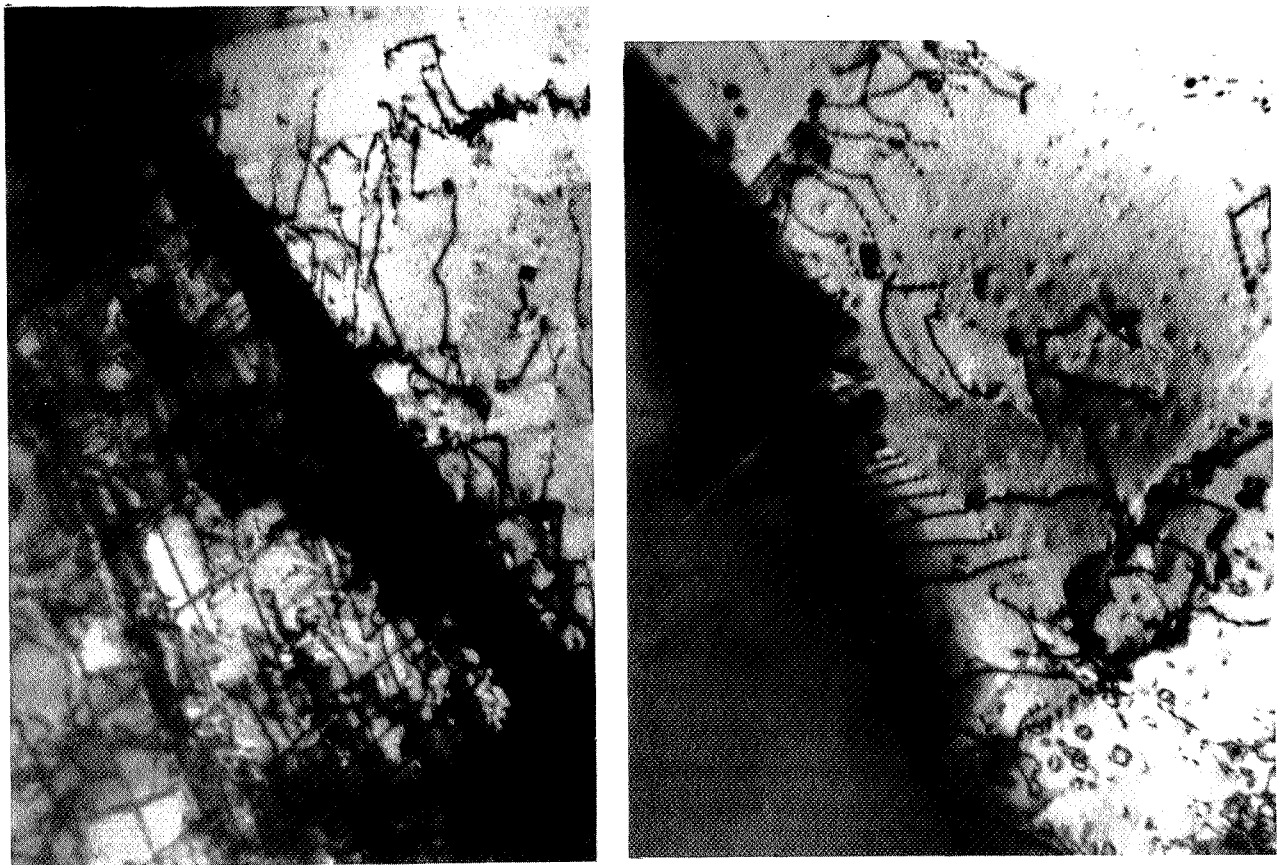


Figure 45

- Structure de dislocation à 3 % de déformation. (M.E.T)

Etat D (matrice "douce", joint "libre").



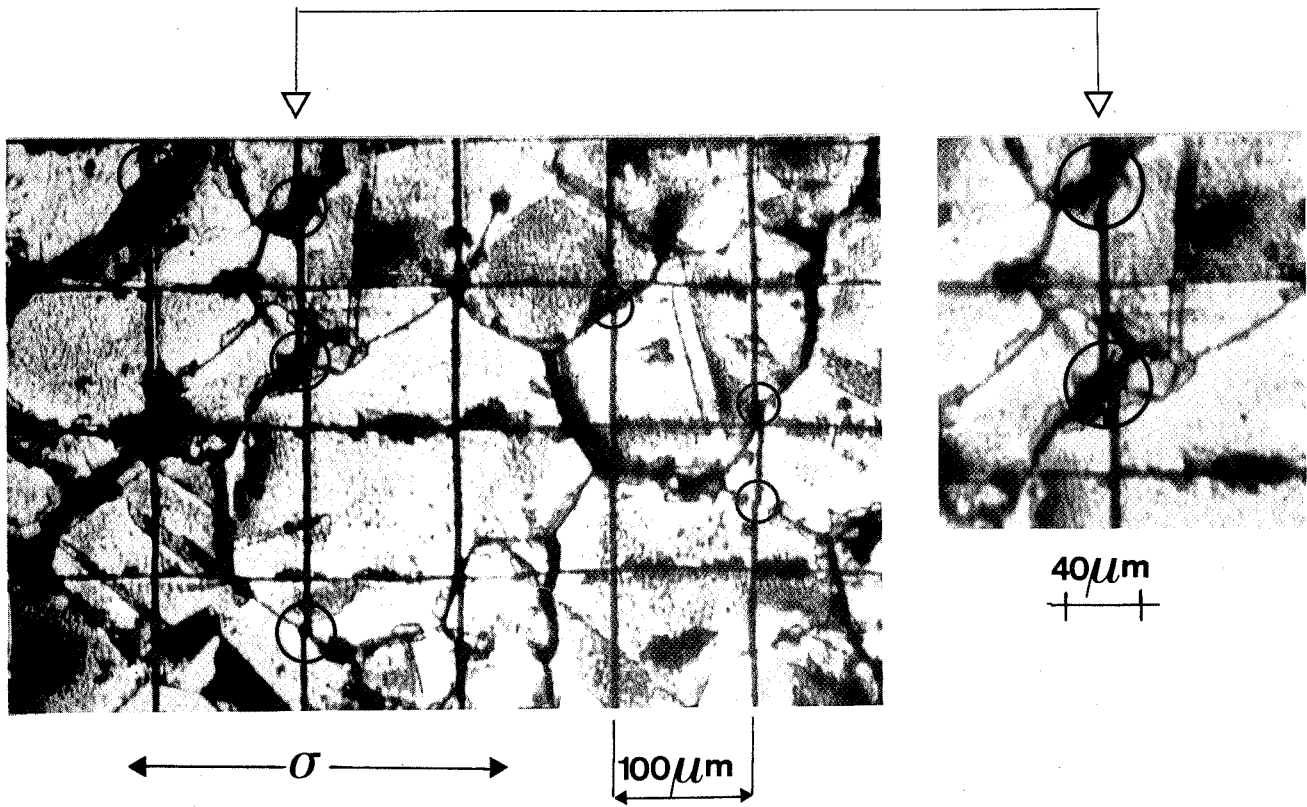


Figure 46 - Exemple d'un résultat obtenu après fluage.

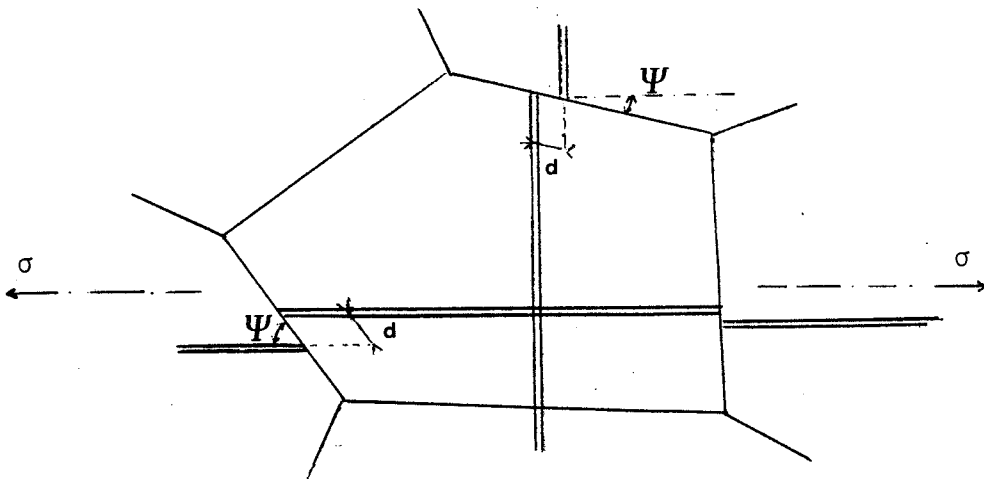


Figure 47 - Technique de dépouillement.

De ces valeurs on peut déduire les courbes :

$$(N_g / N_t) = f(\epsilon) \quad (\text{voir la figure 48})$$

et les histogrammes donnant le pourcentage de joints glissants pour une classe angulaire en fonction de leur amplitude de glissement (voir les figures 49 à 51).

A la vue de l'ensemble des résultats, 3 premières remarques s'imposent :

- Le glissement intergranulaire n'est pas nul à  $0^\circ$  et  $90^\circ$ , et il passe par un maximum situé vers  $45^\circ$ . Ce résultat est en accord avec ceux de la littérature.

- Pour un même état matriciel ("doux", A et D) et à déformation identique, un joint "chargé" conduirait à un taux de glissement supérieur à celui d'un joint libre. Cette remarque est en désaccord avec les nombreuses observations de LE NAOUR /21/ pour l'acier 316. La différence s'explique simplement par une statistique trop faible pour l'état D, due à une surface d'éprouvette anormalement oxydée.

- La plupart des glissements observés ont une amplitude faible. On peut noter toutefois que le nombre de joints glissants avec une amplitude plus élevée croît avec la déformation ou / et le caractère glissile du joint (faible précipitation intergranulaire et angle  $\psi$  appartenant à la classe angulaire centrée sur  $45^\circ$ ).

Dans le chapitre suivant nous allons étudier l'endommagement intergranulaire et nous pourrons alors relier le rapport  $(N_g / N_t)$  à une mesure de cet endommagement.

### III. 1. 3. 4 - Caractérisation et mesure de l'endommagement intergranulaire

#### a - Observations au microscope à balayage des surfaces de rupture

Les examens des surfaces de rupture des éprouvettes des 4 états étudiés révèlent l'existence d'un mode de rupture essentiellement intergranulaire, (voir les figures 52 et 53).

On note tout de même une différence de faciès entre les matériaux à matrice "douces" (A et D, figure 52) et ceux à matrice "dure" (B et C, figure 53).

Dans le premier cas, les grains sont arrondis et présentent des surfaces lisses.

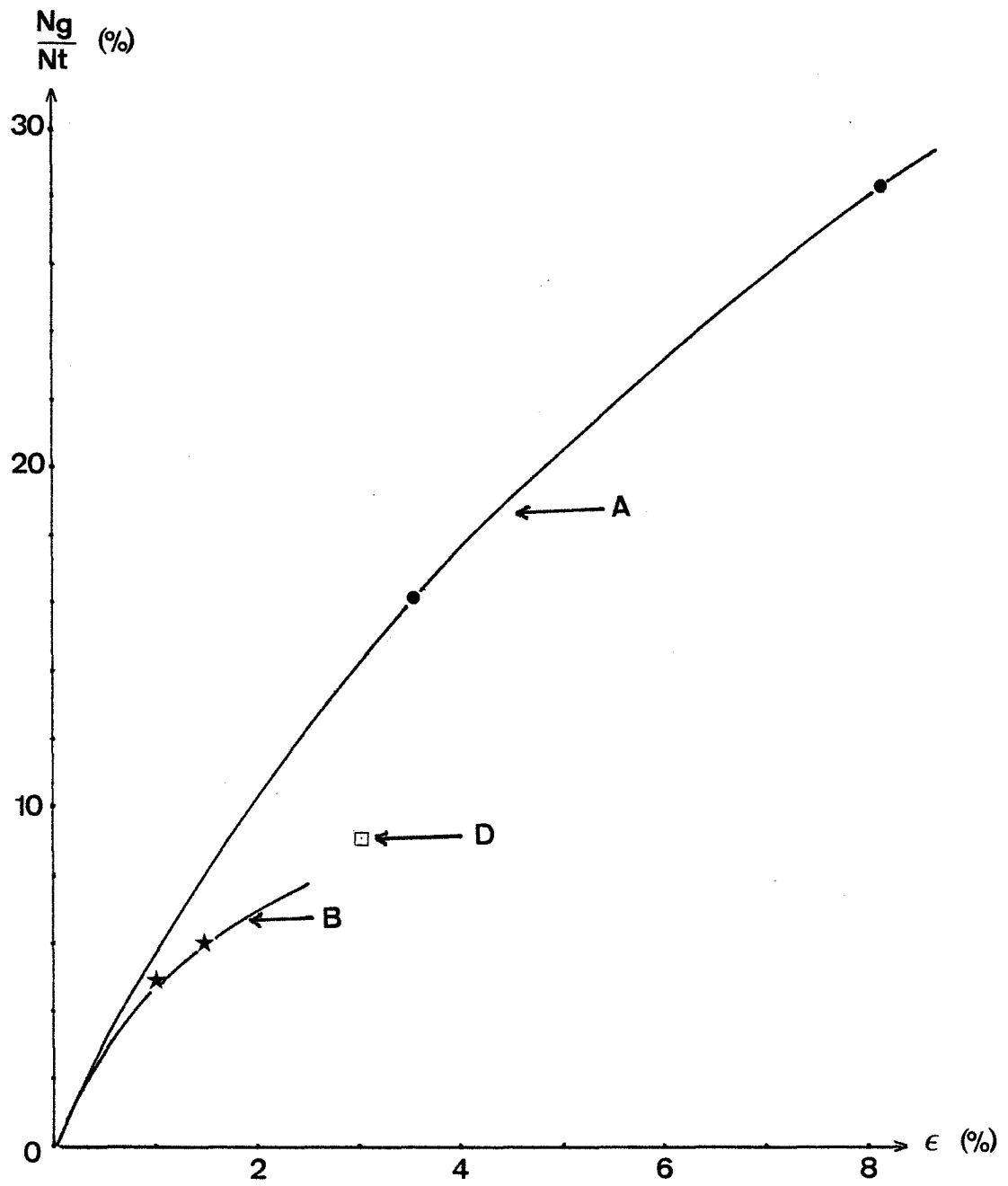


Figure 48

- Rapport du nombre de joints glissants sur le nombre total de joints en fonction de la déformation

état A : matrice "douce", joint "chargé"

état B : matrice "dure", joint "chargé"

état C : matrice "dure", joint "libre"

état D : matrice "douce", joint "libre".

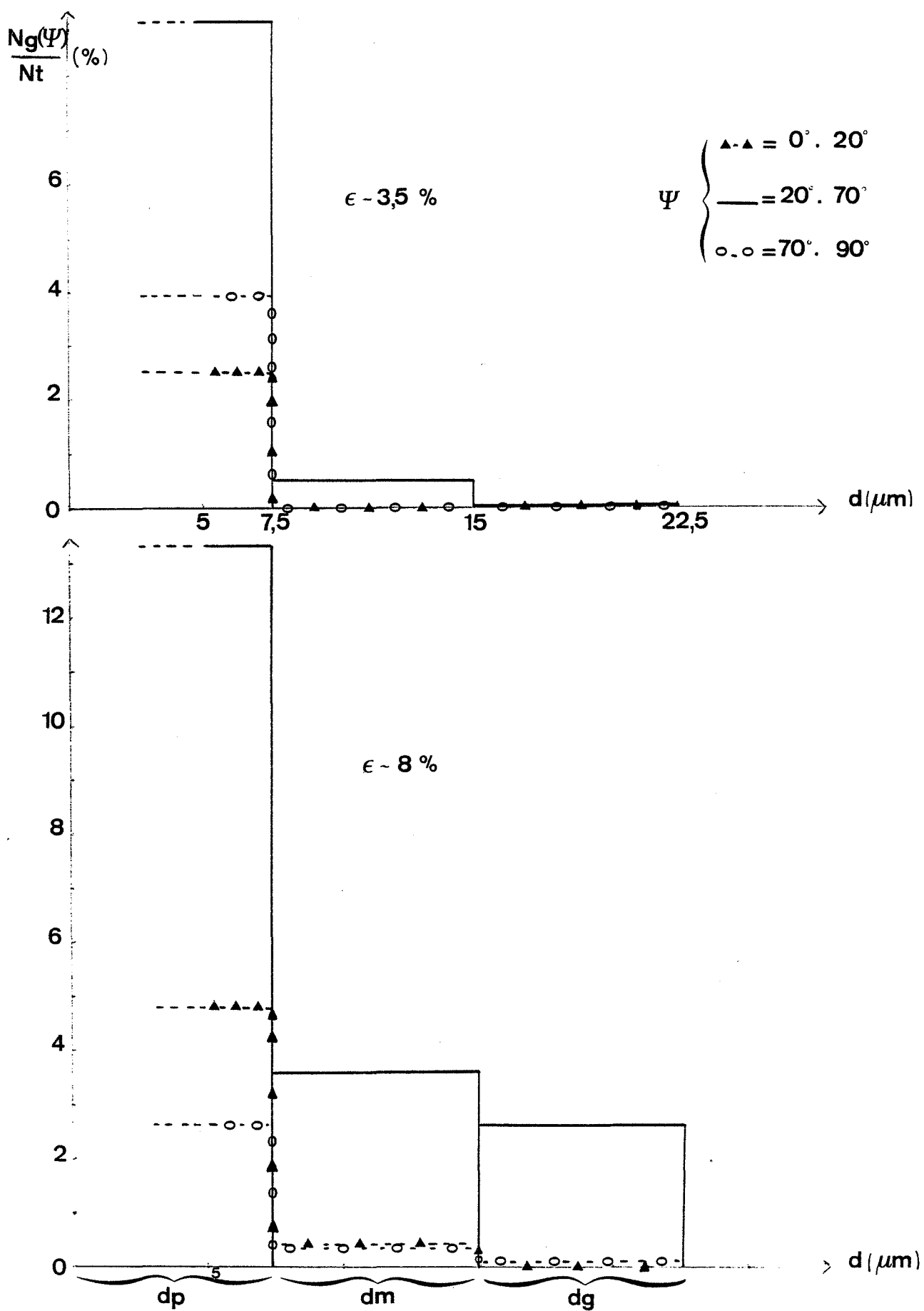


Figure 49 - Histogrammes : pourcentages des joints glissants en fonction de leur amplitude de glissement.

Etat A (matrice "douce", joint "chargé").

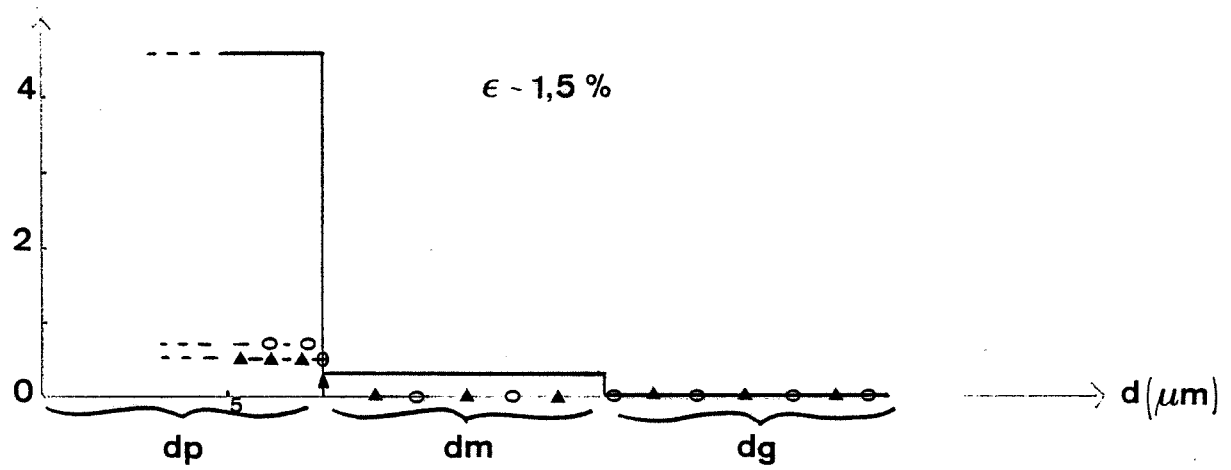
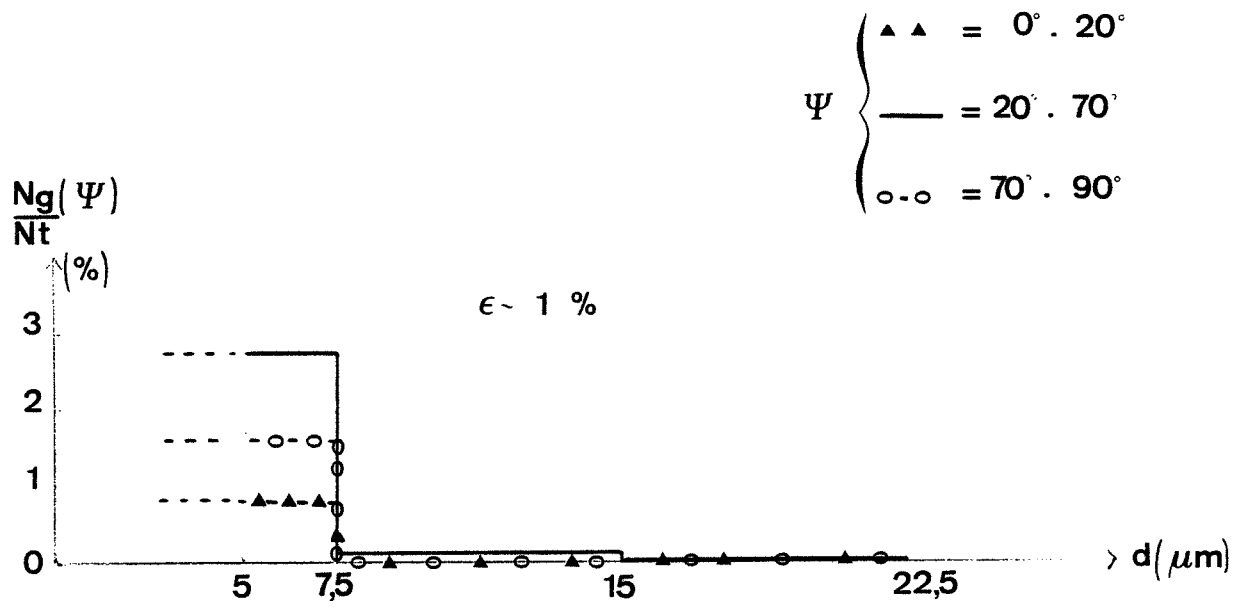


Figure 50 - Histogrammes : pourcentages des joints glissants en fonction de leur amplitude de glissement.

Etat B (matrice "dure", joint "chargé")

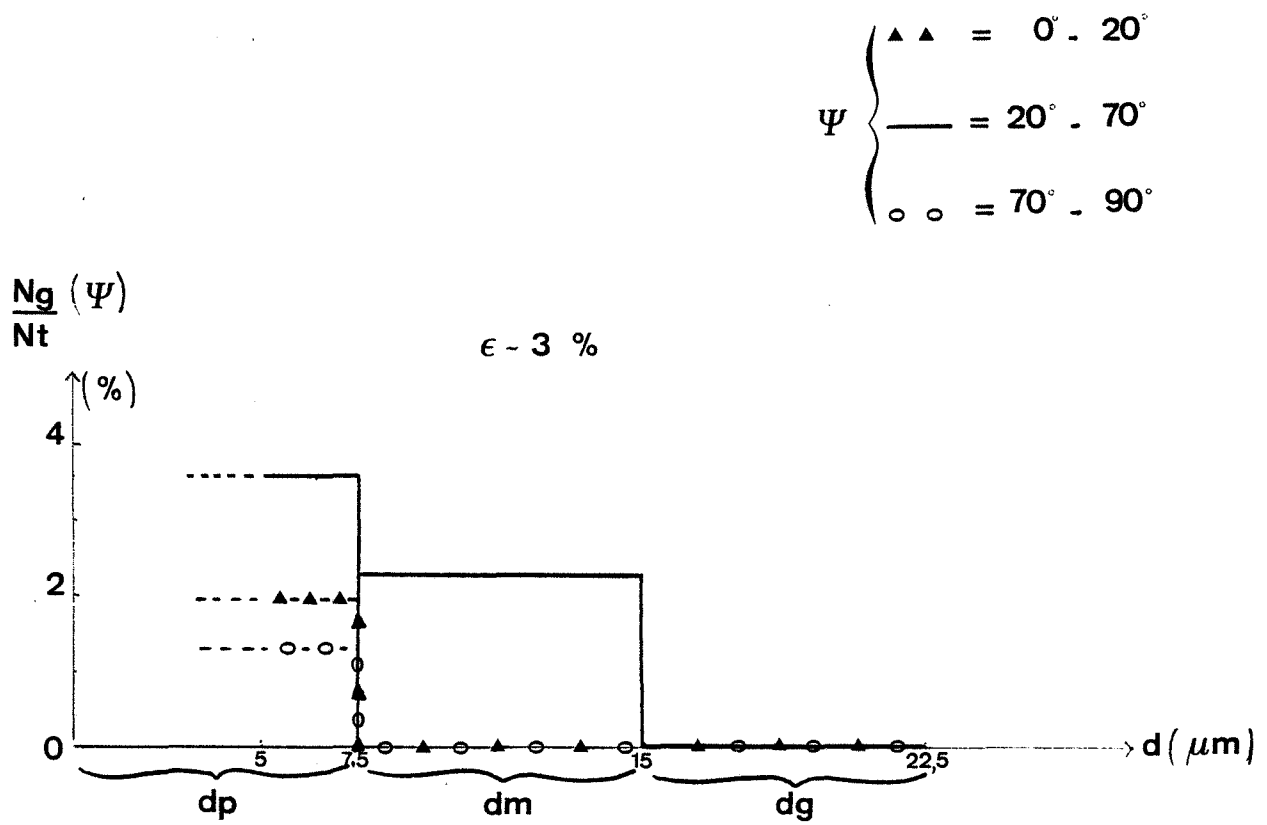


Figure 51

- Histogrammes : pourcentages des joints glissants en fonction de leur amplitude de glissement.

Etat D (matrice "douce", joint "libre")





20  $\mu\text{m}$

état A



10  $\mu\text{m}$

50  $\mu\text{m}$

état D

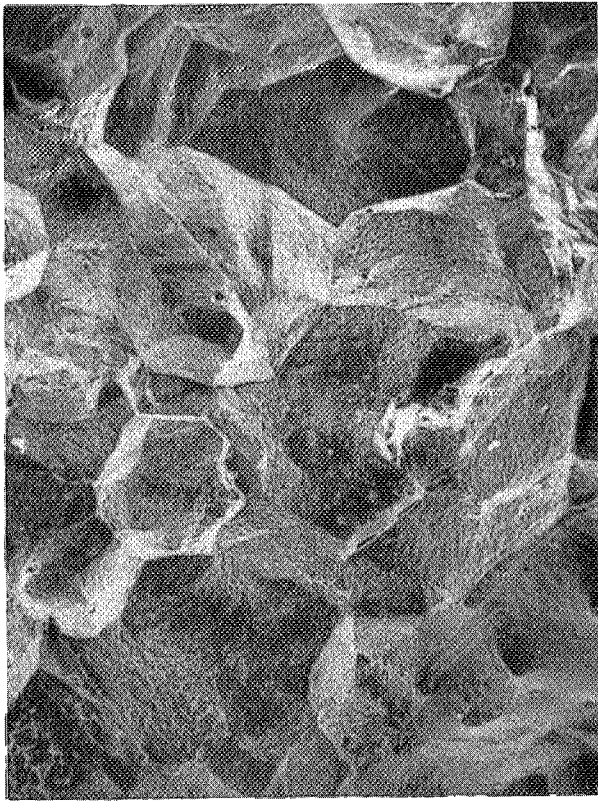
10  $\mu\text{m}$



Figure 52

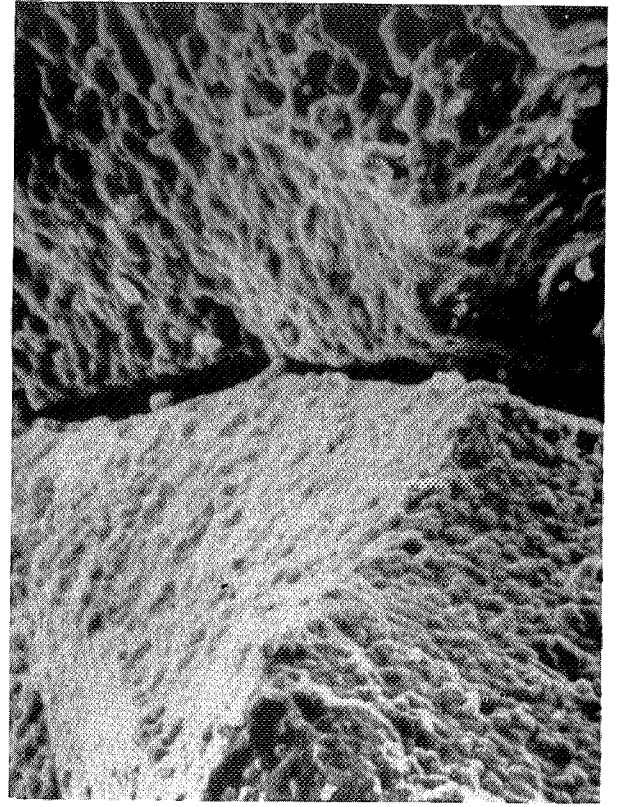
- Faciès de rupture des éprouvettes, états "doux" (A et D). M.E.B.



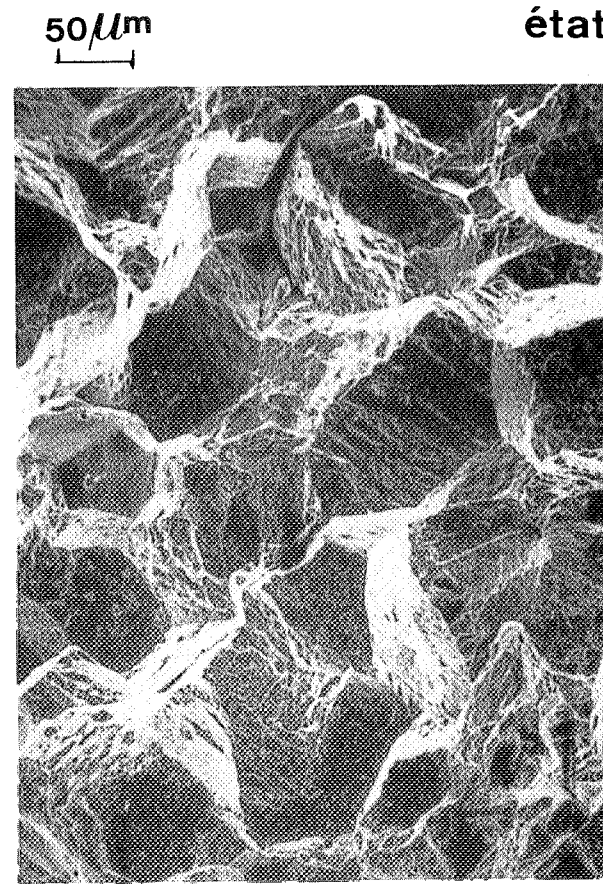


50  $\mu$ m

état B

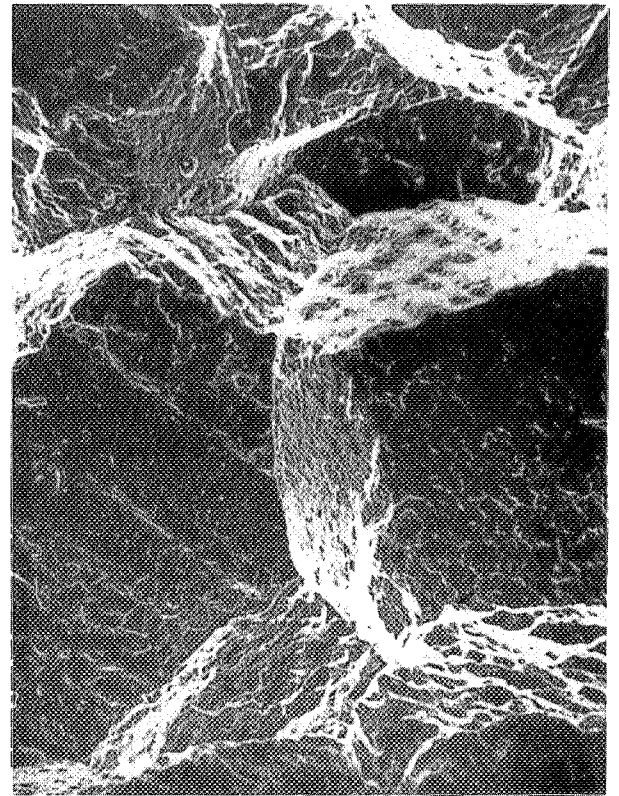


5  $\mu$ m



50  $\mu$ m

état C



20  $\mu$ m

Figure 53 - Faciès de rupture des éprouvettes, états "durs" (B et C). M.E.B.

Dans l'autre cas, les ruptures sont anguleuses et les surfaces striées.

Cette différence est évidemment à rapprocher de la différence de ductilité entre les matériaux, les états "doux" possédant une ductilité à rupture plus élevée (mais du même ordre de grandeur) que les états "durs".

#### **b - Observation au microscope optique de coupes longitudinales polies des éprouvettes de fluage**

La figure 54 présente à un faible grossissement l'aspect d'une coupe longitudinale polie d'une éprouvette d'Alliage 800 grade II (état D) parvenue à rupture sous 140 MPa à la température de 650° C. La technique de préparation des échantillons est développée en annexe 3.2.1.

On observe clairement des décohésions à l'intérieur de l'éprouvette, surtout au voisinage de la rupture. Il n'existe pas apparemment de fissure profonde amorcée à partir de la surface.

Après une attaque électrolytique fine (voir les figures 55 et 9, et l'annexe 3), il s'avère que les décohésions intergranulaires se présentent sous l'aspect de cavités ou de microfissures dans des joints de grains approximativement perpendiculaires à la direction de la traction.

Les autres éprouvettes de fluage observées offrent un aspect semblable à cette description.

Il nous a paru intéressant de présenter également l'évolution de l'endommagement au cours du fluage à 650° C. Un exemple de cette évolution est montré sur la figure 56 pour le matériau "doux" aux joints "chargés".

Toutefois une compréhension plus fine des mécanismes nécessite à l'évidence, en plus des observations qualitatives, une caractérisation quantitative des décohésions intergranulaires.

#### **c - Analyse de l'endommagement intergranulaire par métallographie quantitative à l'aide d'un analyseur d'images (ARNAUD - MAZILLE /53/)**

Cette analyse a été effectuée sur les 4 états, à différents taux de déformation.

Chaque échantillon est examiné à l'aide d'un microscope optique ZEISS couplé à un analyseur d'images KONTRON SEM - IPS.

Des plages repérées, de dimension 1 x 0,7 mm environ sont successivement acquises et traitées avec un facteur de grossissement de 250. La série de traitements est développée en annexe 3.2.2.

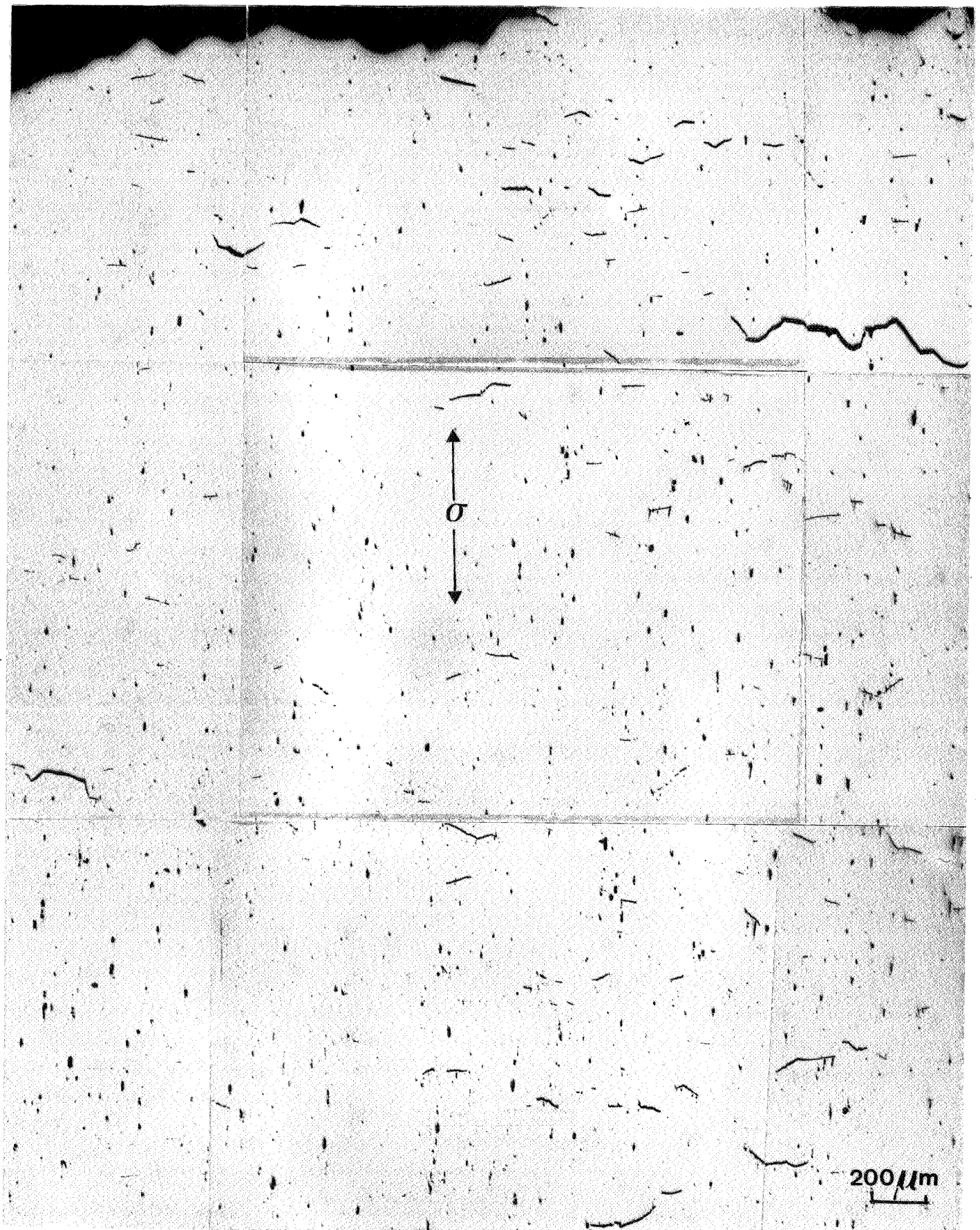


Figure 54 - Coupe longitudinale d'une éprouvette plate de fluage polie électrolytiquement

Etat D (matrice "douce", joint "libre")  
( $\sigma = 140$  MPa,  $T = 650^\circ$  C,  $T_R = 150$  h)

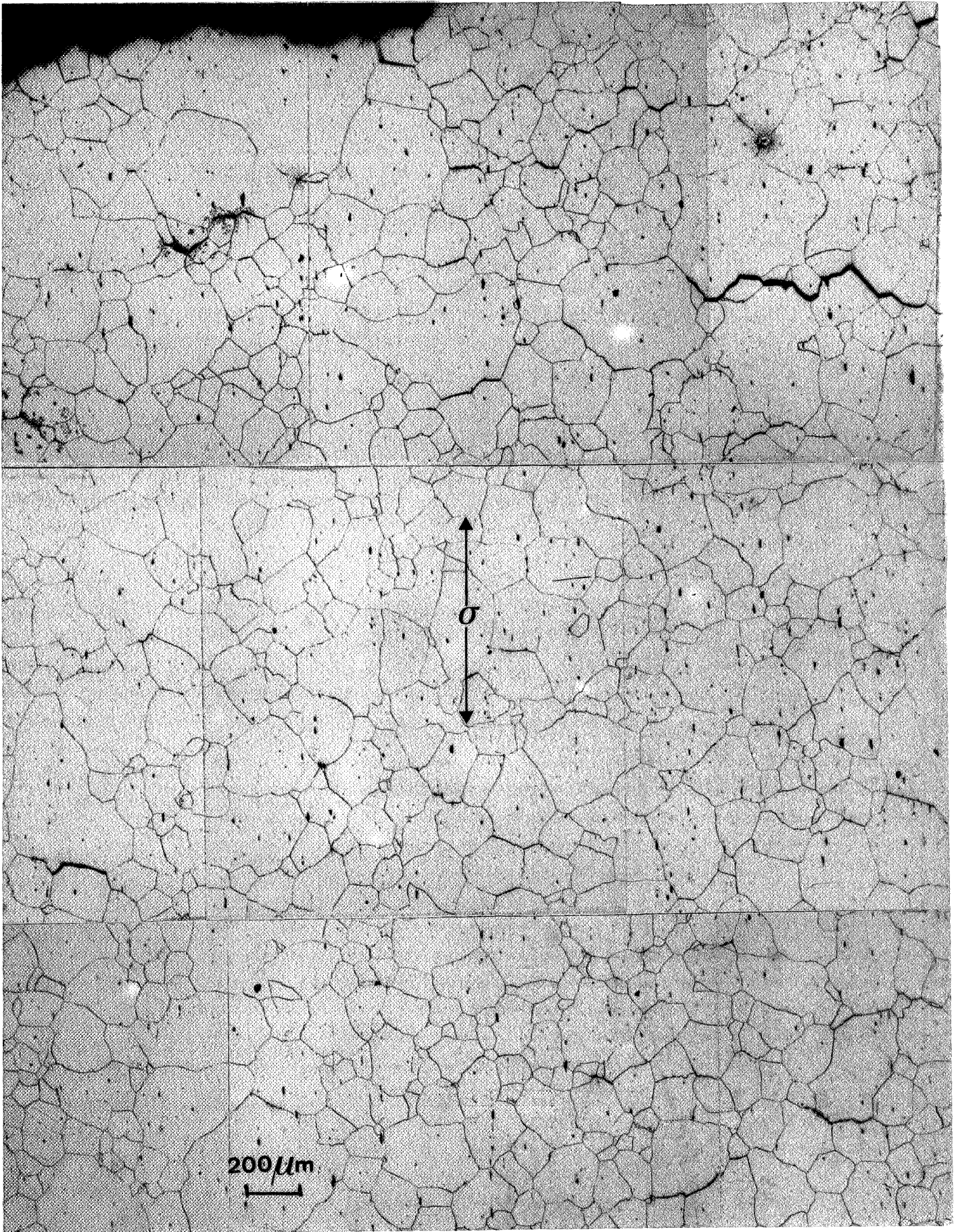


Figure 55 - Coupe longitudinale d'une éprouvette plate de fluage après attaque électrolytique

Etat D (matrice "douce", joint "libre")  
( $\sigma = 140$  MPa,  $T = 650^\circ$  C,  $T_R = 150$  h)

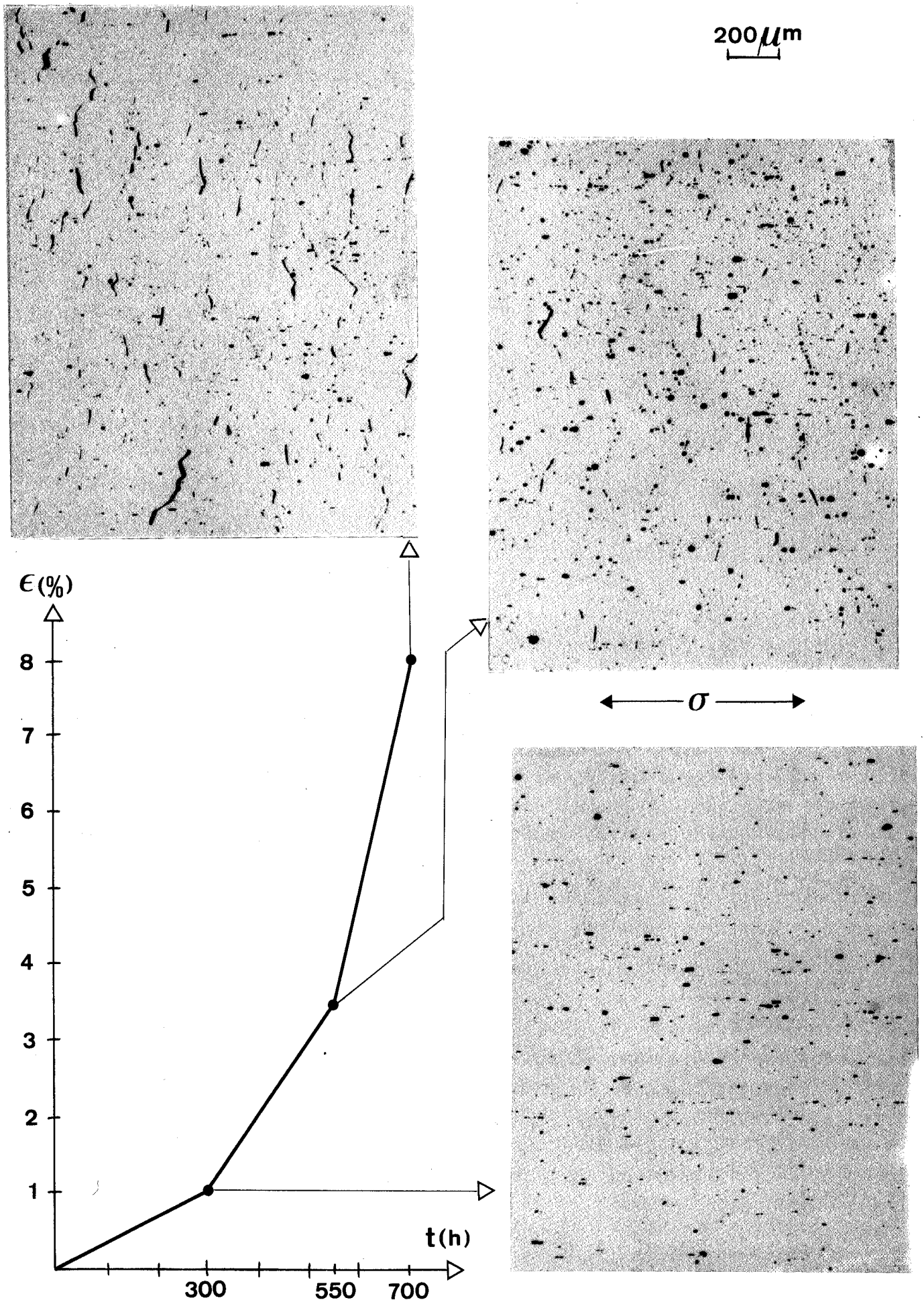


Figure 56

- Evolution de l'endommagement au cours du fluage

Etat A : matrice "douce", joint "chargé"

$T_p = 650^\circ \text{C}$ ,  $\dot{\epsilon} \sim 10^{-4} \text{h}^{-1}$

Sur chaque image, l'on observe à la fois les joints ouverts, plus sombres, et les joints non endommagés, plus clairs. Cette différence en niveau de gris est notre critère de sélection. Le seuil de détection des décohésions a été déterminé expérimentalement : il est de 2/3 du niveau de gris moyen des joints.

Le paramètre d'endommagement retenu est le paramètre D défini par LEVAILLANT /55/ et utilisé par DIBOINE /56/ et YOSHIDA /57/. C'est le rapport de la longueur cumulée  $l_c$  des décohésions intergranulaires visibles sur une plage d'aire S, à la longueur totale  $l_t$  des joints de grains sur cette même aire :  $D = l_c / l_t$

D s'obtient en mesurant la longueur cumulée de chaque type de joint sur le squelette.

Parallèlement à cette mesure de longueur, on recherche l'orientation de la trace des joints ouverts dans le plan d'observation par rapport à la direction de la contrainte. Il suffit pour cela de retirer du squelette tous les points triples et de mesurer la direction moyenne de chacun des tronçons ouverts restants.

#### **d - Résultats**

5 plages par éprouvettes sont exploitées. Leur localisation ainsi que l'ensemble des résultats sont donnés en annexe 3.2.3.

Sur les éprouvettes rompues, comme pour les mesures de glissement intergranulaire (voir chapitre III 133-b), nous avons réalisé celles de l'endommagement dans des zones situées au delà de ~ 2 mm de la fracture. Nous pourrions ainsi relier ces 2 familles de mesure pour tous les essais effectués.

Les histogrammes d'orientation (nombre de joints ouverts en fonction de l'angle entre la trace du joint dans le plan d'observation et la direction de la contrainte) sont donnés en annexe 3.2.4. Ils montrent de façon précise que l'orientation prépondérante des joints endommagés est perpendiculaire à la direction de la contrainte. Ce résultat se retrouve quelque soit le matériau observé et le taux de déformation.

Le tableau suivant synthétise l'ensemble des mesures de longueurs obtenues.

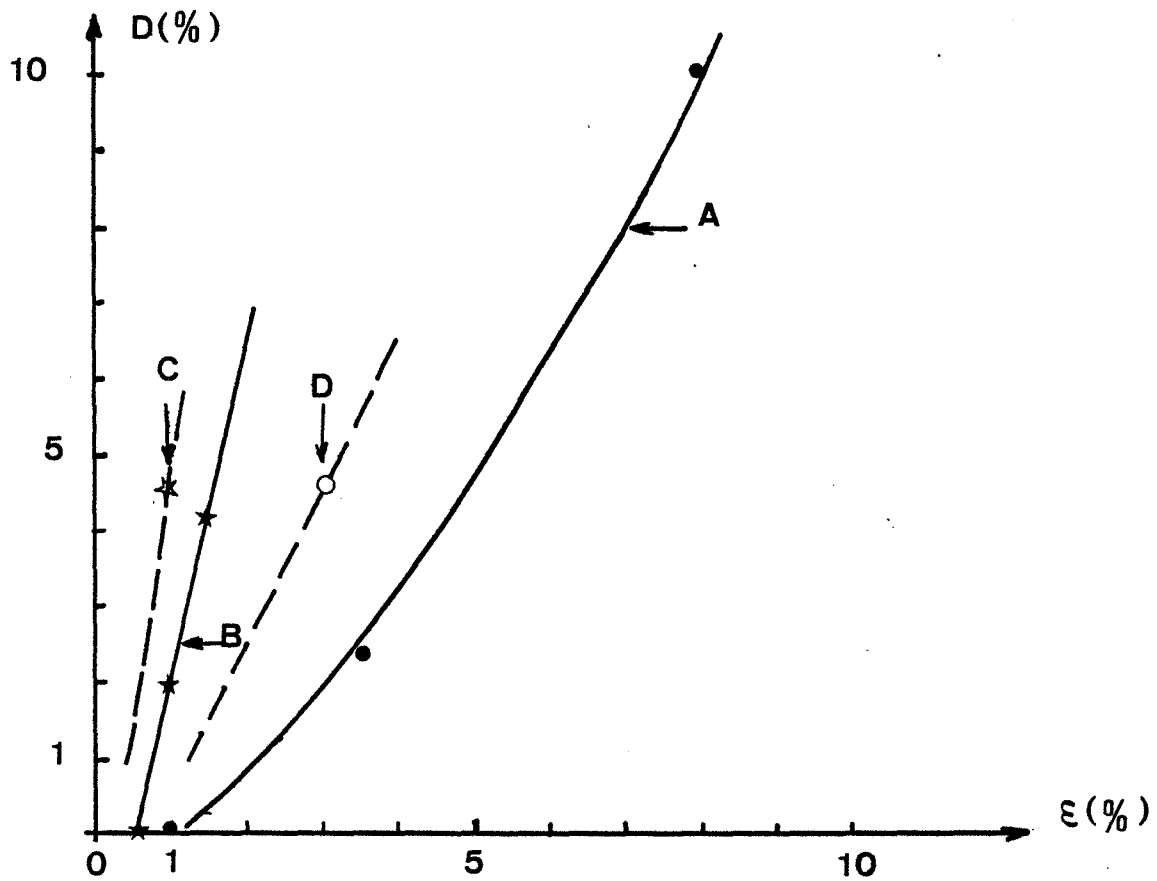
	lc ( $\mu\text{m}$ ) cumul des 5 plages	lt ( $\mu\text{m}$ ) cumul des 5 plages	D = lc / lt (%)
Etat A (matrice "douce" joint "chargé") $\varepsilon \sim 1\%$ $\varepsilon \sim 3,5\%$ $\varepsilon \sim 8\%$	0 1651 7100	— 68 140 70048	0 2,4 10,1
Etat B (matrice "dure" joint "chargé") $\varepsilon \sim 0,6\%$ $\varepsilon \sim 1\%$ $\varepsilon \sim 1,5\%$	0 1336 2986	— 66 736 69 975	0 2 4,3
Etat C (matrice "dure" joint "libre") $\varepsilon \sim 1\%$	2 476	54 197	4,6 %
Etat D (matrice "douce" joint "libre") $\varepsilon \sim 3\%$	2531	54 946	4,6 %

De ces valeurs nous déduisons les courbes :

$$D = f(\varepsilon) \text{ pour les 4 états, (voir la figure 57a)}$$

Ces courbes montrent que :

- l'endommagement croît (de façon approximativement linéaire) avec la déformation
- à même déformation, le taux d'endommagement apparaît d'autant plus important que la capacité d'accommodation des contraintes par la matrice est faible (cas des matériaux renforcés par la phase  $\gamma'$ ) et que le glissement intergranulaire est favorisé (matériaux décarbures possédant par conséquent une faible densité de précipités intergranulaires).



état A : matrice "douce", joint "chargé"

état B : matrice "dure", joint "chargé"

état C : matrice "dure", joint "libre"

état D : matrice "douce", joint "libre".

Figure 57 a - Variation du paramètre d'endommagement  $D = l_c / l_t$  en fonction de la déformation



Nous représentons sur la figure 57b l'évolution du paramètre d'endommagement  $D$  avec le rapport  $N_g/N_t$ . Mais du fait de la relation quasi-linéaire (surtout pour les faibles déformations) qui existe entre  $N_g/N_t$  et la déformation (voir la figure 48) cette nouvelle évolution du paramètre  $D$  ne semble pas apporter d'information supplémentaire.

La méthode de mesure de la longueur des joints sur une plage unique, que l'on vient d'utiliser, permet un calcul direct du paramètre d'endommagement. Elle évite la détermination métallographique indirecte de la longueur moyenne totale des joints de grains, délicate pour un matériau peu homogène comme le nôtre. Elle permet également une localisation précise de l'endommagement intergranulaire par rapport à l'axe de traction. Cette technique nécessite par contre un travail de préparation des échantillons très soigné. En particulier l'attaque électrolytique doit être dosée avec précision pour que tout en révélant un maximum de joints, elle ne masque pas les décohésions intergranulaires.

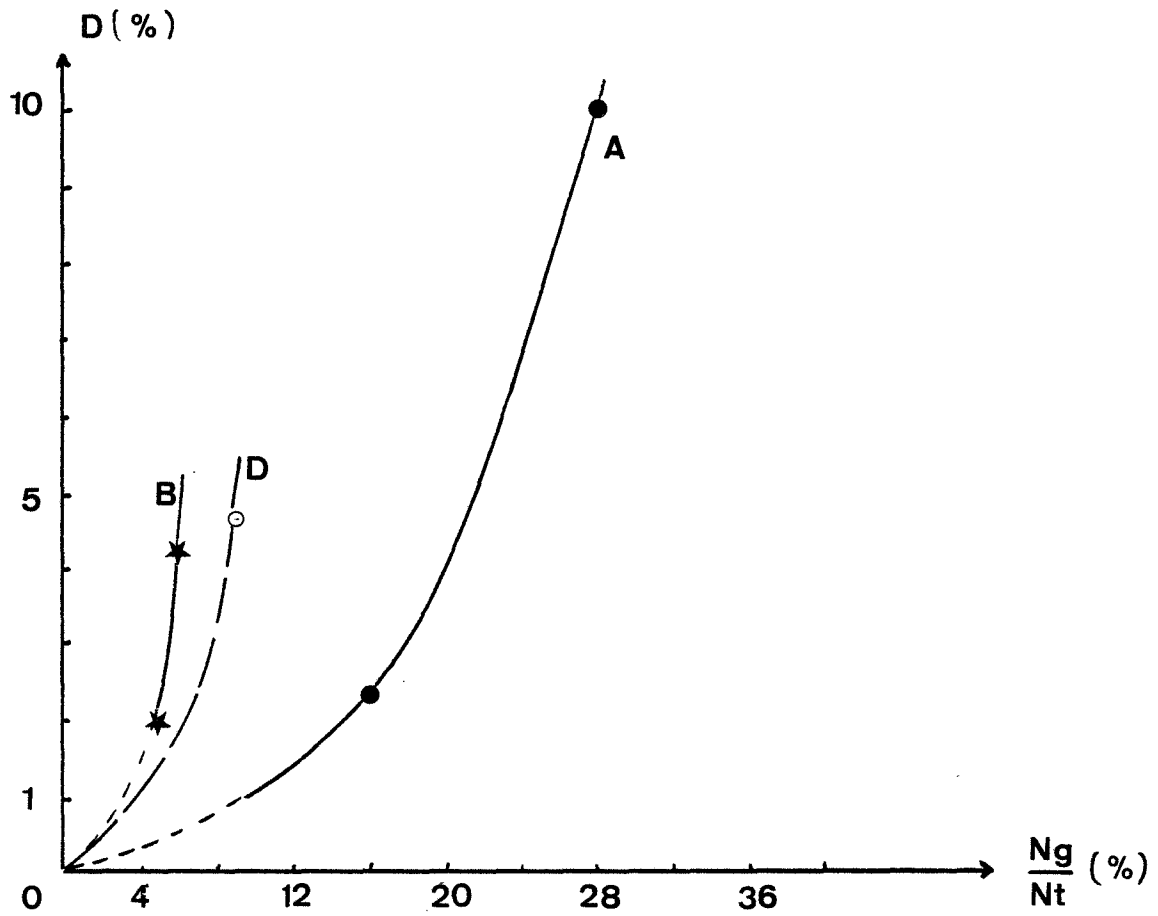


Figure 57 b - Variation du paramètre d'endommagement  $D = l_c / l_t$  en fonction du rapport  $N_g / N_t$ .

### III. 2 Endommagement localisé :

Dans ce chapitre nous allons présenter notre étude sur la propagation de fissure en fluage. Après avoir indiqué la procédure expérimentale suivie et les résultats mécaniques obtenus, nous exposerons notre analyse microstructurale des zones proches du front de fissure.

#### III.2.1 Présentation du matériau et conduite des essais

##### III.2.1.1 - Matériau

###### a) Présentation

Il nous a paru intéressant d'effectuer ces essais de propagation de fissure sur le matériau représentatif du générateur de vapeur de Super Phénix en cours d'utilisation.

Les résultats de diffusion des neutrons aux petits angles obtenus par MATHIOT et ROBERT /58/ montrent qu'un traitement de vieillissement à 575° C pendant quelques centaines d'heures conduit à une précipitation de la phase  $\gamma'$  de rayon moyen égal à 3,5 nm. Selon leur analyse la dimension de cette phase  $\gamma'$  doit être analogue à celle que l'on obtiendra au cours de la marche normale du générateur de vapeur.

Nous avons donc choisi comme matériau, l'Alliage 800 Grade I (diamètre moyen des grains ~ 13  $\mu\text{m}$ ) de la coulée IMPHY WD 107 (voir le chapitre III. 1.1.2a) traité à 575° C pendant 500 h.

###### b) Caractéristiques mécaniques :

Nous ne disposons que des propriétés mécaniques de fluage des états grade I "122" et "133" élaborés par CREUSOT-LOIRE, dont la teneur en Ti + Al est égale à 0,62 % et est inférieure à celle de notre matériau d'étude (0,77 %).

Sur la figure 58 on a tracé l'évolution de la contrainte et de l'allongement à rupture en fonction du temps à rupture d'après les résultats de ROBERT /59/, obtenus à la suite d'essais de fluage à 550° C sur l'état "133" vieilli 5000 h à 550° C (traitement équivalent à un recuit de 500 h à 575° C /59/).

On remarque une diminution monotone importante de la ductilité à rupture avec le temps à rupture

Ces résultats ont permis également d'identifier les coefficients de la loi de fluage secondaire (à 550° C) :

$$\dot{\epsilon} \text{ (en h}^{-1}\text{)} = 4,95 \cdot 10^{-36} \cdot \sigma^{12,135}, \text{ (}\sigma \text{ en MPa)}$$

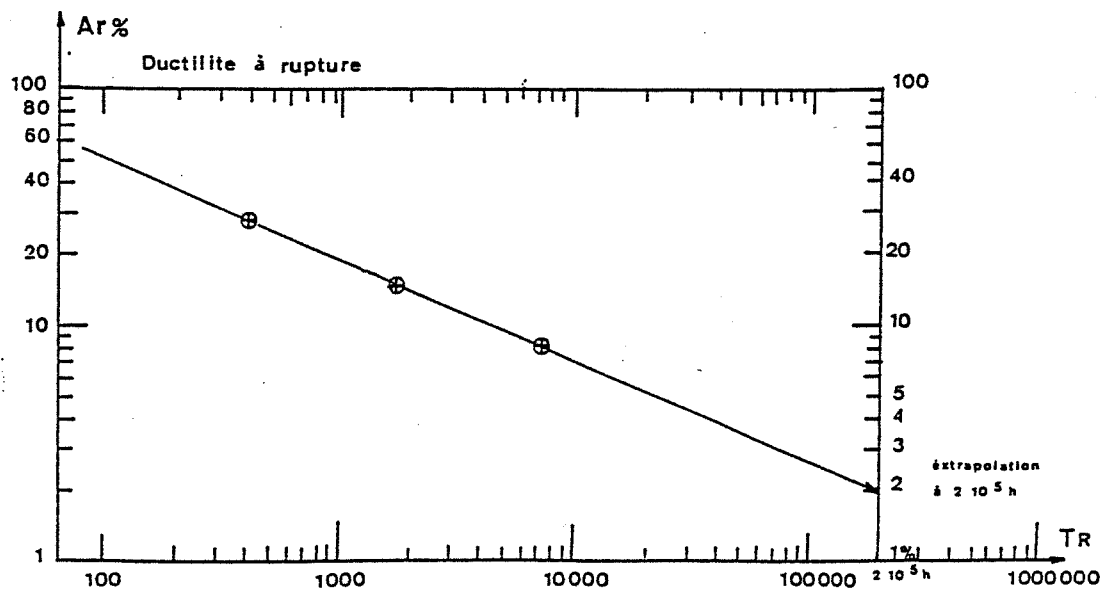
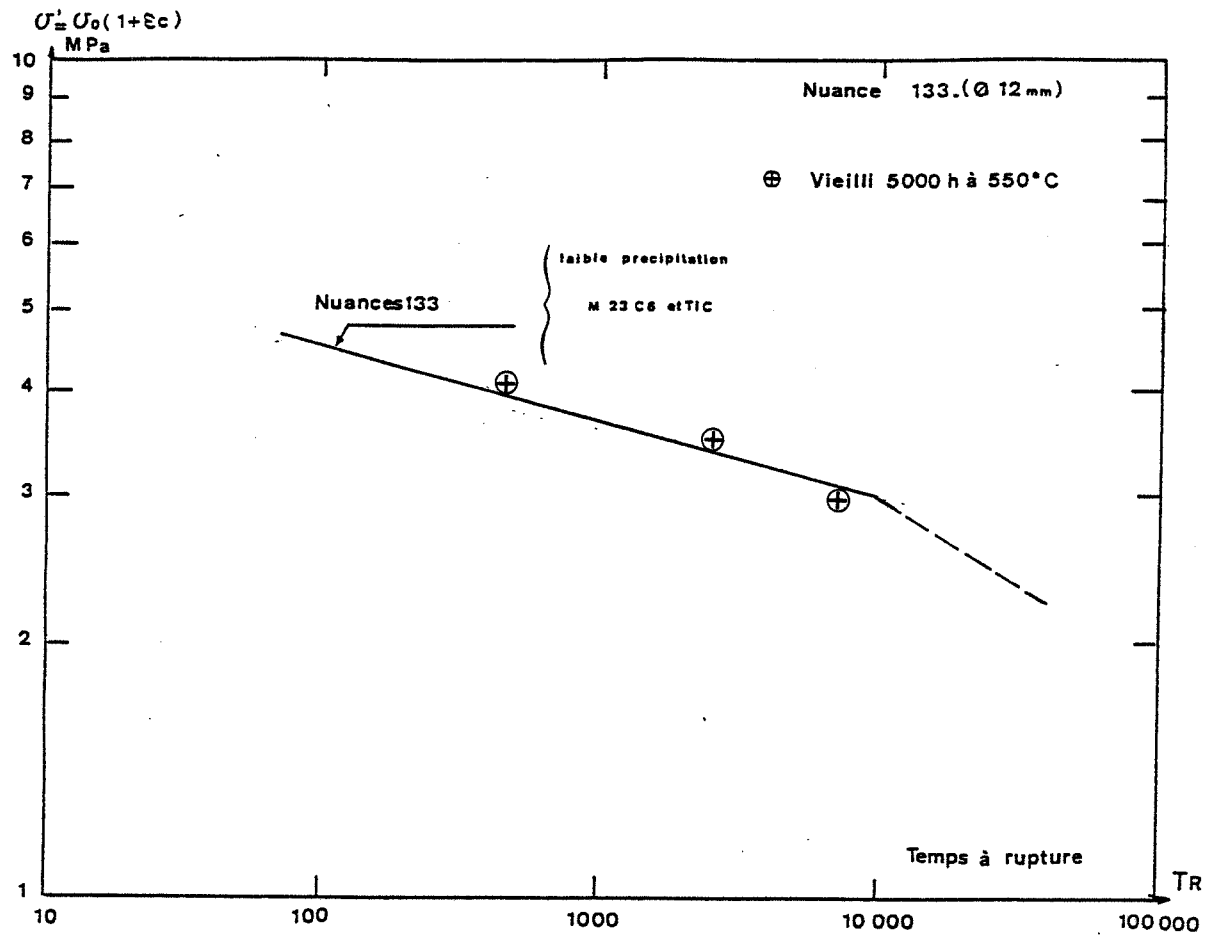


Figure 58 - Evolution de la contrainte et de l'allongement à rupture en fonction du temps à rupture, ( $T_p = 550^\circ \text{C}$ ) (nuance 133 vieillie 5000 h à  $550^\circ \text{C}$ ) d'après ROBERT [59]

### III.2.1.2 - Conduite des essais

#### a) Géométrie de l'éprouvette.

Les travaux de YOSHIDA /57/ sur l'acier 316 L, après ceux de DIBOINE /56/ et LEVAILLANT /55/ ont montré que les surfaces de rupture par fluage à 600° C d'éprouvettes entaillées, axisymétriques avec un profil de fond d'entaille circulaire, présentent un faciès mixte avec une zone de rupture ductile et une autre intergranulaire.

Dans le cas des éprouvettes FLE 1 et FLE 0.1 (rayon d'entaille = 1 mm et 0,1 mm respectivement) la rupture intergranulaire se situe sur la couronne extérieure, près de l'entaille, tandis que la rupture ductile se produit au centre de l'éprouvette.

Leurs examens métallographiques ont par ailleurs révélé que la cavitation intergranulaire est maximale dans les zones où l'examen fractographique présente un faciès intergranulaire.

Ils ont également montré, à partir de calculs numériques, que la plus grande contrainte principale  $\Sigma$  a une évolution similaire à celle de l'endommagement, son maximum se déplaçant progressivement du bord de l'entaille vers le centre de l'éprouvette.

Dans l'optique de l'étude de l'endommagement localisé en pointe de fissure, ces résultats nous ont donc orienté vers le choix d'une éprouvette axisymétrique avec une acuité d'entaille élevée de type FLE 0.1, (voir la figure 59).

De plus nos résultats pourront être ultérieurement exploités car cette géométrie n'implique pas d'hypothèse de calcul (contrainte plane ou déformation plane) lors d'une simulation numérique à deux dimensions.

#### b) Instrumentation des éprouvettes

Les éprouvettes sont instrumentées pour permettre la mesure des 2 paramètres :

$V$  = le potentiel correspondant à une longueur "a" de fissure,

$\delta$  = le déplacement des points d'application de la charge, au cours des essais de propagation.

##### b1) Suivi électrique de fissure

Un courant stabilisé de 5A est amené par les tirants à travers l'éprouvette, (voir les conditions expérimentales en annexe 4.1). L'on recueille par 2 électrodes serties de part et d'autre de l'entaille, une différence de potentiel, qui correspond à une augmentation de résistance quand la

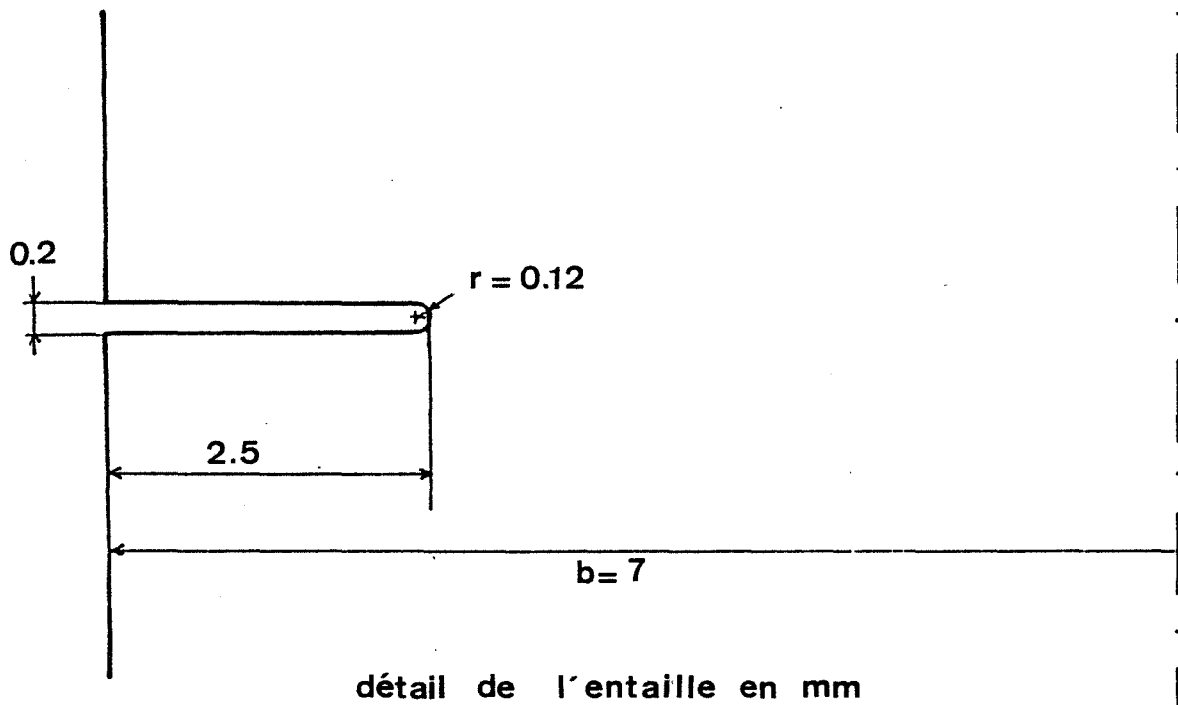
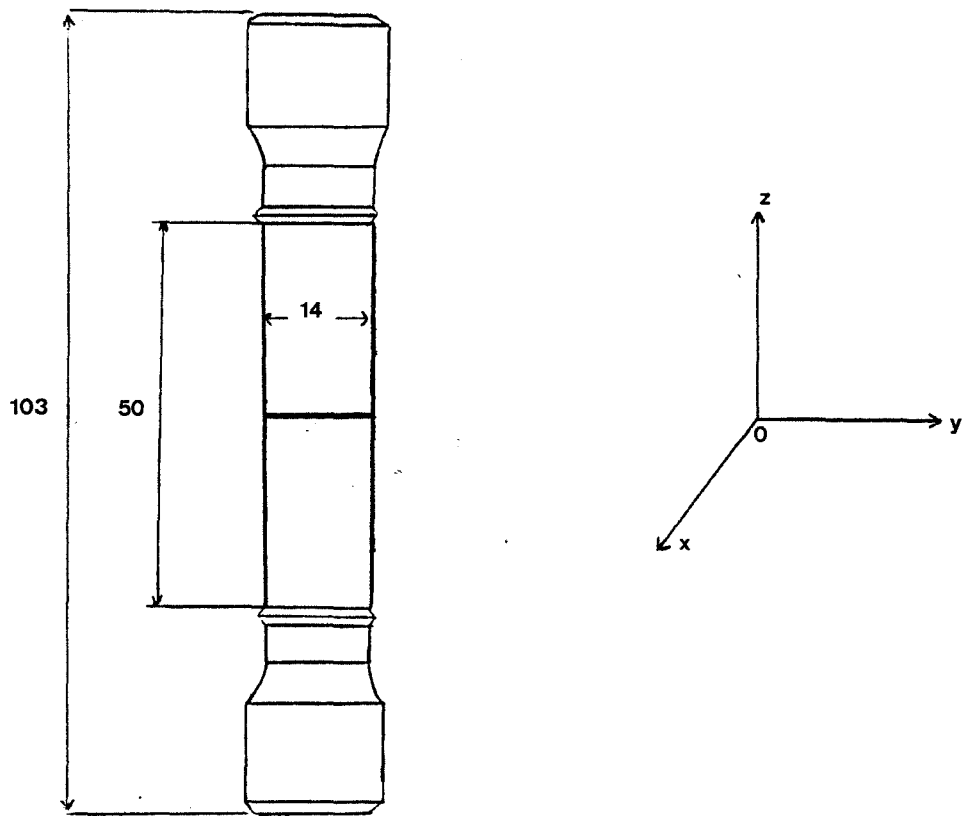


Figure 59 - Epruvette axisymétrique entaillée pour essais de fissuration en fluage (détails).

fissure se propage. Les schémas de principe de fixation des électrodes sont donnés à la figure 60.

Les essais interrompus nous ont permis de relier les valeurs de différence de potentiel lues sur notre suiveur de fissure Analogique Numérique Système aux mesures physiques d'avancée de fissure (moyenne).

b2) Mesure des déplacements des points d'application de la charge :

$\delta$  est mesuré à l'aide d'un capteur inductif placé sur le fléau de la machine de fluage tel que nous le montrons schématiquement à la figure 61.

III.2.1.3 - Conditions expérimentales des essais

L'éprouvette axisymétrique entaillée de type FLE 0.1 est montée sur une machine de fluage MAYES modifiée. Cette machine a été rigidifiée et isolée partiellement (voir l'annexe 4.1).

Elle est équipée d'un four à 3 zones indépendantes, la régulation en température est assurée à  $\pm 1^\circ \text{C}$ .

Les essais de propagation de fissure sont réalisés à  $550^\circ \text{C}$ . La mise en charge des éprouvettes s'effectuent 24 heures après la mise en température du four. Lors du chargement qui ne dure que quelques minutes, la vitesse de mise en charge n'est pas contrôlée.

Deux chargements ont été essentiellement testés : 2200 daN et 2500 daN correspondant à des  $\sigma_{\text{net}}$  initiales de 350 et 400 MPa.

Les conditions expérimentales initiales de chaque essai sont récapitulées dans le tableau suivant :

Eprouvette N°	R (mm)	a (mm)	T (°C)	P (N)	$\sigma_{\text{net}} = P / \pi R^2$ (MPa)
1	4,47	2,53	550	22000	350
2	4,46	2,54	550	22000	352
3	4,47	2,53	550	21900	349
4	4,46	2,54	550	22000	352
6	4,49	2,51	550	25000	395
8	4,49	2,51	550	25300	399
9	4,5	2,5	550	25320	398
10	4,5	2,5	550	22320	351
11	4,5	2,5	550	28620	450
12	4,5	2,5	550	19070	300



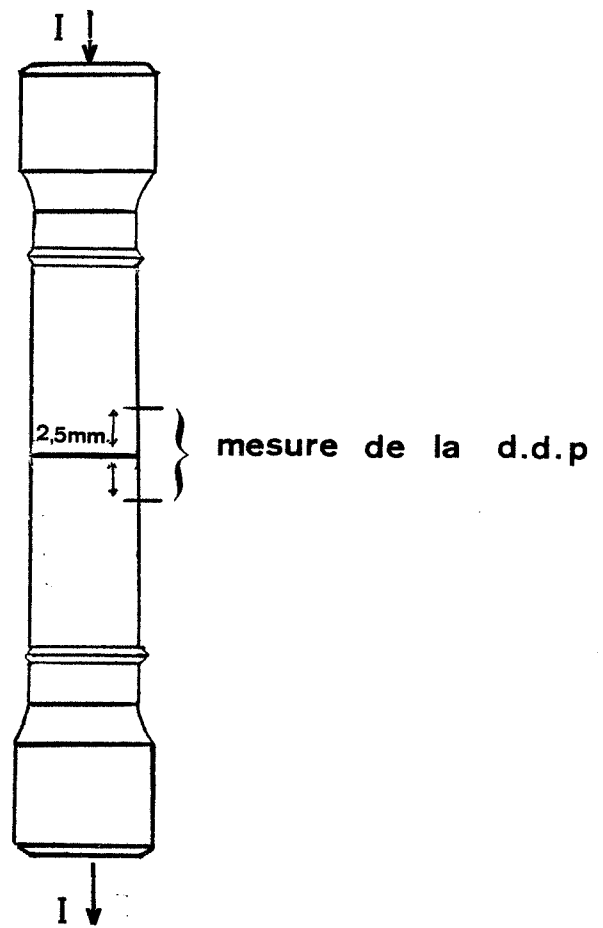


Figure 60 - Schéma de fixation des électrodes pour les mesures d'avancée de fissure.

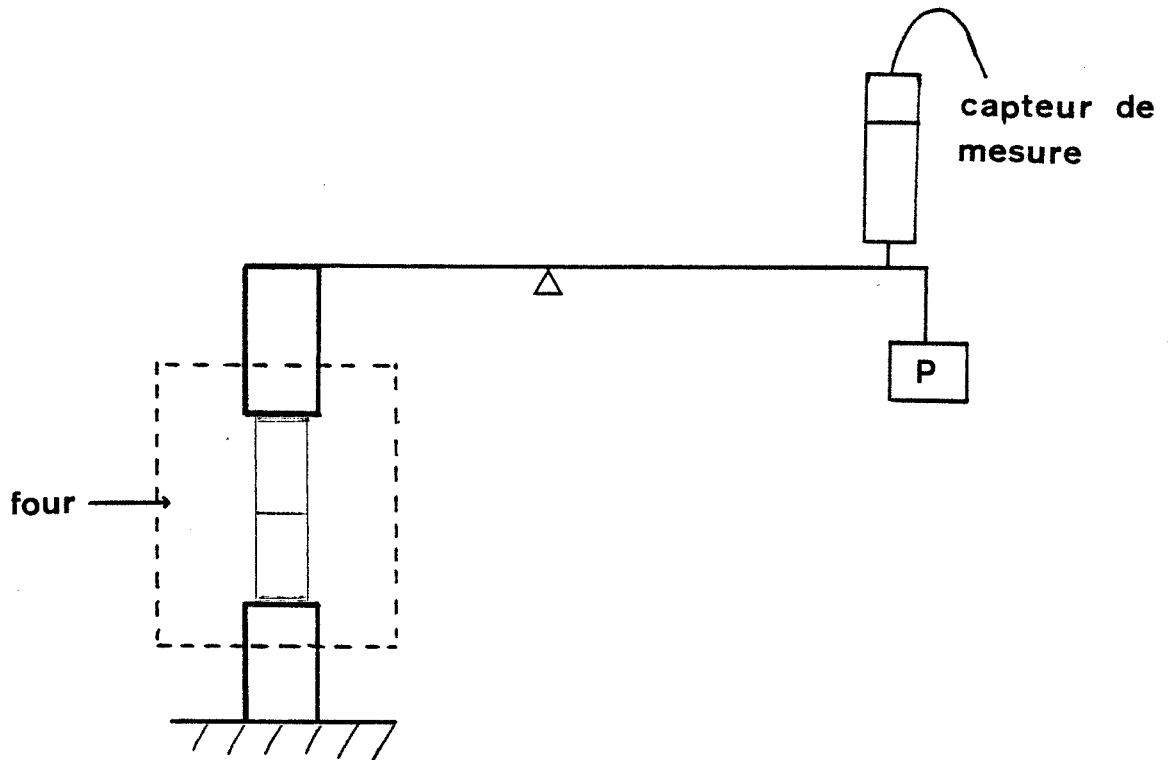


Figure 61 - Schéma de principe de mesure des déplacements des points d'application de la charge.

### III.2.2 - Analyse des Essais Mécaniques

#### III.2.2.1 - A la mise en charge

Afin de simuler de façon précise la courbe de mise en charge  $P(\delta)$ , nous avons réalisé un essai de traction à 550° C sur une éprouvette axisymétrique instrumentée d'Alliage 800 veilli 500 h à 575° C, (voir la figure 62).

Cette courbe montre que la charge limite  $P_y$  est égale à 2400 daN. Seules les éprouvettes pour lesquelles la charge appliquée est supérieure à  $P_y$  sont donc en plasticité généralisée à la fin de la mise en charge.

#### III.2.2.2 - Au cours de l'essai de fluage

Dans ce chapitre nous présentons tout d'abord les courbes expérimentales vraies, à savoir les courbes reliant la différence de potentiel  $V$  et le déplacement  $\delta$  au temps  $t$ .

Ensuite, après avoir défini un critère d'amorçage de la fissure, nous étudions les corrélations possibles entre le temps à l'amorçage  $T_i$  et les différents paramètres de chargement mécanique ( $\sigma_{net}, \sigma_{ref}, K, C^*$ ).

Enfin, après avoir tracé les courbes reliant la longueur de fissure "a" au temps  $t$ , nous obtenons des corrélations entre la vitesse de propagation ( $da / dt$ ) et les mêmes paramètres de chargement.

##### a) Allure générale des courbes $V(t)$ , $a(t)$ et $\delta(t)$

Les courbes  $V(t)$ ,  $a(t)$  et  $\delta(t)$  obtenues pour chaque essai instrumenté sont reportées en annexe 4.2.

##### a1) Remarques sur les courbes $V(t)$ :

Sur la figure 63 nous avons représenté l'allure de  $V(t)$ .

- Le point initial O correspond à la fin de la mise en charge.
- On observe une légère augmentation du signal électrique au début de l'essai. On peut considérer que cette variation du potentiel ne traduit pas un endommagement du matériau mais une mise à l'équilibre du signal (MASS /2/, SOLIGNAC /60/).

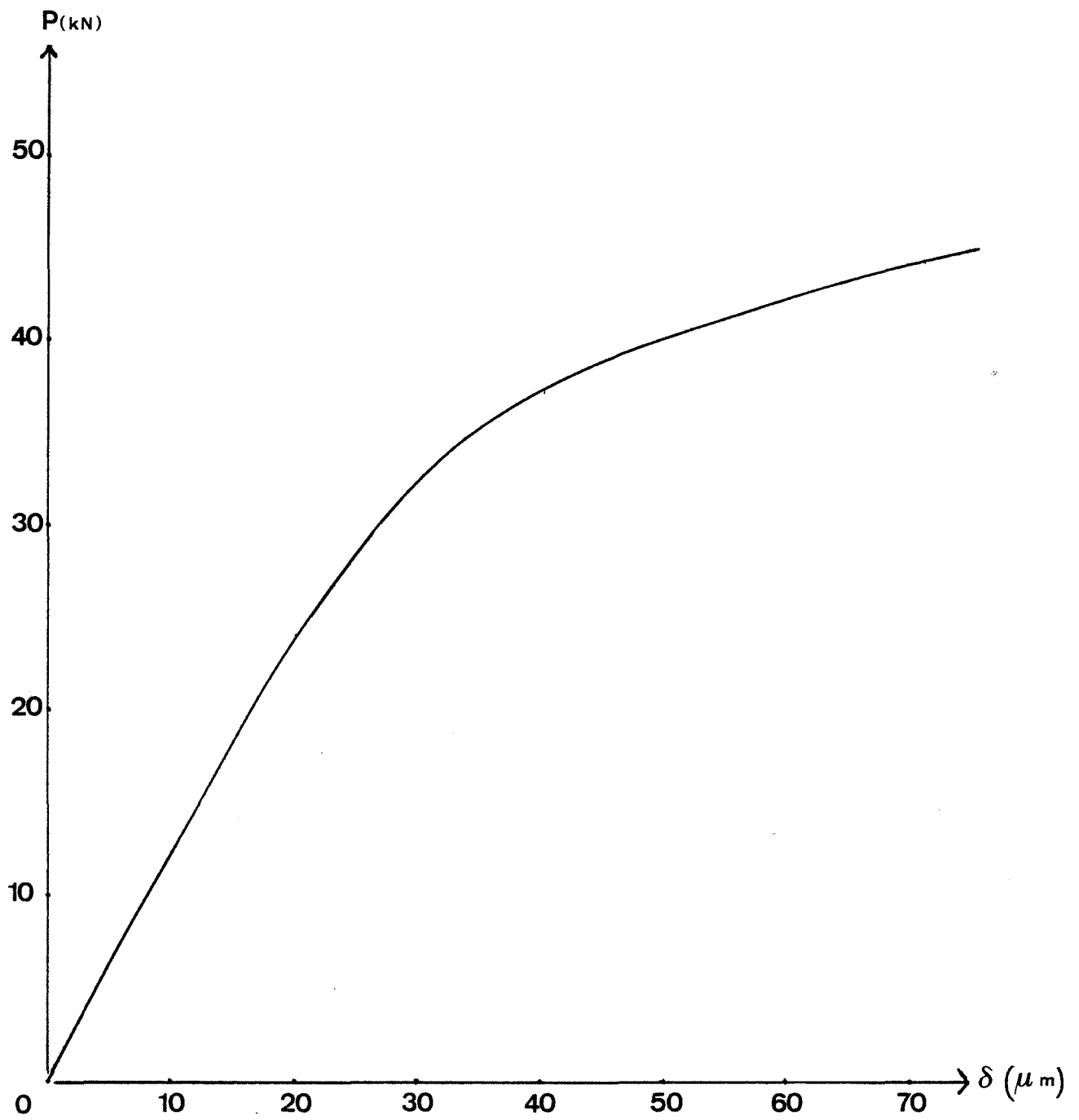


Figure 62 - Courbe  $P(\delta)$  de mise en charge d'après un essai de traction à  $550^\circ\text{C}$ .

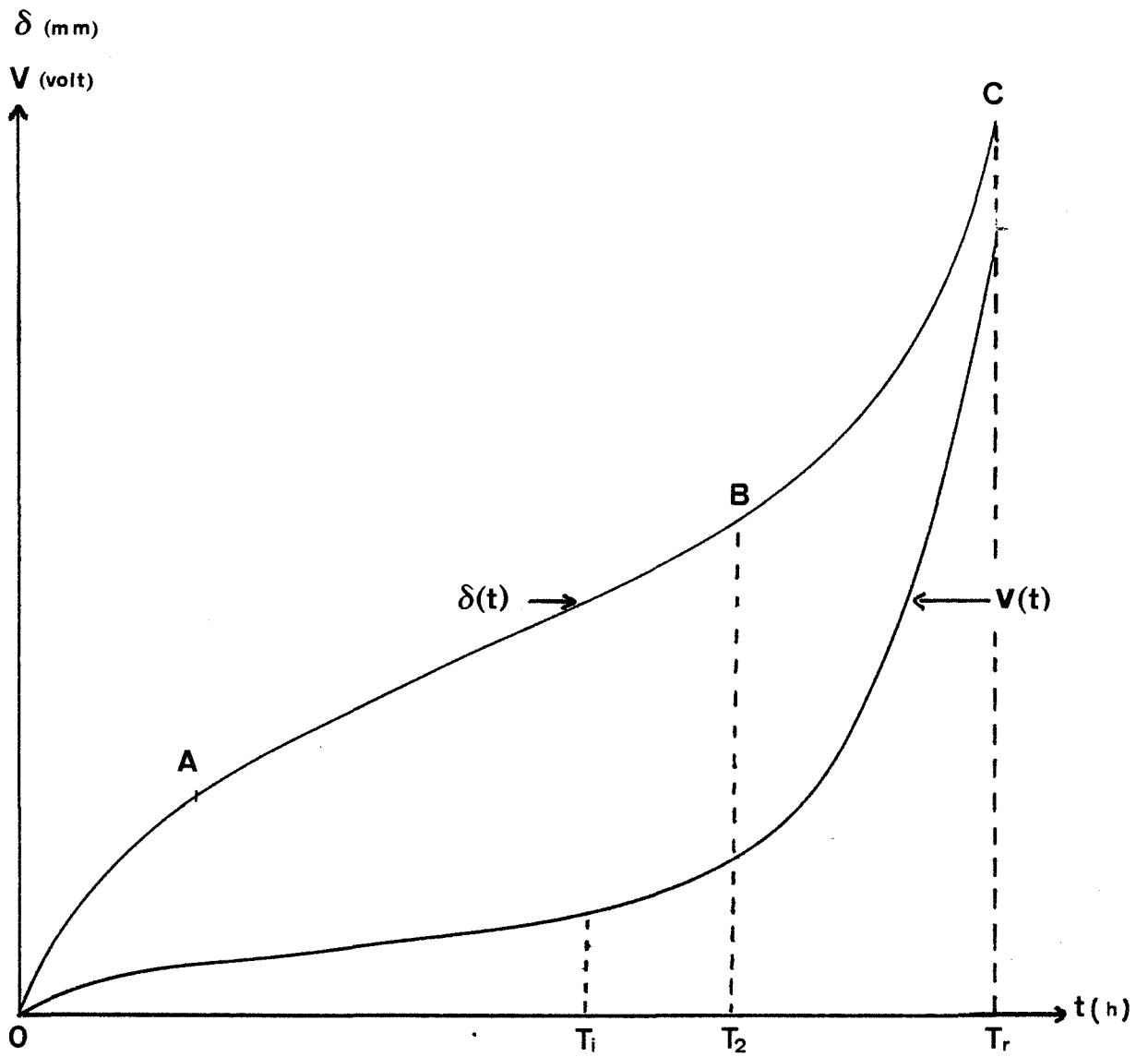


Figure 63 - Allure générale des courbes brutes  $V(t)$  et  $\delta(t)$ .

### a2) Remarques sur les courbes $\delta(t)$ :

Sur la figure 63 nous avons également représenté l'allure de  $\delta(t)$ .

Trois parties peuvent être distinguées :

- La partie OA que l'on peut comparer à une courbe de fluage primaire.
- La partie AB, pendant laquelle se produit l'amorçage de la fissure au temps  $T_1$  et qui se caractérise par une vitesse de fluage constante. La valeur de cette dernière est utilisée pour calculer le paramètre  $C^*_{ex}$  à  $T_1$ .
- La partie BC est semblable à une courbe de fluage tertiaire. Ce stade débute au temps  $T_2$ , (à  $T_2$  la dérivée seconde  $\ddot{\delta}(t)$  devient positive).

### b) Caractérisation de l'amorçage

#### b1) Critère d'amorçage :

Nous avons vu au chapitre II que MASS /2/ définit le temps à l'amorçage comme étant celui qui correspond au franchissement d'un joint de grains par la fissure. La taille des grains de son matériau (316 ICL 167 SPH) étant sensiblement égale à  $50 \mu\text{m}$ , il y a amorçage lorsqu'elle détecte électriquement une fissure de  $50 \mu\text{m}$  après la mise en équilibre du signal.

SOLIGNAC /60/ a choisi la même définition du temps à l'amorçage. La taille des grains de son matériau principal (316 L Virgo 14 SSB) étant égale à  $100 \mu\text{m}$ , le temps nécessaire pour atteindre cette longueur est pris comme début de propagation.

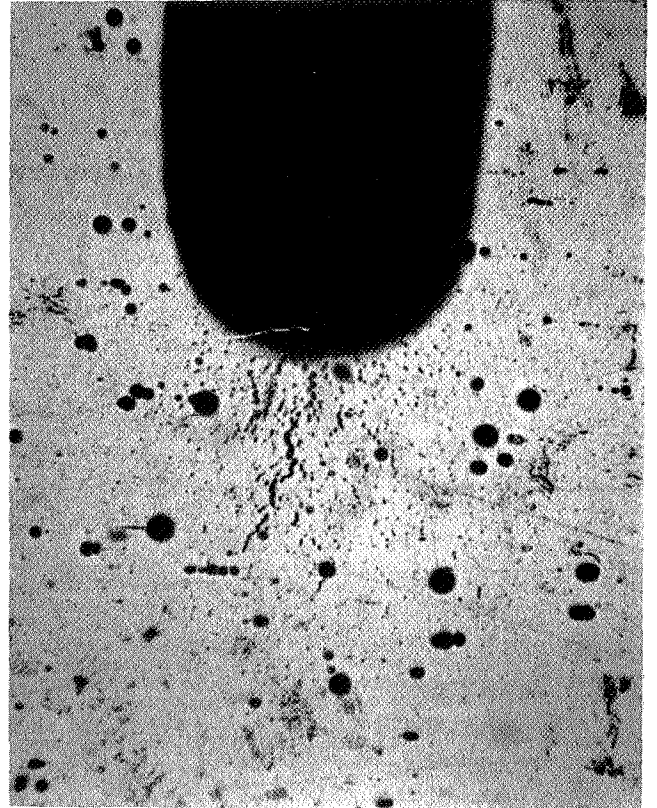
Ici cette définition est difficile à appliquer.

D'une part la taille moyenne des grains de l'Alliage 800 est petite ( $\sim 13 \mu\text{m}$ ) et cette longueur ne peut pas être détectée électriquement.

D'autre part, nous n'avons pas pré-fissuré par fatigue nos éprouvettes comme les auteurs précédents. Nous avons réalisé nos essais à partir d'une éprouvette simplement entaillée par électroérosion.

Des essais interrompus (2,3,4,6 et 8) nous ont permis d'avoir une idée de l'endommagement micrométrique en avant de l'entaille, et par conséquent de déterminer la longueur de la fissure initiale. Cette longueur est sensiblement égale à  $250 \mu\text{m}$  et correspond à un rapport  $\Delta V / V_{10} = 1 \%$ , où  $V_{10}$  est la différence de potentiel après 10 h de mesure, lorsque le signal est approximativement stabilisé.

Sur la figure 64 nous représentons les coupes micrographiques des éprouvettes 3 et 4 correspondant à des essais interrompus avant  $T_1$  (à  $\Delta V / V_{10} \sim 0,3 \%$  et  $0,9 \%$  respectivement). Nous



100  $\mu\text{m}$

Eprouvette n°3.  $\Delta V/V_{10} \approx 0,3\%$ .

Eprouvette n°4.  $\Delta V/V_{10} \approx 0,9\%$ .

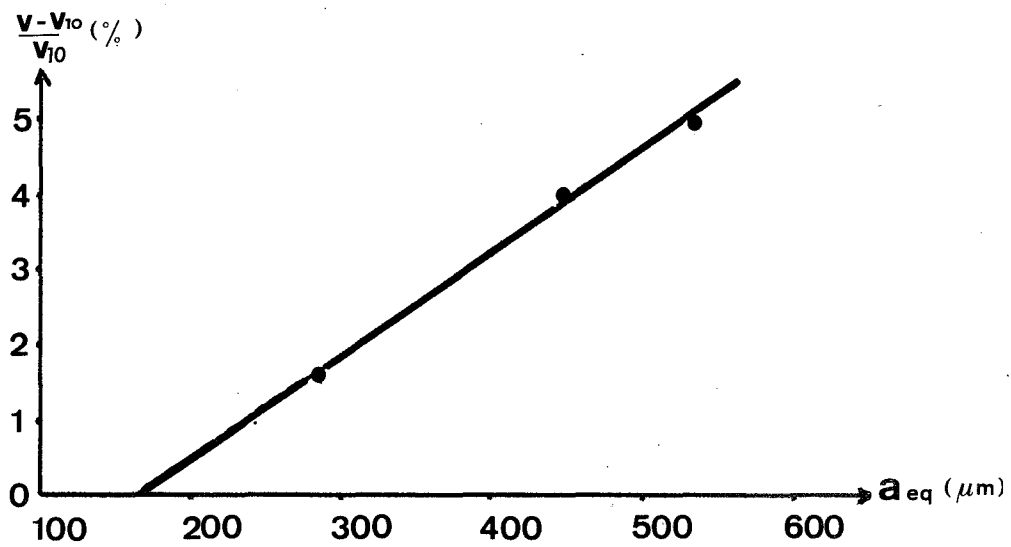


Figure 64

- Coupes micrographiques des essais interrompus
- Courbe  $\Delta V/V_{10} = f^t(a)$

indiquons également la droite de calibration du début de la propagation.

b2) Corrélations  $T_i$ -  $\sigma_{net}$ ,  $T_i$ - $\sigma_{réf}$ ,  $T_i$ - $K$  et  $T_i$ - $C^*_{ex}$ .

L'ensemble des résultats obtenus (à l'amorçage) sont récapitulés dans les 2 tableaux suivants :

Eprouvette N°	P(N)	$T_i$ (h)	$R_i$ (mm)	$\dot{\delta}_{ex}$ ( $\mu\text{m h}^{-1}$ )
1	22000	380	4,22	0,128
2	22000	450	4,21	0,11
6	25000	360	4,24	pas de mesure
8	25300	220	4,24	0,33
9	25320	280	4,25	0,24
10	22320	330	4,25	0,192
11	28620	250	4,25	0,19
12	19070	4500	4,25	0,006

Eprouvette N°	$\sigma_{net}$ (MPa)	$\sigma_{réf}$ (MPa)	$K$ (MPa $\text{m}^{1/2}$ )	$C^*_{ex}$ ( $\text{Nm}^{-1} \text{h}^{-1}$ )
1	393	237	12,15	21,3
2	395	238	12,21	18,4
6	443	268	13,67	45
8	448	271	13,84	62,7
9	446	271	13,77	45,4
10	393	239	12,14	32
11	504	306	15,57	40,6
12	336	204	10,37	0,85

Sur les figures 65 à 68 on a reporté les valeurs des temps d'amorçage  $T_i$  ainsi que celles des paramètres de chargement. Les corrélations obtenues s'établissent comme suit :

$$T_i(X)^\alpha = \text{Cte avec :}$$

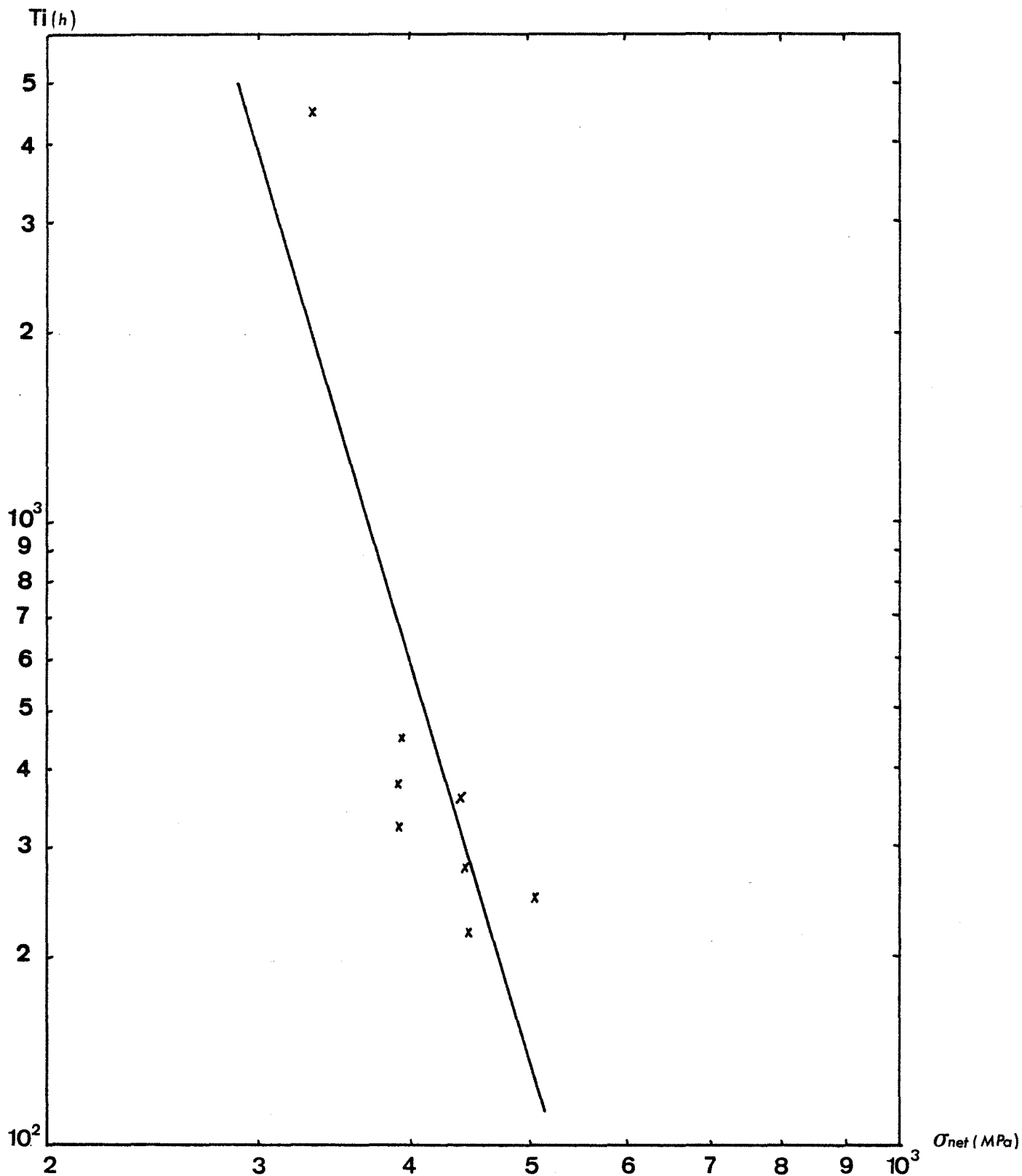


Figure 65 - Relation entre le temps à l'amorçage  $T_i$  et la contrainte nominale  $\sigma_{net}$ .



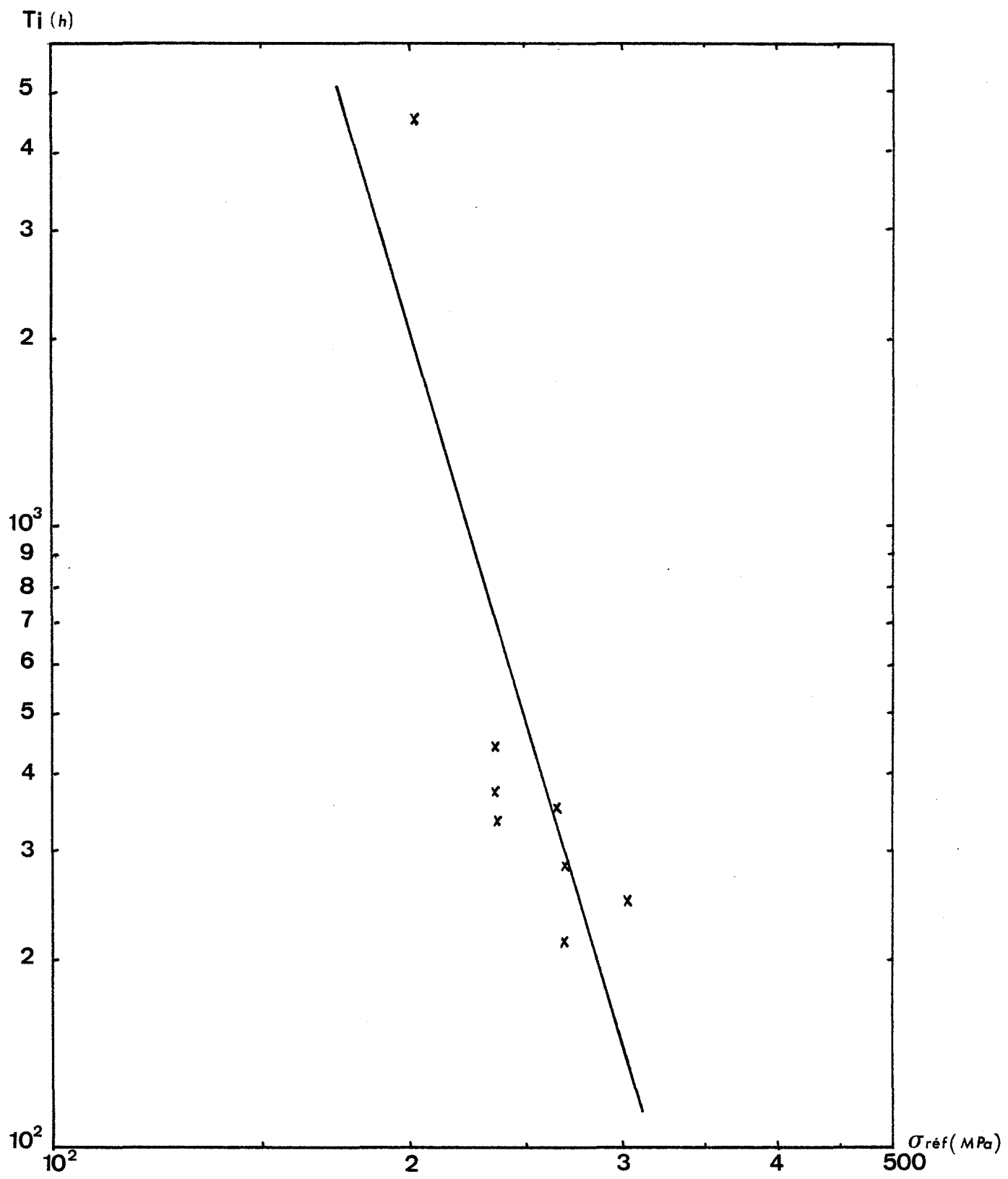


Figure 66 - Relation entre le temps à l'amorçage  $T_i$  et la contrainte de référence  $\sigma_{ref}$ .

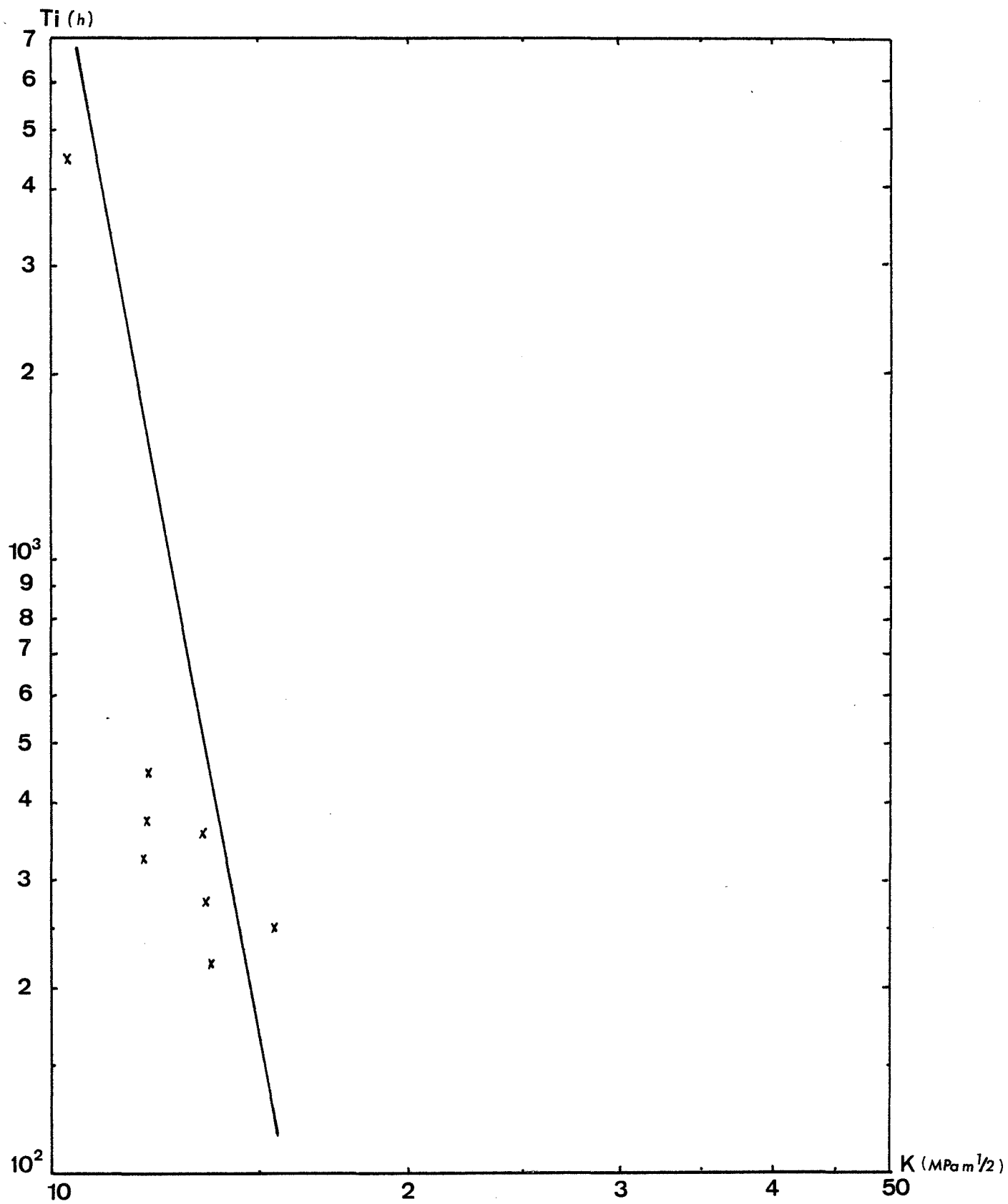


Figure 67 - Relation entre le temps à l'amorçage  $T_i$  et le facteur  $K$ .

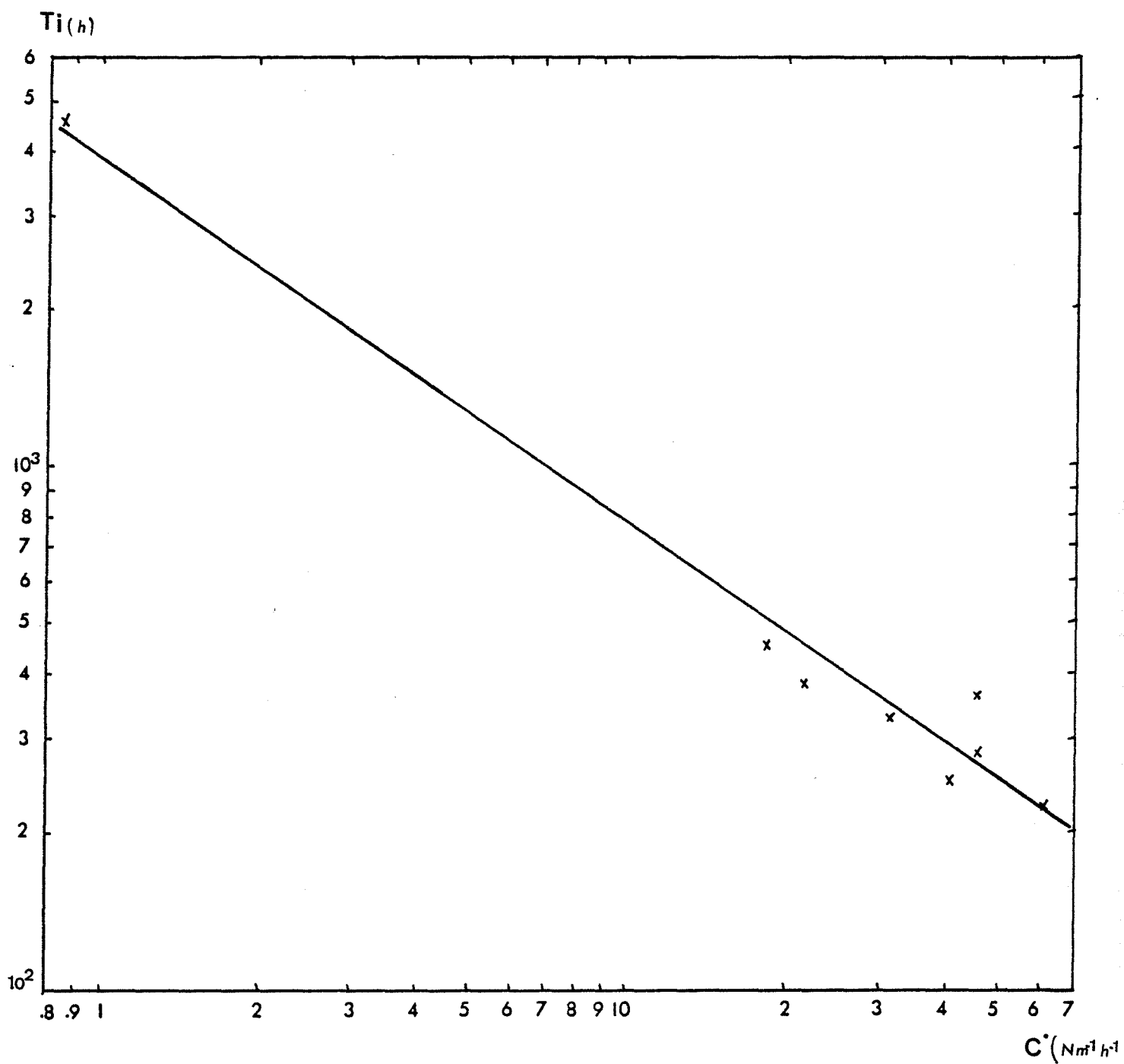


Figure 68 - Relation entre le temps à l'amorçage  $T_i$  et le paramètre  $C^*$ .

X	$\alpha$	Cte	coef. de corrélation
$\sigma_{net}$	6,4	$2,9 \cdot 10^{19}$	0,8
$\sigma_{réf}$	6,45	$1,4 \cdot 10^{18}$	0,81
K	6,6	$9 \cdot 10^9$	0,82
$C^*_{ex}$	0,7	3770	0,99

Conformément aux résultats bibliographiques présentés dans le chapitre II 3, la corrélation  $Ti-C^*_{ex}$  est la plus satisfaisante. Cette dernière relation obtenue avec un nombre de points restreints est comparée à celles proposées avec SOLIGNAC /60/ et AUBERT, MOTTOT, SOLIGNAC /61/, pour l'acier 316 à 550° C, (voir la figure 69).

Les pentes sont du même ordre de grandeur. Par contre la constante Cte semble dépendre du matériau et de son état métallurgique.

Sur la figure 69 nous avons également représenté les résultats de MASS /2/ obtenus sur éprouvettes CT et DEN d'acier ICL 167 SPH à 600 et 650° C.

D'après l'ensemble de ces données, en première approximation, seul le paramètre Cte serait sensible au matériau, à son état métallurgique et à la température. Ce résultat devra être confirmé par des essais supplémentaires : autres chargements, autres états métallurgiques, autres températures...

#### c) Corrélations $\dot{a}$ - $\sigma_{net}$ , $\dot{a}$ - $\sigma_{réf}$ , $\dot{a}$ - K et $\dot{a}$ - $C^*_{ex}$

Les domaines de vitesses explorés vont de  $10^{-1} \mu\text{m h}^{-1}$  à  $10^1 \mu\text{m h}^{-1}$ . Toutes les courbes (voir les figures 70 à 73) ont sensiblement la même allure. Elles présentent deux stades caractéristiques, comme nous l'avons vu lors de l'étude bibliographique (voir le chapitre II.4) :

- Au cours du stade 1, la pente est quasi verticale et la vitesse de fissuration évolue rapidement sans variation importante du paramètre de chargement.

- Au cours du stade 2, on observe une évolution de  $\dot{a}$  avec les paramètres de chargement.

Les relations sont de la forme :  $\dot{a} = A (X)^\beta$

avec  $\beta = 3$  pour  $\sigma_{net}$ ,  $\sigma_{réf}$  et K

et  $\beta = 1$  pour  $C^*_{ex}$ .

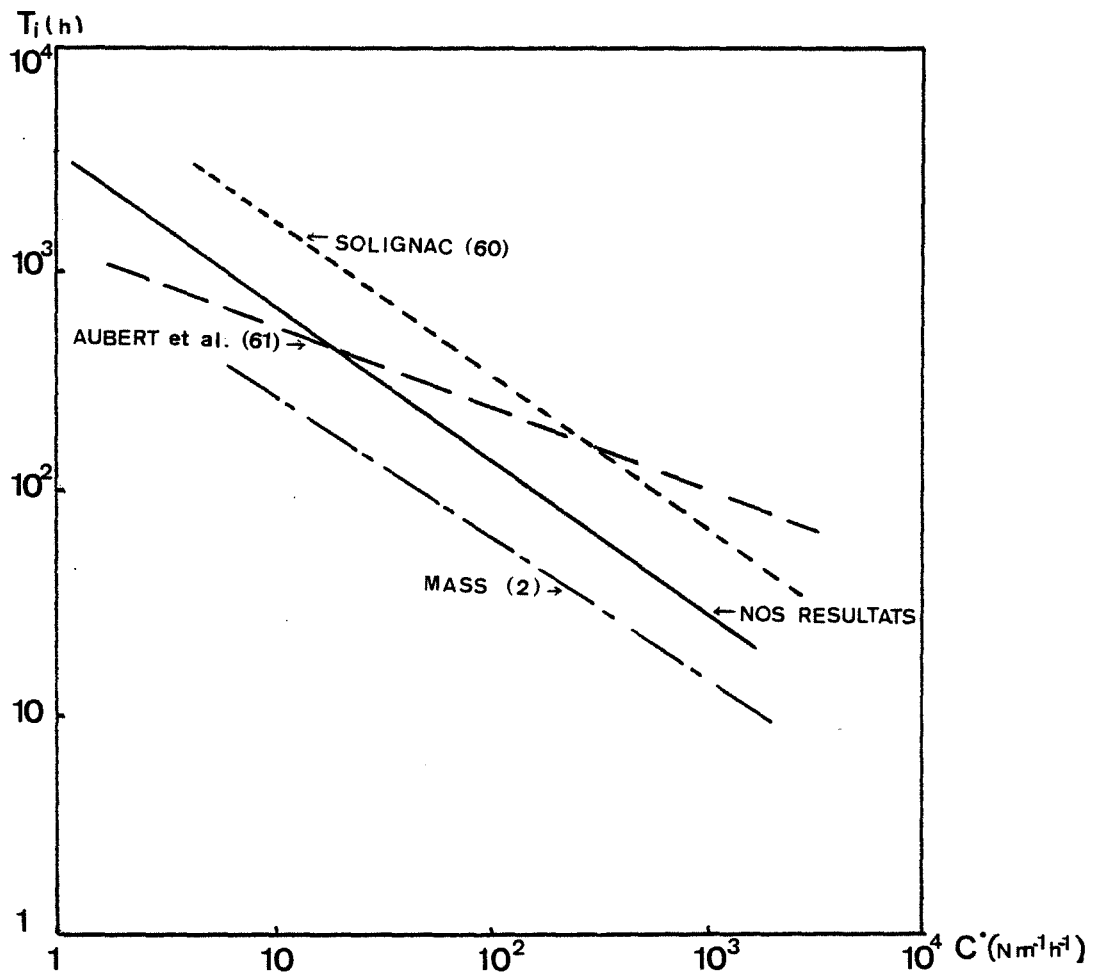


Figure 69 - Relation entre le temps à l'amorçage  $T_i$  et le paramètre  $C^*$ .  
 Comparaison bibliographique .

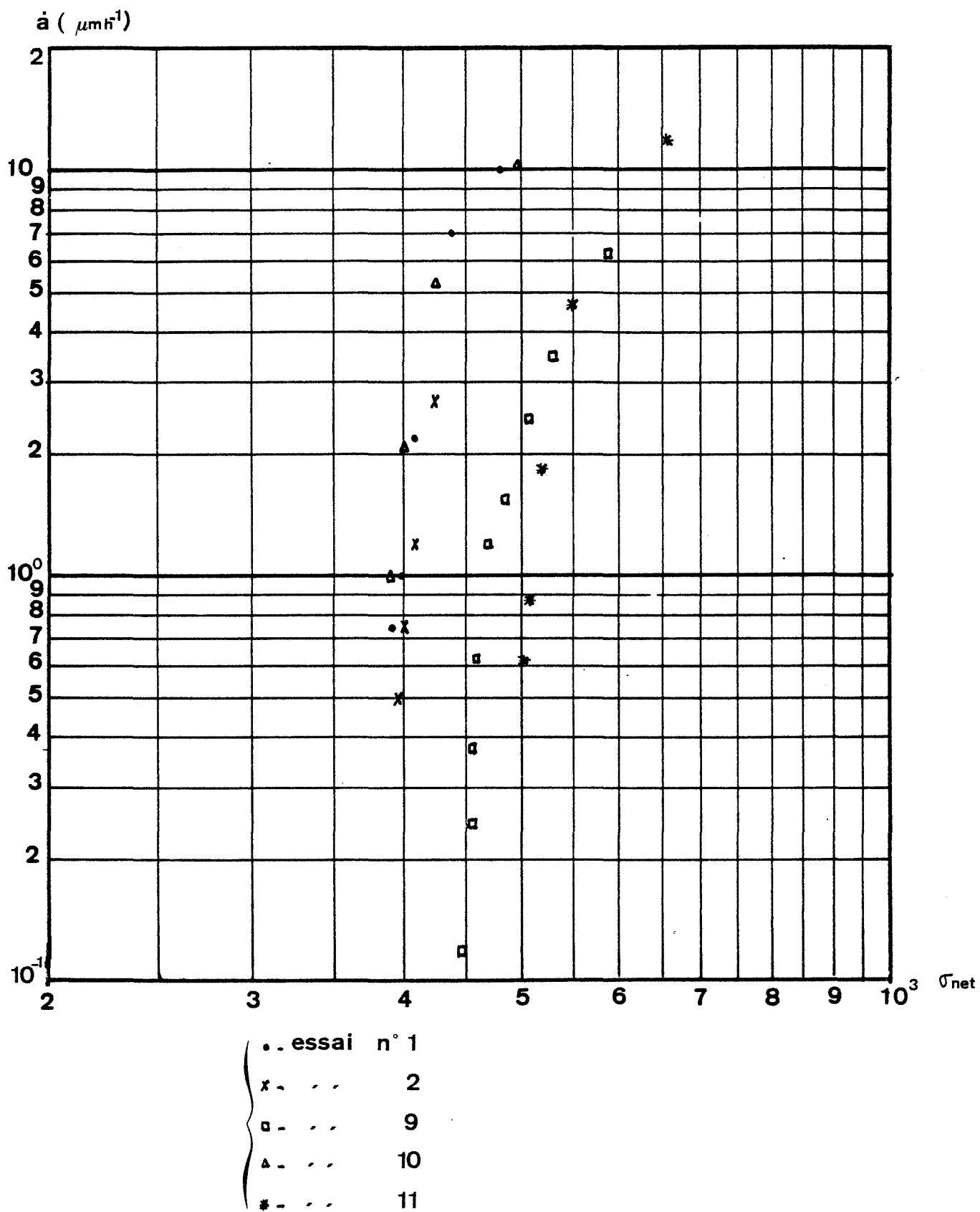


Figure 70 - Relation entre la vitesse de fissuration  $\dot{a}$  et la contrainte nominale  $\sigma_{\text{net}}$ .

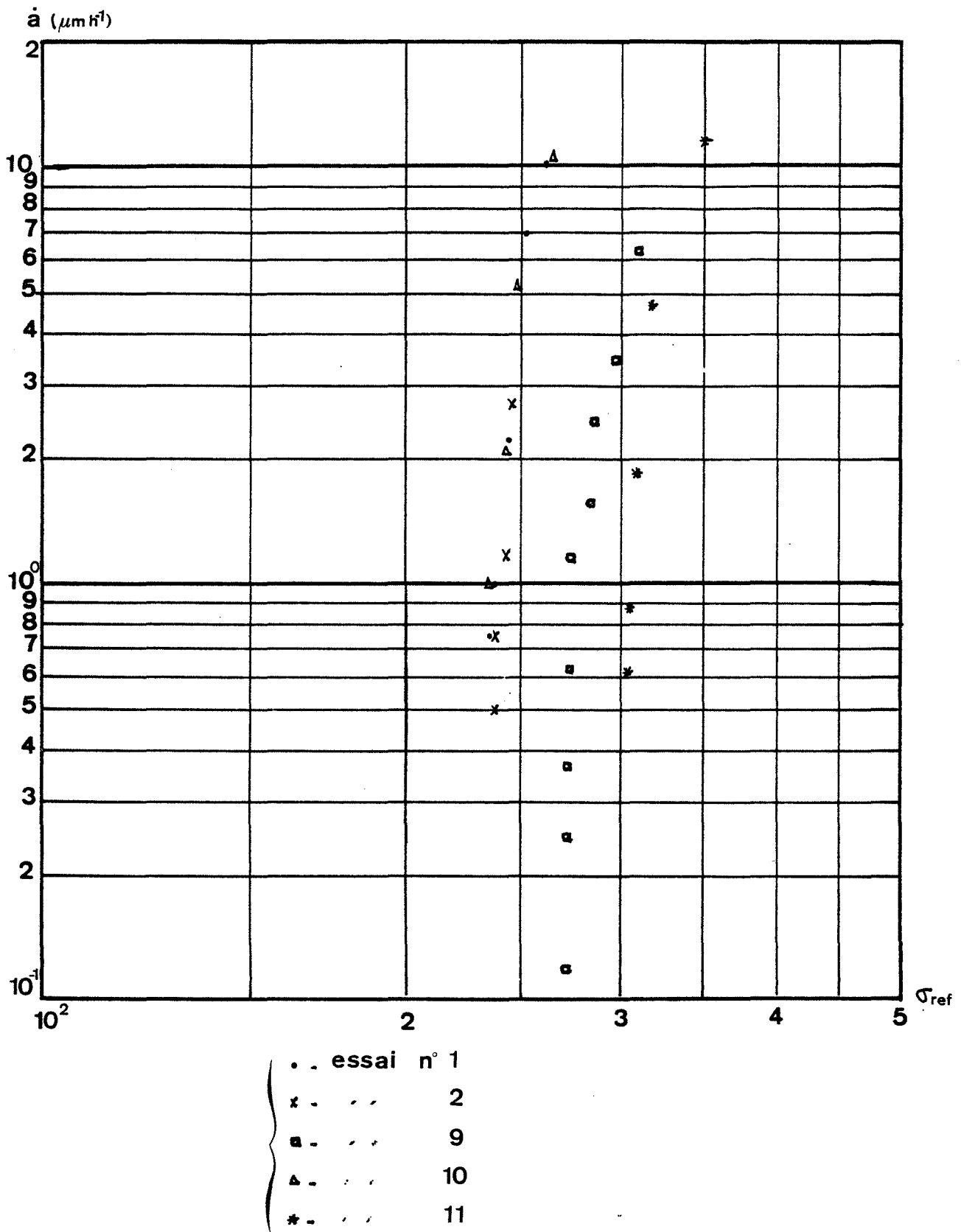


Figure 71 - Relation entre la vitesse de fissuration  $\dot{a}$  et la contrainte de référence  $\sigma_{\text{ref}}$ .

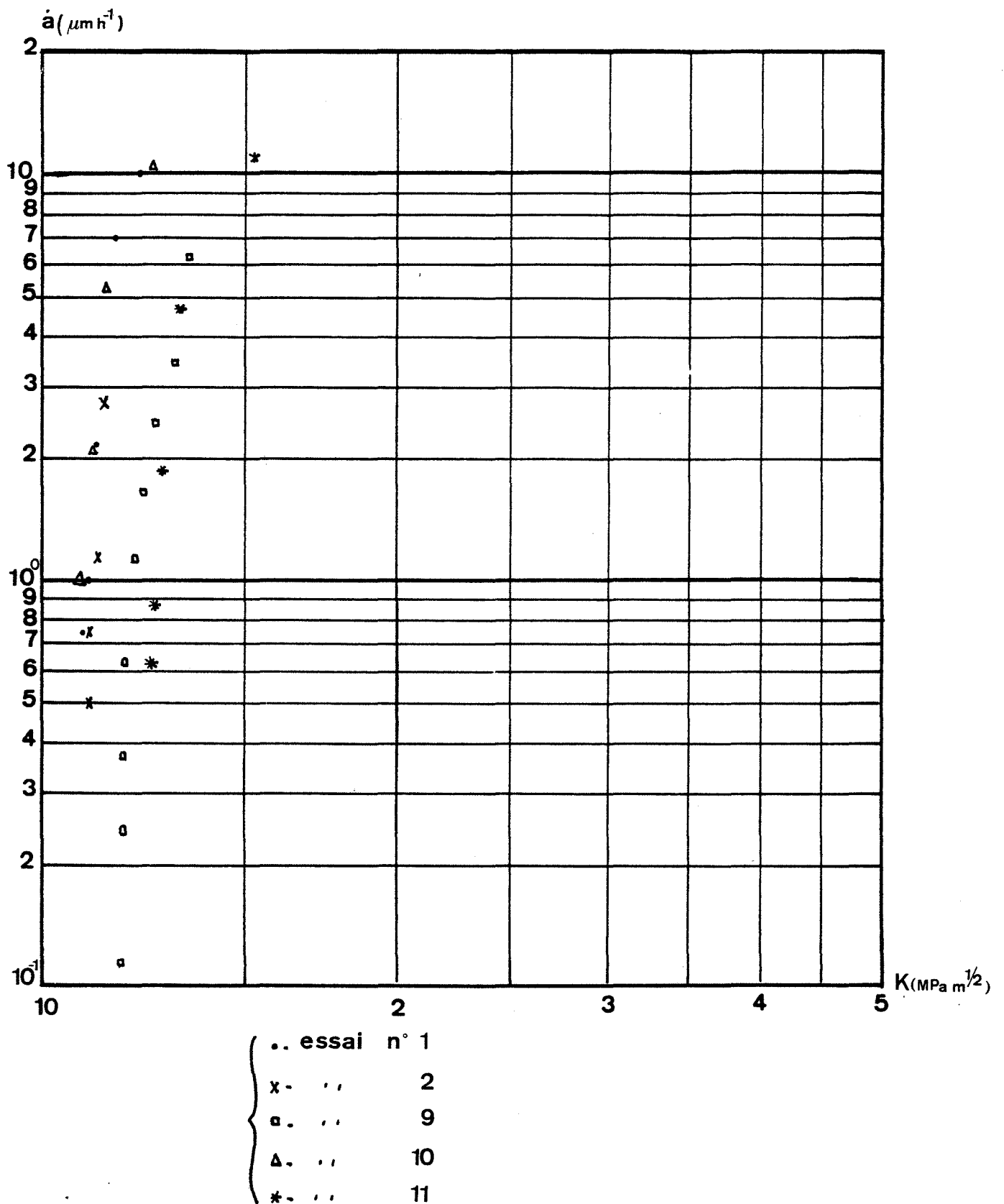


Figure 72 - Relation entre la vitesse de fissuration  $\dot{a}$  et le facteur d'intensité de contrainte  $K$ .



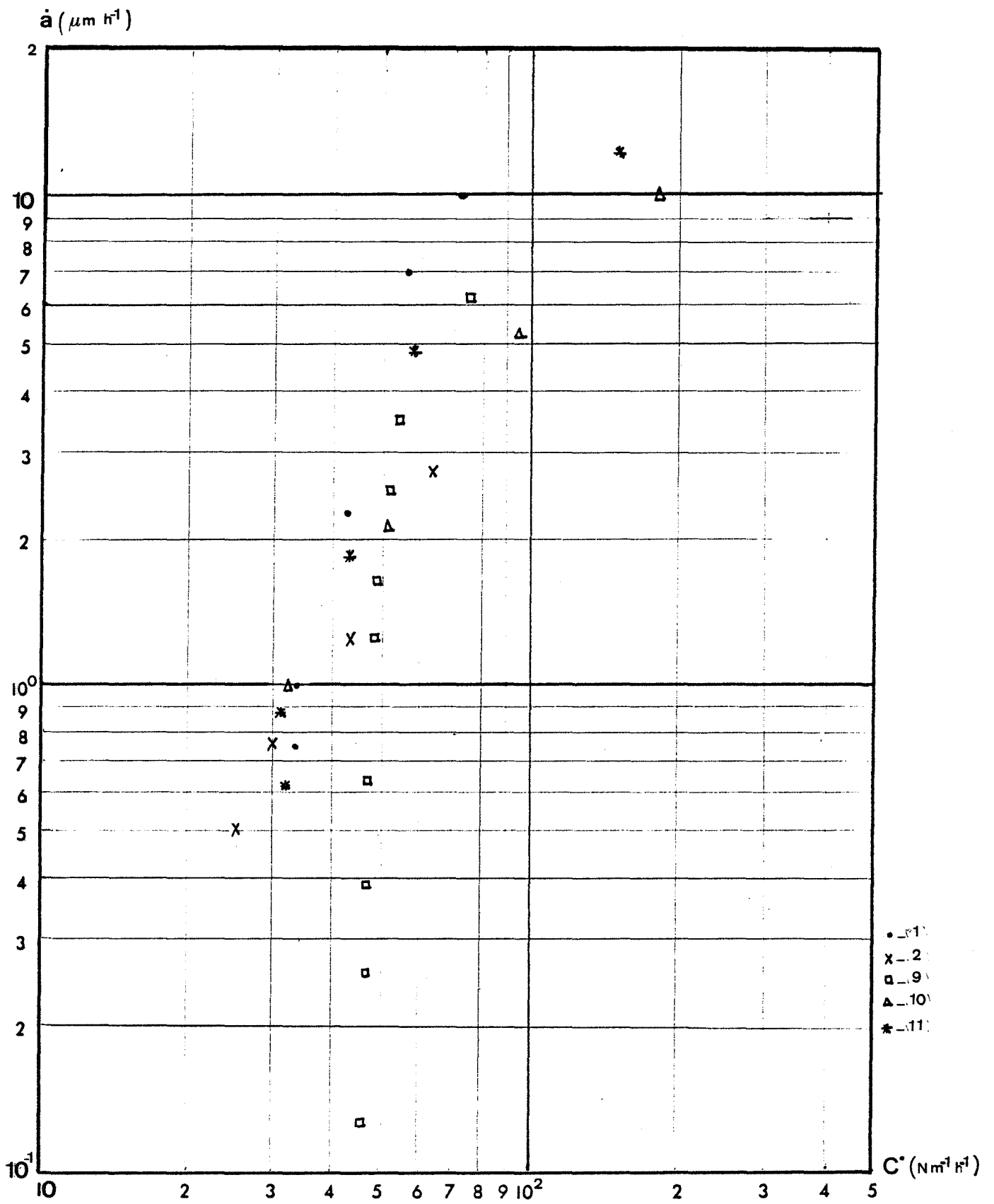
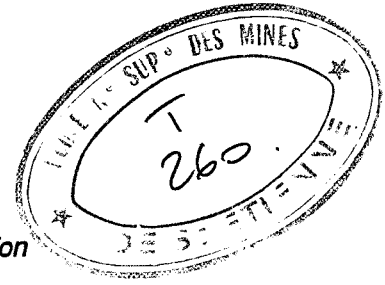


Figure 73 - Relation entre la vitesse de fissuration  $\dot{a}$  et le paramètre  $C^*$ .



### III.2.3 - Résultats des observations microscopiques - Interprétation

#### III.2.3.1 - Observations du faciès de rupture.

Des observations métallographiques (voir la figure 74) nous permettent de vérifier que :

- la fissure de fluage s'est propagée à partir de la totalité de l'entaille de l'éprouvette axisymétrique.
- le front de fissure est approximativement circulaire mais décentré par rapport à l'axe de symétrie de l'éprouvette.

Des observations, réalisées à l'aide d'un microscope électronique à balayage et représentées également sur la figure 74, nous confirment, malgré une couche d'oxyde importante, que la propagation en fluage est intergranulaire.

#### III.2.3.2 - Observations en microscopie électronique à transmission.

##### a) Localisations et préparations des lames minces.

Les lames minces ont été préparées selon deux types de plans : (voir la figure 59).

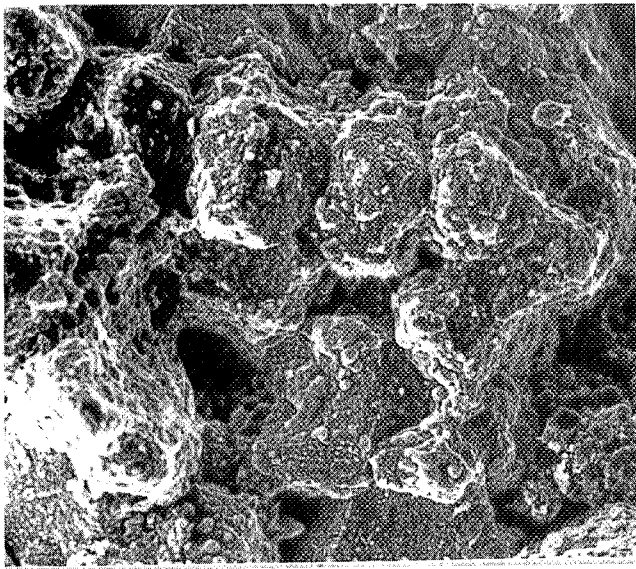
- . les plans xoy : ce sont les plans perpendiculaires à la direction de la contrainte.
- . le plan yoz : c'est le plan parallèle à l'axe de traction (oz) et qui permet l'étude du matériau avant et après fissuration.

Les lames minces sont préparées selon les techniques classiques : polissage mécanique puis électrolytique, déjà décrites au chapitre III 1.1.2b.

Toutefois ici, afin que les zones observées dans le plan yoz soient proches de la pointe de la fissure, l'amincissement est réalisé en deux temps : un préamincissement suivi, après la mise en place d'un diaphragme de 0,4 mm de diamètre sur le front de fissure, d'un polissage jusqu'à formation du trou, (technique préconisée par SILVENT, CHAMOT, DESSUS et REGNARD /62/)

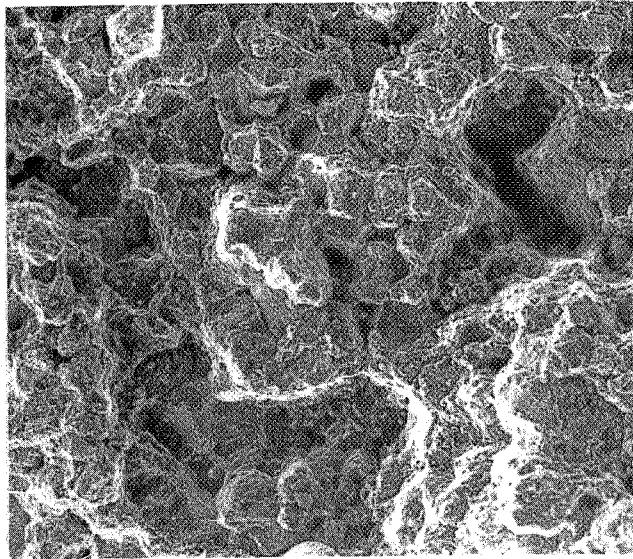
##### b) Observations dans les plans xoy.

Sur la figure 75 est représentée l'évolution de la densité des dislocations avec la distance par rapport au plan de la rupture. Le taux de dislocation est maximum à proximité de la fracture. Il diminue lorsqu'on s'en éloigne et à environ 4,5 mm, la microstructure est identique à celle observée dans la tête de l'éprouvette, c'est à dire caractérisée par un faible taux de dislocation et une importante précipitation de carbures.

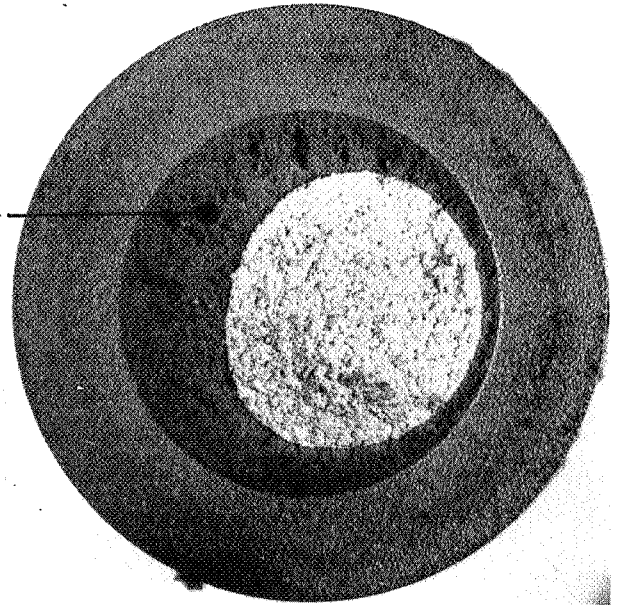


5  $\mu$ m

M.E.B



20  $\mu$ m



2 mm

entaille d'électroérosion

rupture finale

fissure de fluage

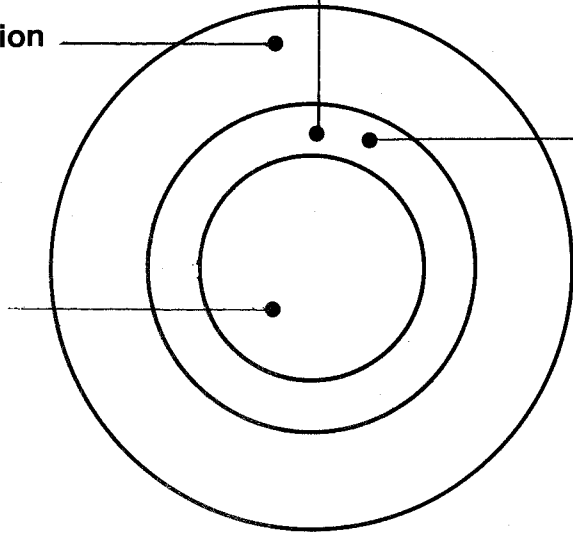


Figure 74

- Faciès de rupture de l'éprouvette n° 11  
(T = 550° C - P = 28620 N)

Dans tous les cas nous n'observons pas de structure cellulaire, mais une structure caractérisée par des bandes de déformation dues à l'activation d'un, voir deux systèmes de glissement.

**c) Observations dans le plan yoz : (voir les figures 76)**

. Etat de la précipitation :

A proximité de la fissure on observe une précipitation intergranulaire très dense et beaucoup plus importante que dans le reste de l'éprouvette. Cette différence est la conséquence d'un vieillissement dynamique accéléré dans cette zone de forte déformation.

. Structure des dislocations

Toutes les plages examinées ont été repérées par rapport au front de fissure. Pour avoir une idée exacte du taux de dislocation toutes les plages observées au grandissement  $10^4$  ont été comparées à même vecteur diffractant  $\vec{g}$  du type  $\langle 111 \rangle$  d'un plan  $\{110\}$ .

Le taux de dislocation est maximum :

- en amont de la fissure mais sur une très courte distance (quelques  $\mu\text{m}$ )
- latéralement sur 200  $\mu\text{m}$  environ de part et d'autre de la fissure.

Dans cette zone la structure observée est une structure d'écrouissage caractérisée par des bandes de déformation intense et localisée. Dans ces bandes, 1 seul système de glissement est activé.

Ces observations microstructurales sont tout à fait conformes à celles décrites au chapitre III.1 pour l'Alliage 800 Grade II vieilli.

Cette étude a précisé la taille de la zone fortement perturbée à proximité de la fissure mais n'a pas permis la détermination d'un critère microstructural d'endommagement. Cette détermination s'avère impossible dans un matériau fortement renforcé par une fine précipitation  $\gamma'$  très dense.

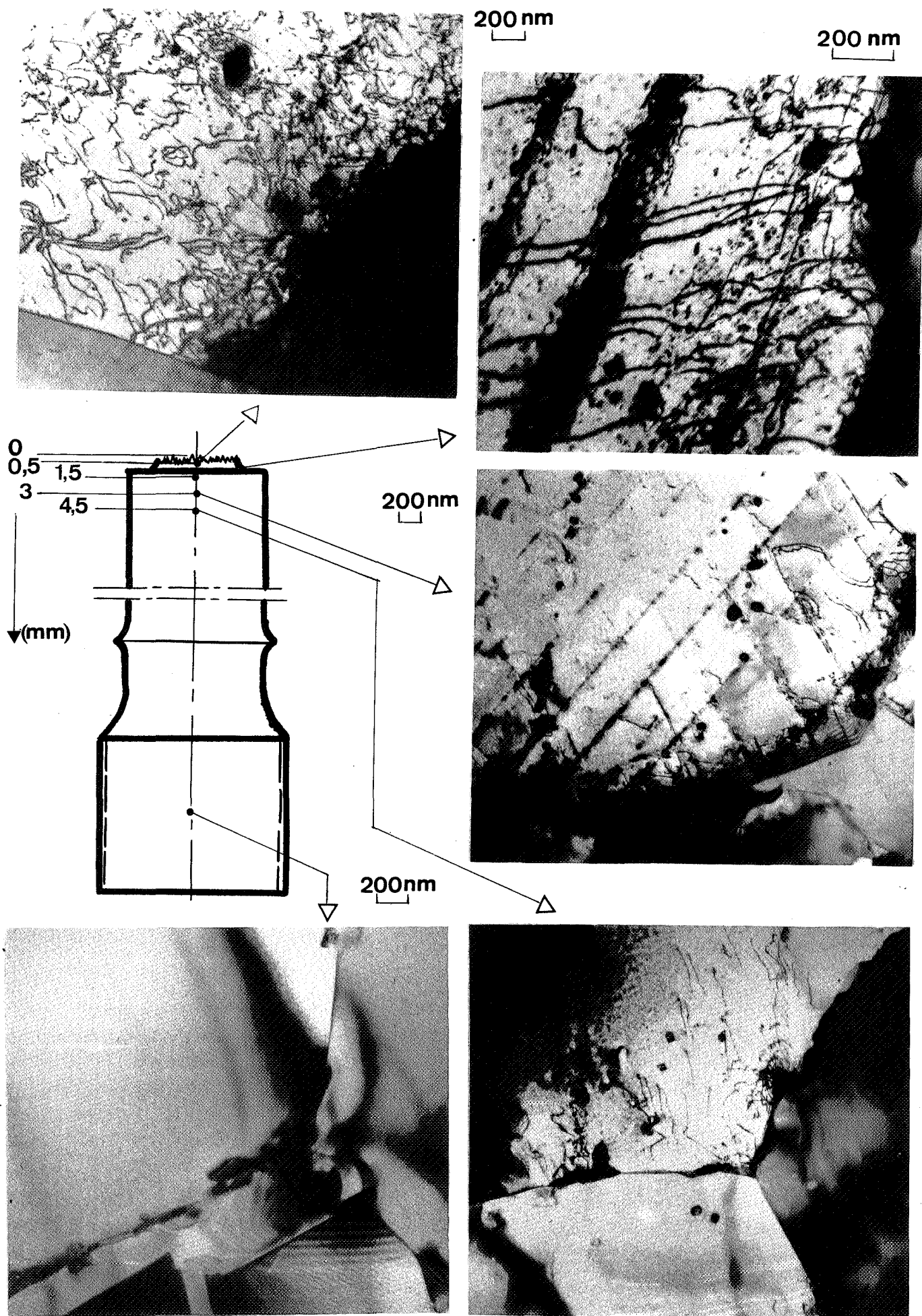


Figure 75 - Evolution de la densité des dislocations avec la distance par rapport au plan de rupture (M.E.T)

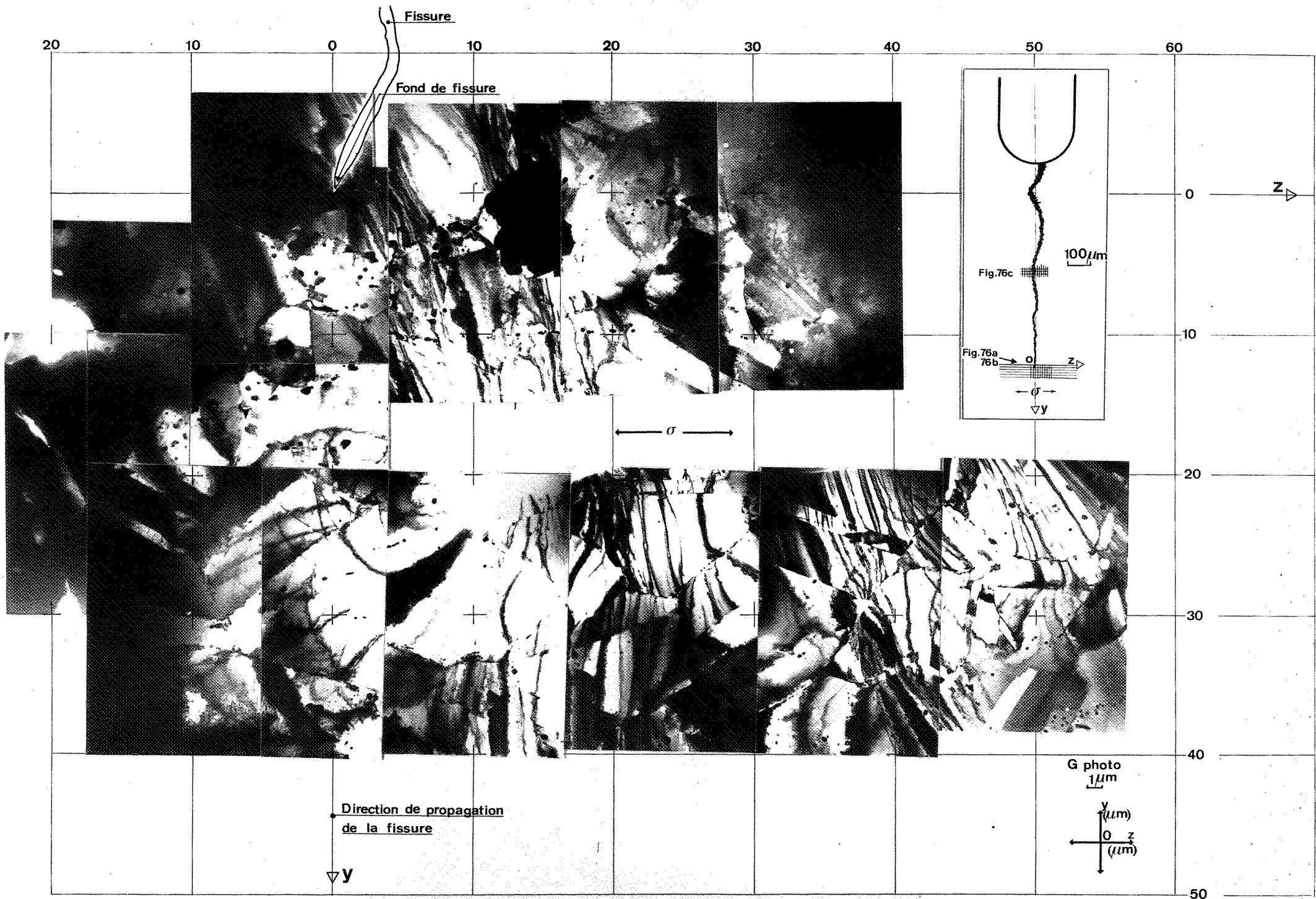


Figure 76a. Observations microstructurales dans un plan YOZ. Front de fissure.

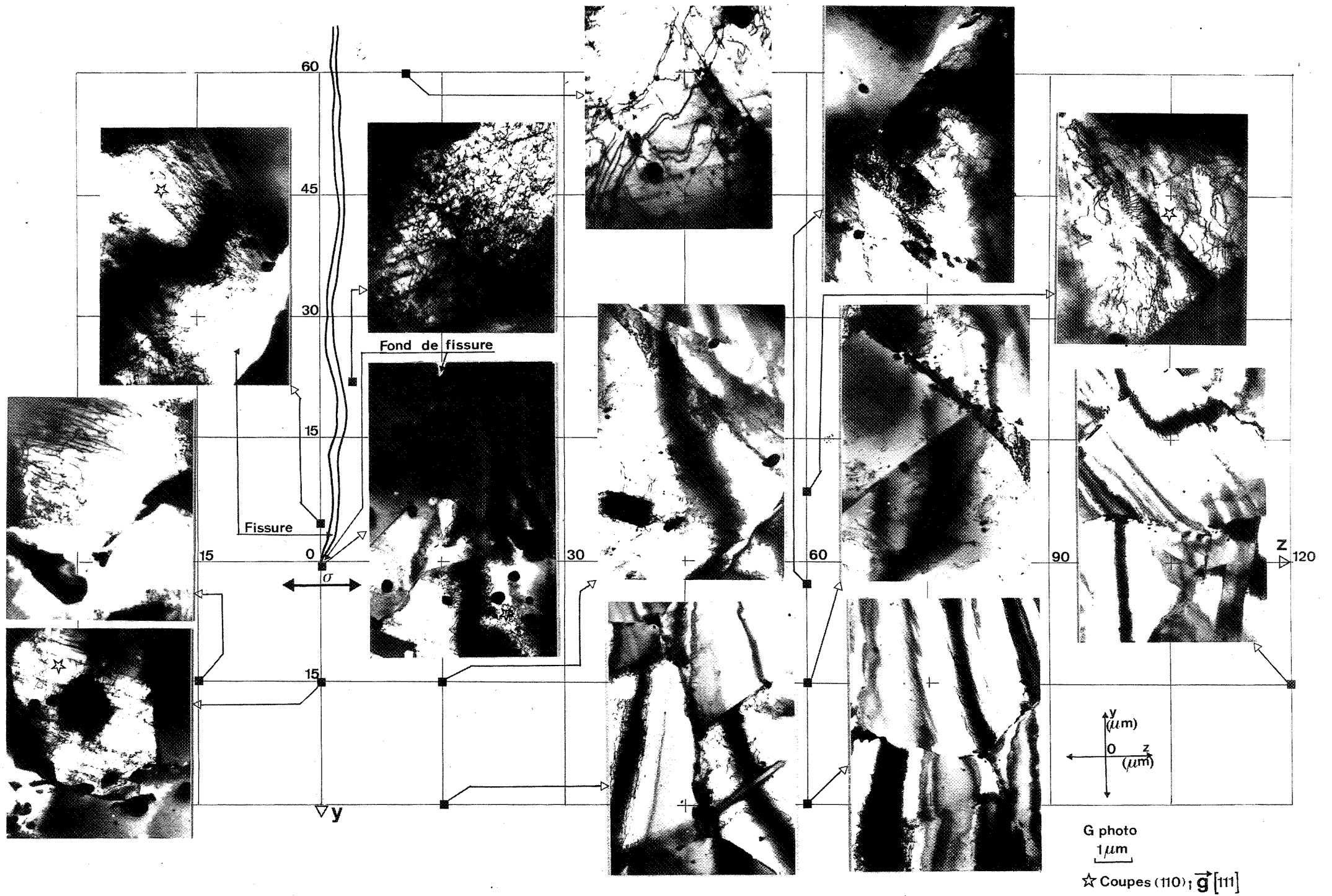


Figure 76b. Observations microstructurales dans le plan **yOZ**. Front de fissure.

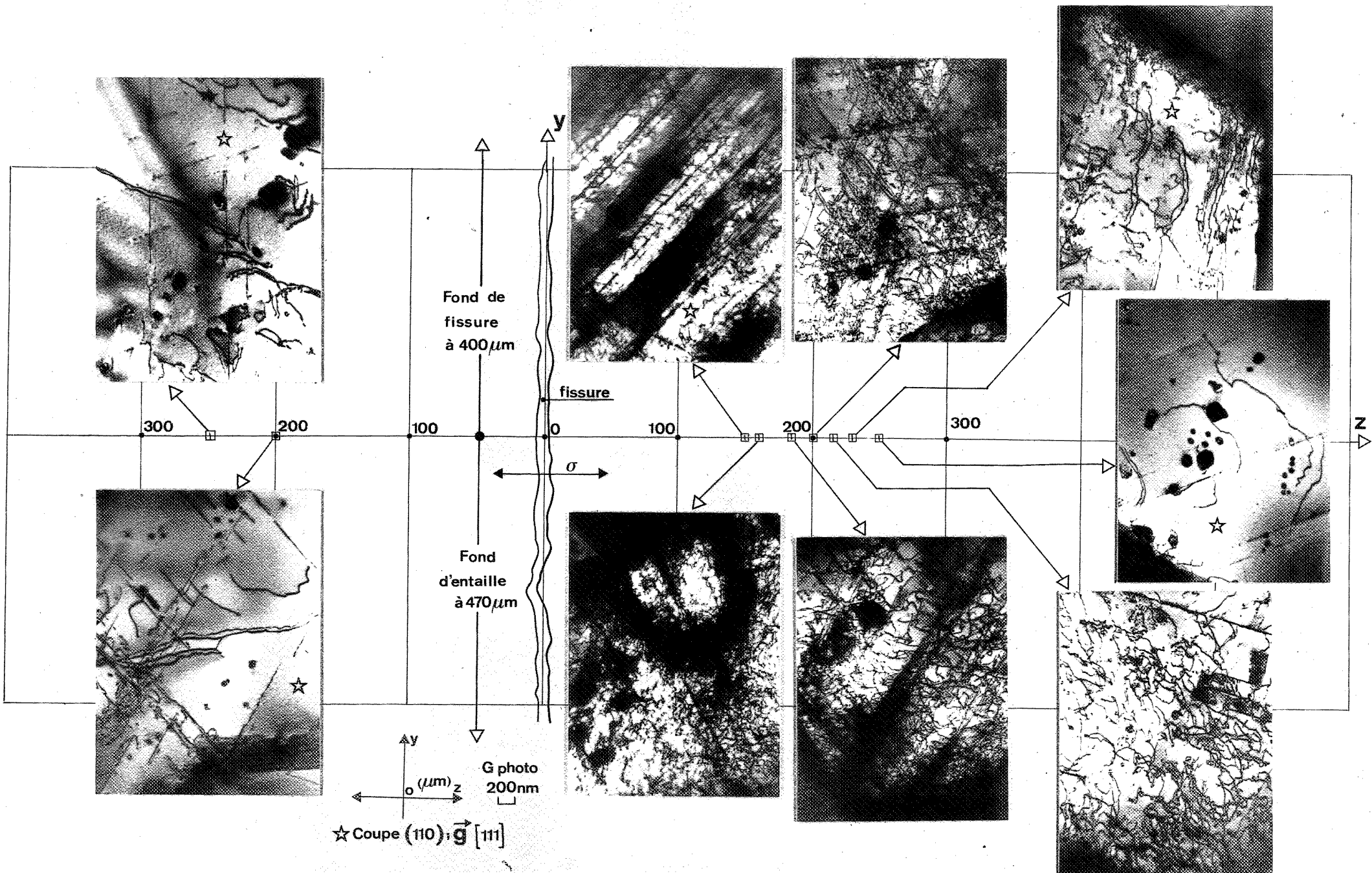


Figure 76c. Observations microstructurales dans le plan  $yoz$ . Coupe à mi-longueur de la fissure.



### III 3 - Etude de l'endommagement par fluage "in-situ" au Microscope Electronique à très Haute Tension (M.E.H.T.)

Comme nous venons de le voir l'étude microstructurale classique à proximité de la fissure est insuffisante pour analyser l'endommagement localisé et ses différents stades.

Nous avons donc décidé dans le but d'observer en dynamique les stades de l'endommagement intergranulaire à chaud et de les analyser, de réaliser des essais de fluage "in-situ" sur des éprouvettes bicristallines d'acier inoxydable Z CN 17-13.

#### III.3.1 Le matériau

Le choix de bicristaux nous éloigne bien évidemment de la réalité industrielle mais il s'avère nécessaire pour traiter cet aspect fondamental de l'étude de l'endommagement par fluage.

Dans l'acier inoxydable austénitique Z CN 17-13, matériau non renforcé par une fine précipitation, le glissement dévié est élevé et favorise l'arrangement des dislocations en cellule. Lors de cette étude dynamique les caractéristiques, taille et forme, des cellules pourront, si elles sont observées, être retenues comme un critère microstructural de dommage (propre à ce matériau).

Ces bicristaux ont été fabriqués à l'Ecole des Mines de St Etienne dans le cadre de la thèse de MICHAUT /63/. Obtenus par une méthode de fusion de zone sous pression d'Argon, leur composition chimique (% en poids) est la suivante :

Fe	Cr	Ni	C	N	Al	Mn	S	P
70,3	16,3	13,4	0,002	0,01	0,007	< 0,002	< 0,002	< 0,002

Ils se présentent sous la forme de barreaux de 10 cm de long, 2 cm de large et de 6 mm d'épaisseur.

Les orientations cristallographiques réalisées aux rayons X ont une précision de l'ordre du degré.

### III.3.2. Données cristallographiques

Le matériau utilisé cristallise dans le système C.F.C. Le bicristal étudié est constitué de deux grains accolés suivant un joint plan de flexion symétrique d'indice de coïncidence  $\Sigma = 5$  : la normale à l'interface est indexée  $[0\bar{2}1]_1$  et  $[0\bar{1}2]_2$  dans la base du cube lié respectivement aux cristaux 1 et 2.

Le bicristal peut être décrit par une rotation de  $36^\circ,87$  autour de l'axe  $[100]$ , commun aux deux grains. La matrice R associée à cette rotation, exprimée dans la base du cube du cristal 1 est :

$$R = 1/5 \begin{bmatrix} 5 & 0 & 0 \\ 0 & 4 & \bar{3} \\ 0 & 3 & 4 \end{bmatrix}$$

R représente donc la matrice de passage de la base ( $[100]_1, [010]_1, [001]_1$ ) à la base ( $[100]_2, [010]_2, [001]_2$ ).

La figure 77 représente une projection stéréographique suivant l'axe commun  $[100]$  des différents systèmes de glissement du bicristal.

### III.3.3. Essais de déformation in-situ au MEHT

Les échantillons sont sollicités en traction dans des conditions de fluage.

#### III.3.3.1. Préparation des échantillons

Les échantillons de déformation sont des parallélépipèdes rectangles représentés sur la figure 78.

Ils sont percés de deux trous de 0,45 mm de diamètre, distants de 5 mm, et alignés selon l'axe longitudinal de l'éprouvette qui correspond à la direction de la contrainte de traction appliquée. Ces trous sont destinés à la fixation de l'éprouvette sur le dispositif de déformation. Avant perçage de la micro-éprouvette les surfaces sont polies à la suspension diamantée de granulométrie 1  $\mu\text{m}$  jusqu'à une épaisseur voisine de 70  $\mu\text{m}$ .

Après une attaque chimique de 5s dans un bain bouillant de composition  $\text{H}_2\text{O}$ , HF,  $\text{HNO}_3$  en pourcentages volumiques respectifs : 55 %, 30 %, 15 %, le joint de grains est révélé. Ceci permet de localiser l'amincissement de l'échantillon par bombardement ionique, dans sa partie centrale sur le joint même.

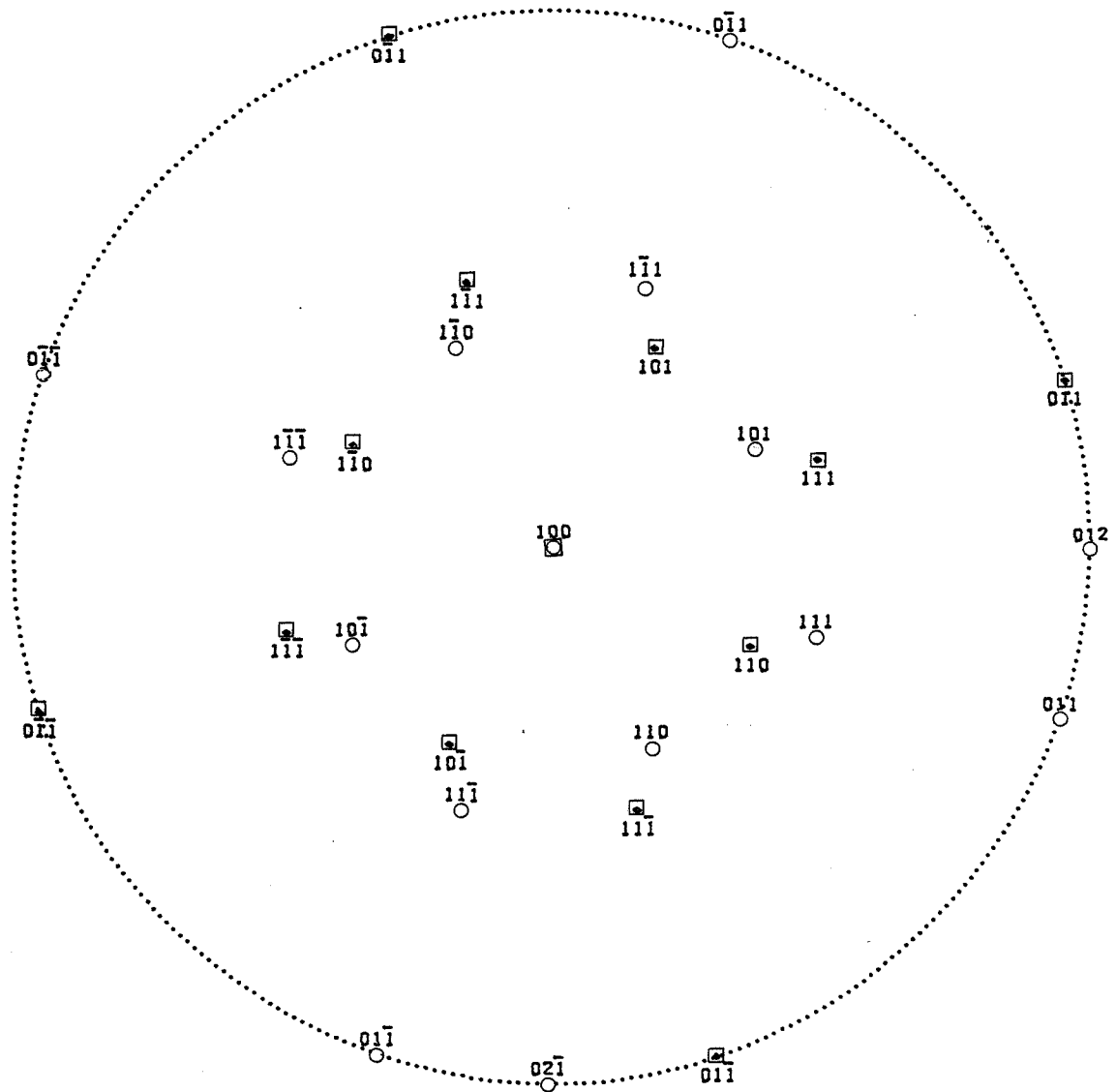


Figure 77 - Projection stéréographique suivant l'axe commun [100] des différents systèmes de glissement du bicristal :

- indices du cristal 1
- ◻ indices du cristal 2

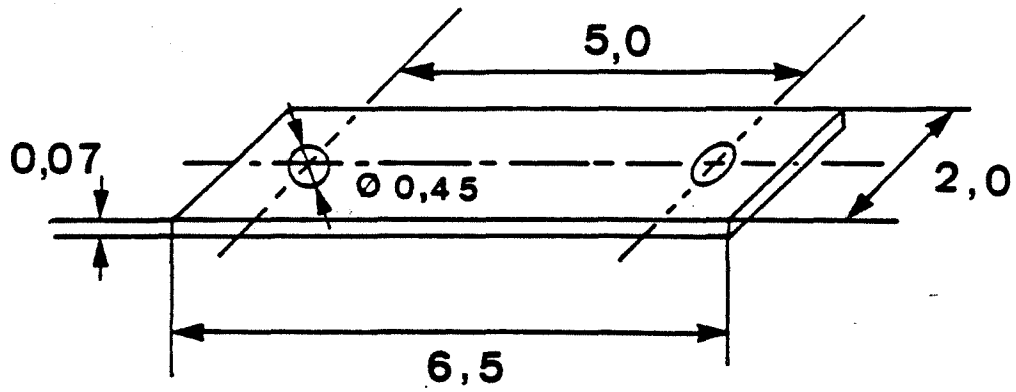


Figure 78 - Echantillon de déformation  
(cotes en mm)

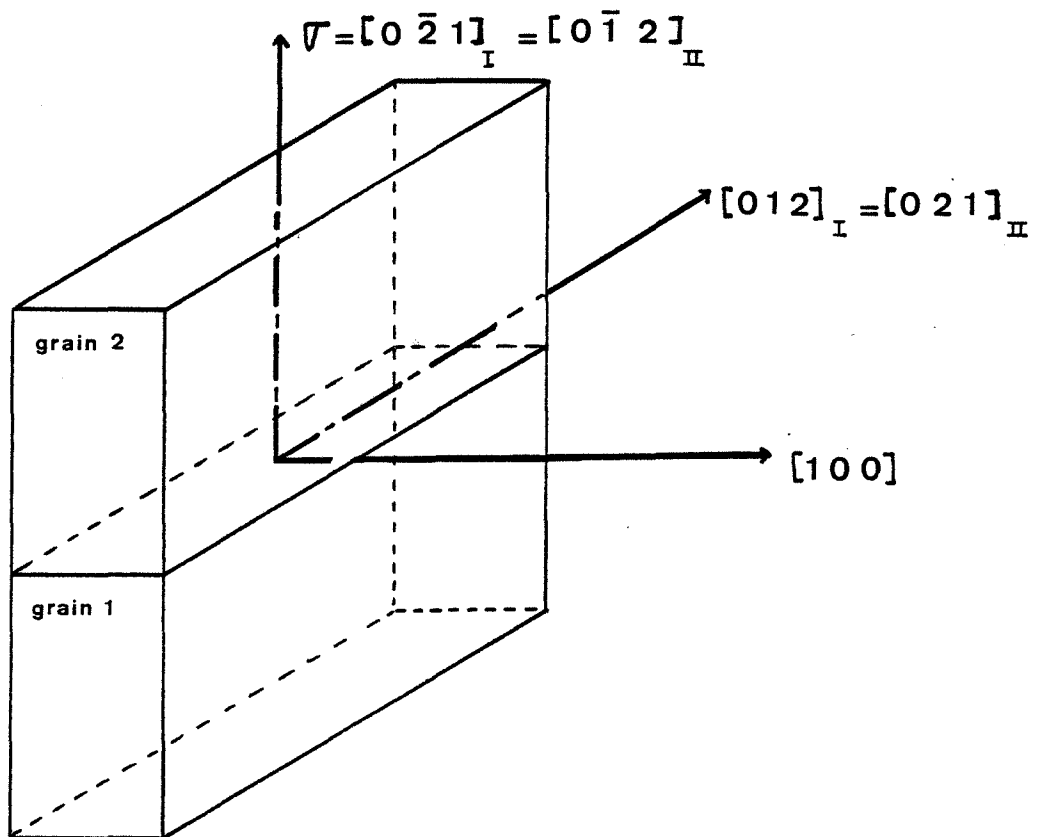


Figure 79 - Contrainte appliquée normale au joint

### III.3.3.2. Expérimentation in-situ au MEHT

Les deux particularités essentielles du MEHT, permettant l'expérimentation in-situ, sont d'une part la qualité du vide, de l'ordre de  $5 \cdot 10^{-7}$  torr, évitant ainsi une oxydation ou une attaque des lames minces, même au cours d'un traitement thermique, d'autre part le volume de l'espace objet confiné entre les pièces polaires, distantes de 20 mm offrant la possibilité d'introduire des accessoires, en particulier le porte-objet de déformation à chaud de type "side-entry" mis au point par PELISSIER, LOPEZ et DEBRENNE /64/.

Ce porte-objet décrit sur la figure 80, permet de couvrir un domaine de température de l'ambiante à environ  $1000^{\circ}$  C et de développer une charge de 0 à 100 g. Il est muni d'un dispositif double inclinaison permettant :

- une rotation de  $\pm 30^{\circ}$  autour de l'axe de la canne porte-objet,
- une rotation de  $\pm 10^{\circ}$  autour d'un axe perpendiculaire à l'axe de la canne et parallèle au plan de l'éprouvette.

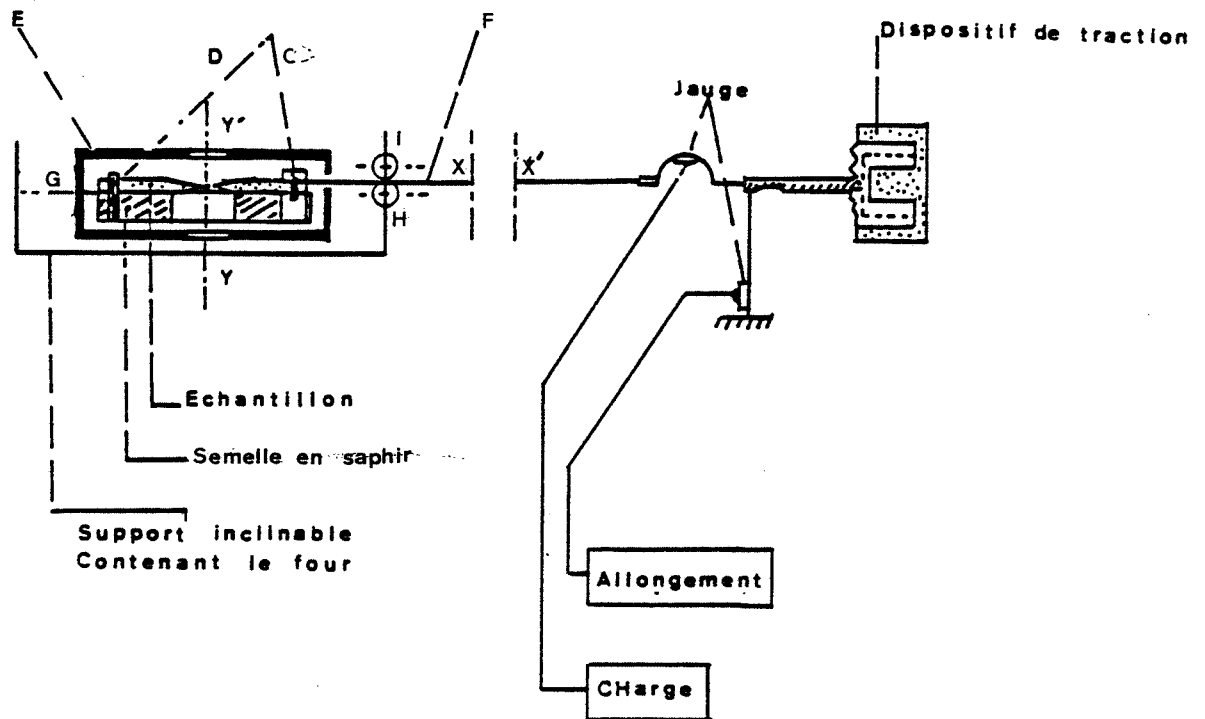
Il est ainsi possible d'obtenir des images de bonne qualité en plaçant simultanément les deux cristaux en condition de diffraction à "deux ondes", soit à l'aide d'un vecteur diffractant commun aux deux cristaux, soit à l'aide de deux vecteurs linéairement indépendants diffractant respectivement dans un cristal et dans le second. De plus, le dispositif double inclinaison permet de corriger, d'une part les erreurs d'orientations cristallographiques introduites lors de la découpe des échantillons, d'autre part les variations d'inclinaison des parties minces de la lame lors de la mise sous charge et du chauffage de l'éprouvette.

Enfin, les images sont recueillies par l'intermédiaire d'une caméra vidéo, munie d'un amplificateur de brillance, reliée à un magnétoscope.

### III.3.3.3. Direction de la contrainte appliquée : $[0\bar{2}1]_1 = [0\bar{1}2]_2$ (voir la figure 79)

Le choix de cet essai est guidé par les 2 remarques suivantes :

- La dimension des bicristaux restreint les possibilités quant au choix de la direction de la contrainte appliquée par rapport à l'interface.
- La mise en oeuvre des micro-éprouvettes de traction est plus facile lorsque la direction de la contrainte appliquée est confondue avec la normale au joint de grains.



- C, D = Goujons assurant la fixation de l'échantillon (A) placé sur une semelle en saphir (B)
- E = Boîtier du four
- F = Fil de traction en chromel de 0,08 mm de diamètre
- G = Thermocouple platine / platine - rhodié
- H, I = Cylindres en alumine
- XX' = Axe de la rotation parallèle à celui de la canne porte-objet
- YY' = Axe de la rotation perpendiculaire à celui de la canne porte-objet

Figure 80 - Schéma de principe du dispositif de traction.

Dans ce cas :

- Les facteurs de SCHMID associés aux deux directions sont les suivants :

systèmes de glissement		$[0\bar{2}1]_1$	$[0\bar{1}2]_2$
111	$1\bar{1}0$	0,164	0,081
	$\bar{1}01$	0,082	0,163
	$0\bar{1}1$	0,245	0,244
$\bar{1}11$	110	0,163	0,082
	101	0,082	0,163
	$0\bar{1}1$	0,245	0,244
$1\bar{1}\bar{1}$	110	0,490	0,245
	011	0,245	0,244
	$\bar{1}01$	0,244	0,489
$11\bar{1}$	101	0,245	0,490
	011	0,244	0,245
	$1\bar{1}0$	0,490	0,245

Dans les 2 cristaux il s'agit d'un glissement double, et la déformation est symétrique par rapport à l'interface.

- La contrainte résolue sur le joint est nulle et seules les incompatibilités de déformations microscopiques pourront être à l'origine du glissement intergranulaire.

### III.3.4 Résultats - Interprétations

Douze micro-éprouvettes ont été déformées dans le microscope à la température de 650° C sous une charge de l'ordre de 100g. Sur les planches photographiques (voir les figures 81 à 83) nous avons résumé les principaux résultats tirés des observations in-situ.

Le premier stade de l'endommagement intergranulaire : la germination, est présenté sur la figure 81. Nous constatons, après l'apparition des carbures au joint de grains (initialement vierge), la

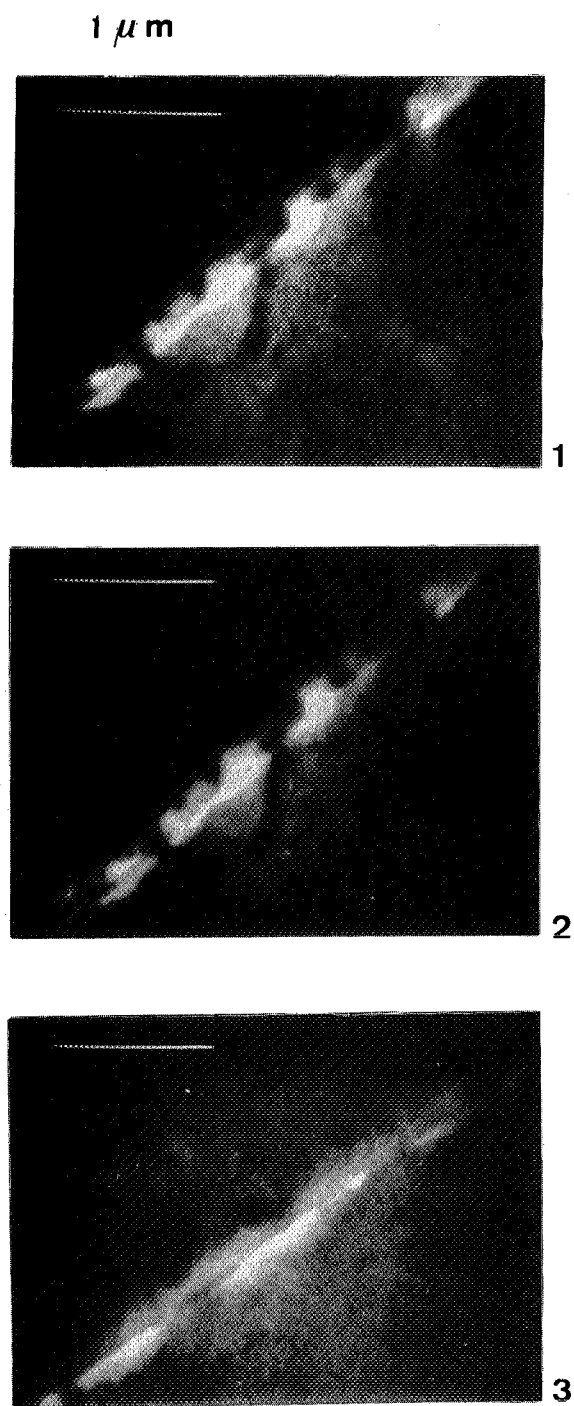
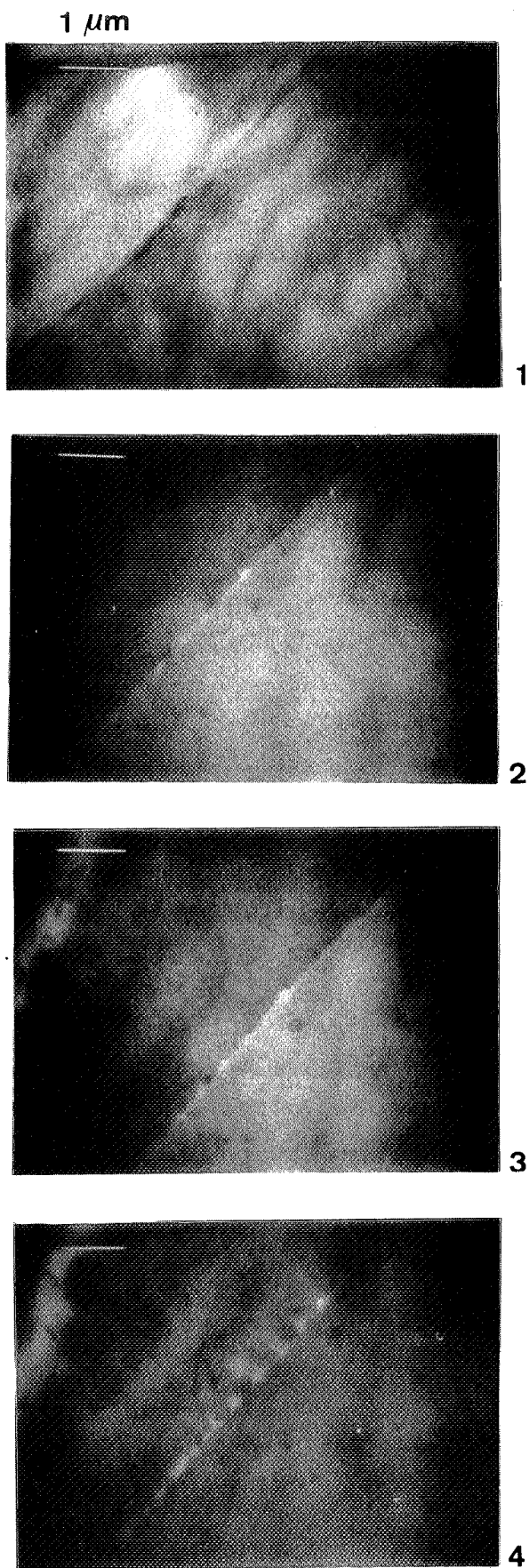


Figure 81 - Germination

Figure 82 - Croissance, coalescence

Observation in-situ à 650° C. (METHT)  
 Bi-cristal  $\Sigma = 5$  direction de la contrainte  $[021]_1$



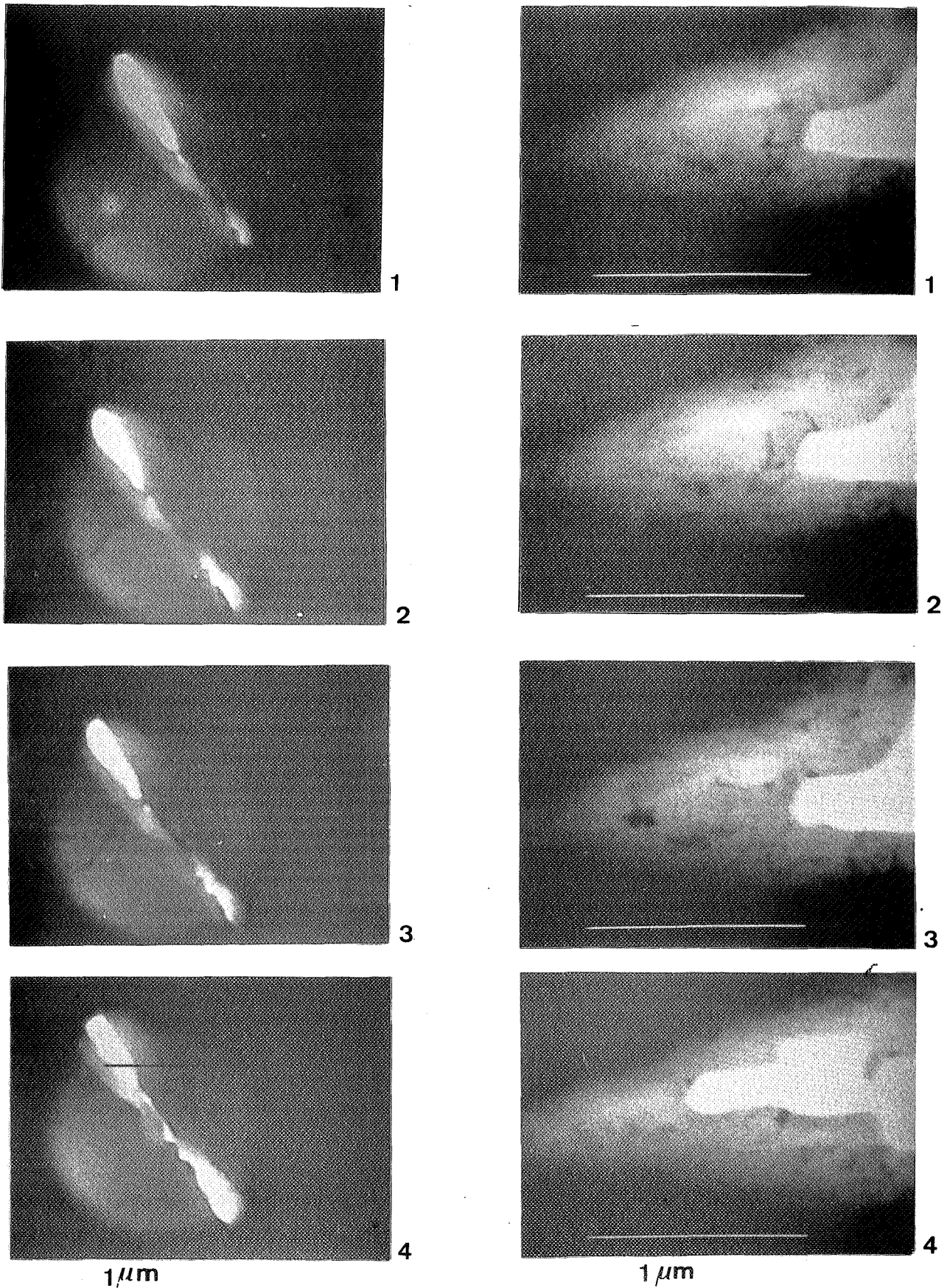


Figure 83 - Propagation par germination, croissance et coalescence d'une cavité :

- a) à partir d'une cavité de taille critique
- b) en aval d'une fissure

Observation in-situ à 650° C . (METHT)  
 Bi-cristal  $\Sigma = 5$  direction de la contrainte  $[021]_1$

création de cavités "quasi-sphérique" à l'aplomb de ces précipités. La taille minimale observée de ces germes est de l'ordre de 50 nm. Ces cavités évoluent alors rapidement vers une morphologie "quasi-fissure".

Sur la figure 82, on présente le stade de croissance-coalescence. Les premiers germes observés croissent puis se rejoignent et forment ainsi une microfissure d'une longueur (critique) de l'ordre de quelques  $\mu\text{m}$  (0,5 à 2  $\mu\text{m}$ ).

Ensuite cette microfissure se propage par un mécanisme de germination et de croissance d'une cavité unique en aval de celle-ci (voir la figure 83). La taille moyenne minimale observée de cette cavité est de 20 à 30 nm. La distance entre cette dernière et la pointe de fissure est approximativement égale à 100 - 150 nm. La cavité s'agrandit et rejoint alors la microfissure. Ce phénomène dynamique, mémorisé sur film vidéo, se répète entraînant la propagation de la fissure.

Lors de cette étude, nous n'avons pas pu observer la structure des dislocations car la présence de cavités intergranulaires ne permet pas de conserver le contraste nécessaire pour la mise en évidence de celle-ci. Il n'a donc pas été possible de relier l'arrangement de ces défauts linéaires à l'endommagement intergranulaire. Il serait donc souhaitable d'effectuer en complément des examens à posteriori d'échantillons bicristallins macroscopiques déformés dans les mêmes conditions.

## IV - DISCUSSION : ANALYSE DE L'ENDOMMAGEMENT PAR FLUAGE

### IV.1 Etude du glissement intergranulaire

Les mesures de glissement intergranulaire réalisées sur des éprouvettes d'Alliage 800 Grade II (échelle micrométrique) ont permis de mettre en évidence les points essentiels suivants : (voir le chapitre III.1).

1- Le taux de glissement  $N_g/N_t$  croît avec la déformation (voir la figure 48).

Ce résultat illustre l'étroite relation d'interdépendance qui existe entre la déformation et le glissement intergranulaire.

2- Les distributions du taux de glissement  $N_g/N_t$  en fonction de l'amplitude de glissement (voir les figures 49 à 51) peuvent s'analyser de la manière suivante :

. Dans les joints de grains parallèles ou perpendiculaires à la direction de la traction, où la contrainte de cisson  $\tau_a$  composante de la contrainte appliquée est négligeable, les glissements de faibles amplitudes apparaissent essentiellement activés par les contraintes internes  $\tau_i$  d'incompatibilité de déformation plastique entre grains adjacents.

. Dans les joints de grains inclinés par rapport à la direction de la traction, les grandes amplitudes de glissements observées apparaissent par contre principalement activées par les fortes valeurs de la composante de cisson de la contrainte appliquée.

On peut noter également que les glissements intergranulaires de grandes amplitudes sont relativement peu nombreux, qu'ils existent uniquement dans les joints inclinés et qu'inversement on observe une forte proportion de glissements de faibles amplitudes quelle que soit la classe angulaire concernée. Ces amplitudes peuvent être estimées à 100 - 500 nm, ce qui représente la distance minimale interprécipité observée dans ce matériau.

### IV.2 Rôles respectifs des capacités d'accommodation de la matrice et des glissements intergranulaires

La faible valeur de l'énergie de faute d'empilement -qui rend le glissement dévié difficile et favorise une déformation planaire- ainsi que le cisaillement des précipités  $\gamma^1$  dans ces plans, provo-

quent une intense localisation de la déformation (voir les chapitres III.1 et 2). Cela réduit fortement la capacité d'accommodation matricielle de l'Alliage 800 vieilli (/65/ /66/).

Les contraintes d'incompatibilité de déformation interfaciale sont donc relaxées localement au niveau de l'émergence des plans de "localisation" par des glissements intergranulaires de faibles amplitudes. Ces glissements provoquent des concentrations de contrainte à l'aplomb des précipités qui, ne pouvant pas être relaxées par la matrice, sont susceptibles de créer des cavités par sursaturation de lacunes (voir le chapitre II.5.2)

Ce phénomène de condensation lacunaire, qui est d'après ce schéma étroitement lié au glissement intergranulaire, doit exister au niveau des obstacles de tous les joints de grains, indépendamment de leur classe angulaire. Toutefois, seuls les amas de lacunes situés dans les joints perpendiculaires à la traction, où la valeur maximale de la contrainte normale au joint ( $\sigma_n$ ), entraîne un rayon de création ( $r_c$ ) minimal, apparaissent susceptibles de former des germes pouvant croître :

$$r_c = 2 \gamma_s / \sigma_n \quad (14)$$

Comparativement, dans les joints inclinés où la contrainte normale au joint  $\sigma_n$  est plus faible et où par conséquent la valeur du rayon critique  $r_c$  est plus élevé, les condensations de lacunes créées par le glissement intergranulaire sont instables et disparaissent par frittage.

Dans ces mêmes joints l'ampleur des glissements intergranulaires activés par la contrainte de cis-sion appliquée  $\tau_a$  s'avère notablement plus limitée que dans le cas de l'acier Z2 CND17/13 analysé précédemment par F. LE NAOUR /21/. Ce comportement apparaît directement lié à la relation qui dans le domaine expérimental concerné, existe entre la déformation matricielle et le glissement intergranulaire /66/.

En effet, la déformation plastique de la matrice crée des incompatibilités de déformation aux joints de grains qui sont accommodées en partie par un glissement intergranulaire. Réciproquement le déplacement des dislocations présentes dans les joints inclinés, sous l'action de  $\tau_a$ , ne peut aboutir à des GI de grandes amplitudes que si la matrice peut accommoder ces cisaillements.

Cette incapacité d'accommodation de la matrice d'alliage 800 vieilli limite l'écoulement des défauts d'interfaces et empêche ainsi d'obtenir aux points triples des concentrations de contrainte susceptibles d'atteindre la valeur critique d'ouverture :  $\sigma_s$  critique ( voir la relation 18).

Ainsi contrairement à l'acier Z2 CND 17/13 dont nous nous proposons maintenant d'analyser l'endommagement il n'y a pas, ou peu, de fissure coin type Zener dans l'Alliage 800.

### IV.3 Etude comparative de l'acier Z2 CND 17/13

Les résultats et analyses précédents ont permis de définir les rôles respectifs des différentes contributions du glissement intergranulaire liés à la possibilité d'accommodation de la matrice dans la germination des décohésions intergranulaires par fluage de l'alliage 800.

Il nous est apparu judicieux de compléter cette analyse de l'endommagement par l'étude d'un autre alliage inoxydable austénitique, caractérisé par une matrice douce c'est à dire non renforcé par une fine précipitation.

Le matériau choisi est l'acier Z2 CND 17/13. L'étude métallographique d'une éprouvette déformée de 10 % montre que les décohésions sont localisées à certains points triples et le long des joints de grains, adjacents à ces points triples, orientés perpendiculairement à la direction de la traction (voir la figure 84).

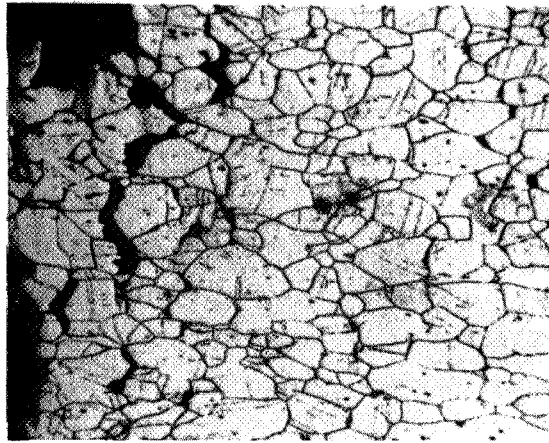
Les caractéristiques de l'endommagement intergranulaire observées à l'échelle micrométrique sont nettement différentes de celles observées dans l'Alliage 800 (à vitesse de déformation comparable).

La déformation n'est plus ici exclusivement localisée dans les plans de glissement simples mais réparti de manière plus homogène comme en témoigne l'organisation des dislocations en cellule.

Cette différence peut s'analyser de la manière suivante . Cet acier est caractérisé par une matrice douce susceptible par activation de plusieurs systèmes de glissement matriciel,

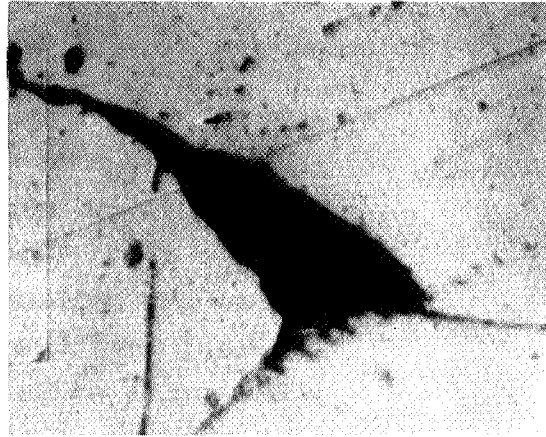
- d'une part d'accommoder la quasi totalité des incompatibilités de déformation entre grains
- d'autre part de faciliter l'écoulement des défauts linéaires jusqu'au point triple, dans les joints inclinés.

A ce niveau il y a formation d'une décohésion "coin" lorsque les contraintes atteignent la valeur critique d'ouverture :  $\sigma_s$  critique.



X 50

a



X 1000



b

2  $\mu$ m  
└─┘

Figure 84

- Exemple d'endommagement en fluage de l'acier 316
- a) décohesion coin type Zener
- b) joint avec cellules de dislocations

#### IV.4 Analyse du stade de propagation

Le premier stade de l'endommagement par fluage, comme nous venons de le voir, s'analyse différemment selon le matériau ou/et son état de renforcement.

Pour l'Alliage 800 à la fin de la phase de germination, seules existent les cavités à l'aplomb des précipités dans les joints perpendiculaires à la direction de la traction. Ces cavités de morphologie "quasi-équilibre" croissent par un mécanisme diffusionnel, puis coalescent et forment ainsi une microfissure stable de quelques micromètres.

Pour l'Acier 316 la décohésion "coin" présente une morphologie de "quasi-fissure".

Pour les deux alliages, la microfissure se propage alors conformément aux résultats expérimentaux "in-situ", par germination puis croissance d'une cavité en aval de sa pointe.

L'expérimentation "in-situ" qui nous a permis d'accéder à la chronologie des événements ne peut évidemment être considérée que comme une représentation approximative du cas réel d'un matériau épais. La germination et la croissance des cavités sont favorisées par la proximité des sources parfaites de lacunes que sont les surfaces libres de la lame mince. Au delà de cette réserve qui doit être prise en compte du moins au niveau de la cinétique du phénomène, l'identification des modes d'endommagement est susceptible de contribuer à l'édification du schéma de ruine, à chaud des aciers.

Le modèle théorique proposé par WILKINSON et VITEK /45/ (voir le chapitre II.534) semble s'appliquer à nos observations.

Par analogie avec l'allure de la contrainte principale d'une éprouvette axisymétrique entaillée de type FLE 0.1 /57/ on suppose qu'au maximum de la contrainte principale locale due à la microfissure, une cavité germe par condensation de lacune ; puis croît par un modèle diffusionnel du type HULL et RIMMER /37/ et enfin atteint la pointe de la microfissure. Le processus se reproduit alors jusqu'à ce que de nombreux joints soient déconsolidés et conduisent à la rupture finale par instabilité plastique.

Les différents stades de l'endommagement par fluage des aciers Z2 CND 17/13 et Z5 NCTA 33/21 que nous venons d'analyser sont schématisés sur les figures 85 et 86.

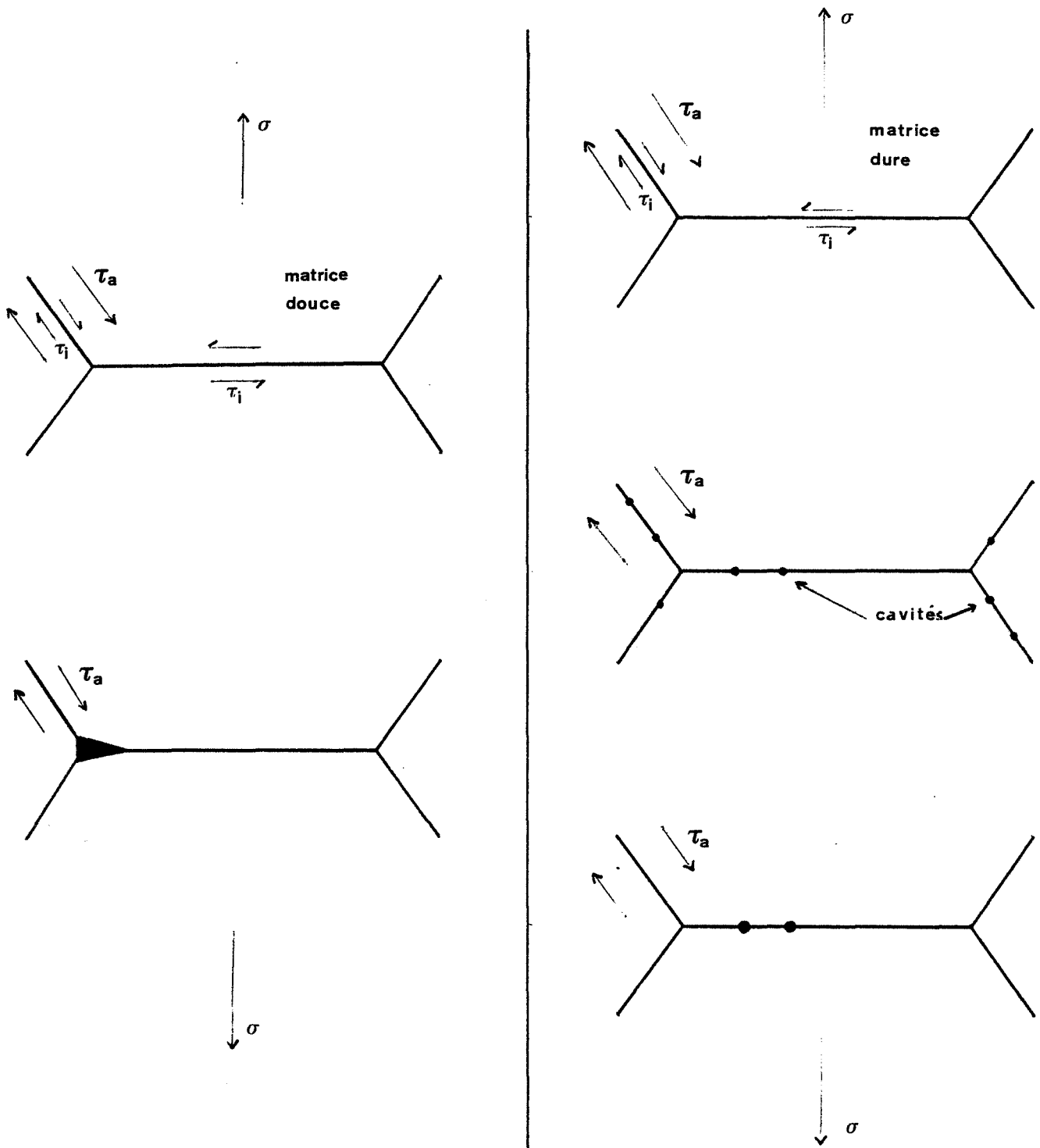


Figure 85 - Schémas proposés pour décrire le premier stade de l'endommagement par fluage des aciers Z2 CND 17 13 et Z5 NCTA 33 21



Z 2 CND 17.13

Z 5 NCTA 33.21

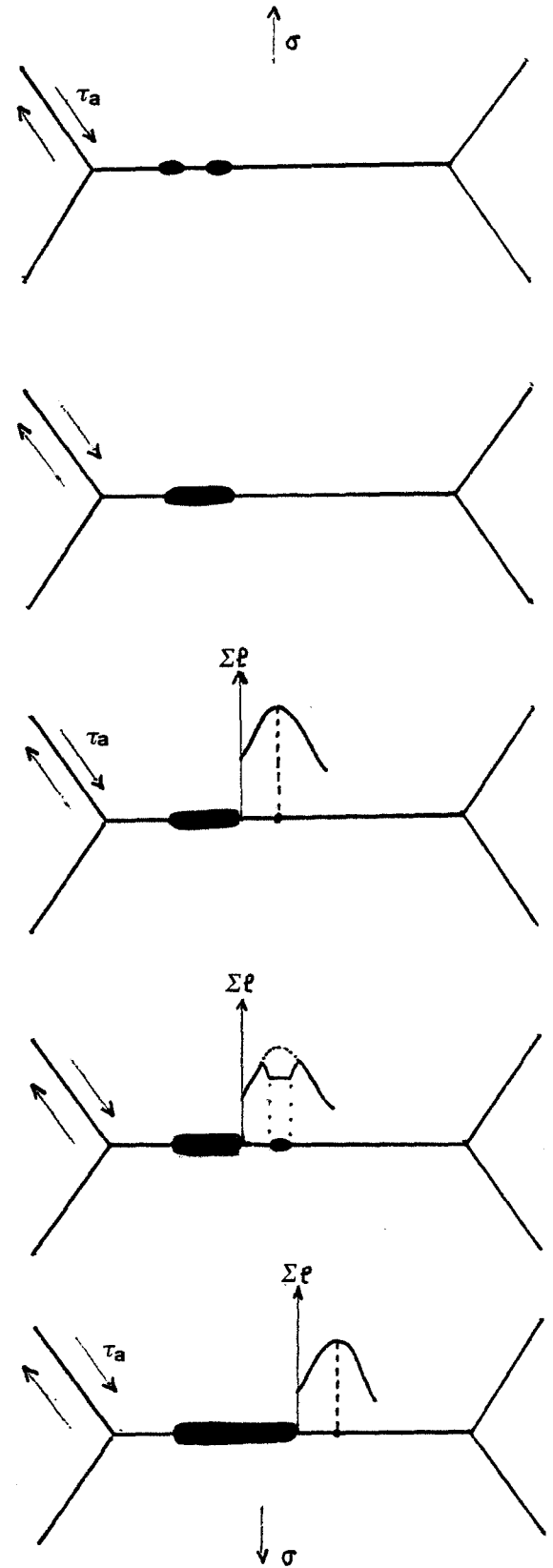
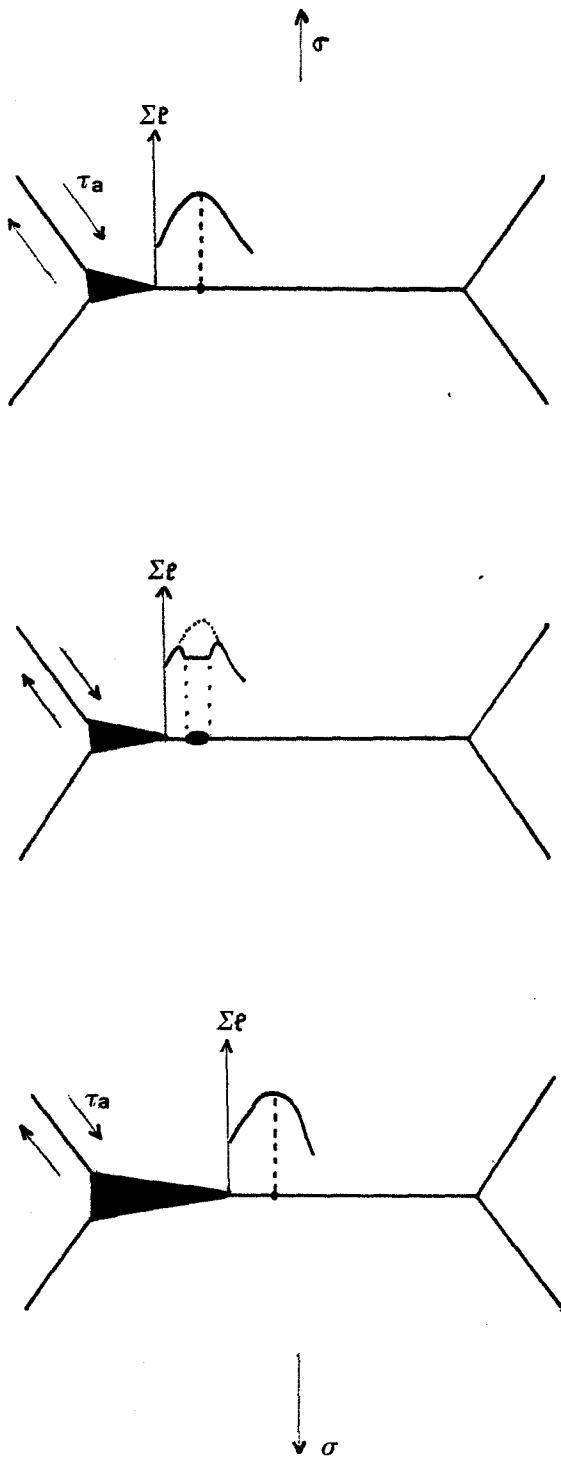


Figure 86 . Schèmes proposés pour décrire les stades de croissance, coalescence et propagation

Au chapitre II.5.3.4 nous avons établi l'équation de la vitesse de propagation d'une fissure conformément au modèle de WILKINSON et VITEK /45/.

$$\dot{a} = C^* 1/(n_2 + 1) \quad \Omega \delta D_b / (2 \lambda B_2 \ln 2)^{1/(n_2 + 1)} kT (r_\lambda^2 - r_s^2) \quad (50)$$

A partir de nos résultats, nous pouvons maintenant exploiter cette équation pour l'acier 316 et l'Alliage 800 à 550° C (823 K).

◇ Pour l'acier 316 nous devons pour cela calculer :

$$\begin{aligned} \delta D_b &= 2 \cdot 10^{-13} \exp(-167 \text{ kJ môle}^{-1} / RT) \\ &= 5,03 \cdot 10^{-m} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1} = 1,81 \cdot 10^{-20} \text{ m}^3 \text{ n}^{-1} \end{aligned}$$

$$\dot{\epsilon} = 5,9 \cdot 10^{-26} \sigma^{8,2}; \quad \sigma \text{ en MPa et } \dot{\epsilon} \text{ en h}^{-1} \text{ (selon /60/)}$$

d'où

$$n_2 = 8,2 \text{ et } B_2 \text{ (avec } \sigma \text{ en Pa et } \dot{\epsilon} \text{ en h}^{-1}) = 3,72 \cdot 10^{-75}$$

et

$$\ln 2 = 4,7 \text{ (selon /46/)}$$

$$\Omega = 1,21 \cdot 10^{-29} \text{ m}^3$$

$$kT = 1,136 \cdot 10^{-20} \text{ J}$$

$$\lambda = 100 \cdot 10^{-9} \text{ m}$$

$$r_\lambda = 50 \cdot 10^{-9} \text{ m}$$

$$r_s = 20 \cdot 10^{-9} \text{ m}$$

$$\text{d'où } r_\lambda^2 - r_s^2 = 2,1 \cdot 10^{-15} \text{ m}^2$$

on aboutit à la relation :

$\dot{a} = 5,1 \cdot 10^{-6} C^* 0,11 \text{ avec } C^* \text{ en Nm}^{-1} \text{ h}^{-1} \text{ et } \dot{a} \text{ en m h}^{-1}$
--

◇ Pour l'Alliage 800 nous devons également calculer :

$\delta D_b$  : Par comparaison avec les résultats de PERKINS et al /67/ pour l'acier 316, nous détermi-

nous les valeurs du coefficient de diffusion et de l'énergie d'activation pour l'alliage 800 (base Fe; 33 % Ni ; 21 %) Cr :

$$\begin{aligned} \delta D_b &= 3,7 \cdot 10^{-14} \exp (-151 \text{ kJ môle}^{-1} / RT) \\ &= 9,64 \cdot 10^{-24} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1} = 3,47 \cdot 10^{-20} \text{ m}^3 \text{ h}^{-1} \end{aligned}$$

$$\dot{\epsilon} \text{ (en h}^{-1}\text{)} = 4,95 \cdot 10^{-36} \sigma^{12,135}, \quad (\sigma \text{ en MPa})$$

$$\text{d'où } n_2 = 12,135$$

$$\begin{aligned} B_2^{1/n_2+1} &= \dot{\epsilon}^{1/(n_2+1)} / \sigma^{n_2/(n_2+1)} \quad (\text{avec } \sigma \text{ en Pa et } \dot{\epsilon} \text{ en h}^{-1}\text{)} \\ &= 5,873 \cdot 10^{-9} \end{aligned}$$

$$\text{et } \ln_2 = 4,5 \quad (\text{selon /46/}).$$

avec

$$\lambda = 100 \cdot 10^{-9} \text{ m}$$

$$n = 50 \cdot 10^{-9} \text{ m}$$

$$r_s = 20 \cdot 10^{-9} \text{ m}$$

nous obtenons alors

$$\dot{a} = 8,65 \cdot 10^{-6} C^{*0,076} \quad \text{avec } C^* \text{ en Nm}^{-1} \text{ h}^{-1} \text{ et } \dot{a} \text{ en m h}^{-1}.$$

Sur la figure 87 nous portons les résultats expérimentaux obtenus par SOLIGNAC /60/ pour l'acier 316 à 550° C ainsi que les nôtres pour l'alliage 800 à la même température, afin de les comparer aux valeurs déduites du modèle de WILKINSON et VITEK /45/.

Les vitesses de propagation calculées d'après le modèle sont du même ordre de grandeur que celles déterminées expérimentalement. Leurs évolutions en fonction de  $C^*$  sont également croissantes mais différentes des évolutions expérimentales. La vitesse de propagation pour l'alliage 800 est tout à fait comparable (bien que légèrement supérieure) à celle de l'Acier 316.

Ce résultat est conforme à l'analyse de l'endommagement que nous venons de présenter. En effet, les différences observées entre ces 2 aciers inoxydables austénitiques s'expliquent par un stade de germination différent alors que le stade de propagation est considéré identique.

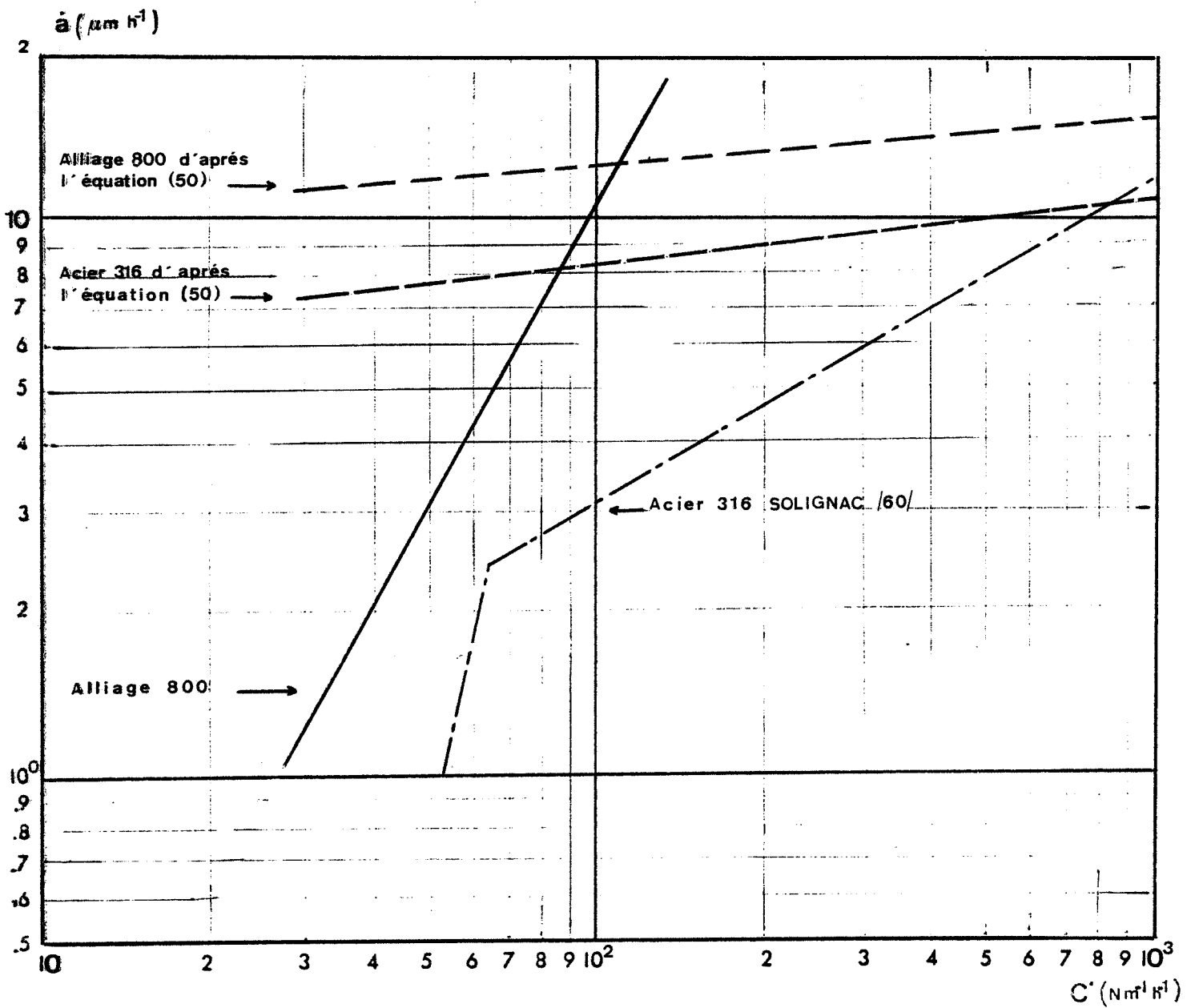


Figure 87 - Relations entre la vitesse de fissuration  $\dot{a}$  et le paramètre  $C^*$

## V - CONCLUSION

Cette étude de l'endommagement par fluage des aciers inoxydables austénitiques du type Alliage 800 et Acier 316 a permis de préciser l'identification et l'analyse d'un certain nombre de mécanismes microscopiques essentiels.

L'analyse statistique du glissement intergranulaire et de l'endommagement micrométrique sur des éprouvettes polycristallines d'Alliage 800 grade II a précisé le rôle des 2 paramètres structuraux fondamentaux : renforcement matriciel et glissement au joint.

L'analyse microstructurale des 4 états de l'Alliage 800 grade II et des zones proches du front de fissure d'éprouvettes axisymétriques d'Alliage 800 grade I vieilli, nous a permis de déterminer les mécanismes de déformation et de montrer ainsi les différences d'accommodation matricielles qui existent entre l'Alliage 800 et l'Acier 316.

Les résultats de l'expérimentation "in-situ" sur des éprouvettes bicristallines d'acier Z CN 17/13 ont permis d'accéder à la chronologie des événements. Cet avantage a été obtenu au détriment des possibilités d'analyse des dislocations.

Lors de ces expériences, nous avons pu également déterminer les grandeurs caractéristiques de l'endommagement d'échelle nanométrique telles que la taille des cavités, la distance entre la pointe de fissure et la cavité en aval.

L'ensemble de ces résultats et analyses nous a permis de proposer un schéma de ruine pour les 2 types d'endommagement observés. Ce schéma de ruine a conduit à un début de modélisation.

La démarche que nous avons développée et qui consiste à corréler des modèles d'endommagement appuyés sur l'évolution statistique de population de défauts, à une analyse des processus élémentaires, semble être une approche, dans l'état actuel des connaissances, des plus prometteuses, pour accroître la prévision des durées de vie des structures en service.

Il apparaît donc souhaitable de développer dans cette direction, l'effort de compréhension de la rupture à chaud déjà commencé.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- /1/ G. ROBERT : *"Synthèse sur la rupture à chaud des aciers inoxydables austénitiques"*.  
Revue Scientifique et Technique du Département de Métallurgie de Grenoble, CEA  
/IRDI/DMECN, CEN Grenoble, 1983.
- /2/ E. MASS : *"Propagation des fissures par fluage dans l'acier inoxydable austénique Z3 -  
CND 17-13"*.  
Thèse de Docteur Ingénieur, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, Paris,  
1984.
- /3/ Ph. BENSUSSAN, R. PELLOUX, A. PINEAU : *"Application de la mécanique de la rupture  
à la fissure de fluage d'un alliage d'aluminium"*.  
ETCA, Journées Matériaux, 2, pp 173-202, Arcueil, 1984.
- /4/ D. FRANCOIS, K. DANG VAN, F. MUDRY : *"Paramètres mécaniques utilisés pour la pro  
pagation des fissures en fluage"*.  
Mémoires et Etudes scientifiques, revue de Métallurgie, pp. 367-376, 1983.
- /5/ V.M. RADHAKRISHNAN : *"Considération concerning crack growth in creep"*.  
Res. Mechanica, 13, pp 23-41, 1985.
- /6/ C.B. HARRISON, G. SANDOR : *"High temperature crack growth in low-cycle fatigue"*.  
Eng. Fracture Mech., 3, pp 403-420, 1971.
- /7/ C.L. FORMBY, R.D. NICHOLSON : *"Validity of various fracture-mechanics methode at  
creep temperatures"*.  
Int. J. Fract., 11, pp 595-604, 1975.

- /8/ J.R. HAIGH : *"The mechanisms of macroscopic high temperature crack growth"*.  
Materials Sc. and Eng., **20**, pp 225-235, 1975.
- /9/ B.L. FREEMAN : *"The estimation of creep crack growth rates by reference stress methods"*.  
Int. J. of Fract., **15**, pp 179-190, 1979.
- /10/ R. PIQUES, A. PINEAU : *"Nocivités des défauts à haute température dans l'acier Z2 CND 17-13 SPH"*.  
RAPPORT MM (AP-RP) 06-86.
- /11/ H. RIEDEL, J.R. RICE : *"Tensile cracks in creeping solids"*  
Fracture mechanics ASTM STP 700, pp 112-130, 1980.
- /12/ J.D. LANDES, J.A. BEGLEY : *"A fracture mechanics approach to creep crack growth"*.  
Mechanics of crack growth ASTM STP 590, pp 128-148, 1976.
- /13/ J.R. RICE, P.C. PARIS, J.C. MERKLE : *"Some further results of J. Integral analysis and estimates"*.  
Progress in flaw growth and fracture toughness testing ASTM STP 536, pp 231-245, 1973.
- /14/ R. KOTERAZAWA, T. MORI : *"Applicability of Fracture Mechanics Parameters to Crack Propagation Under Creep Condition"*.  
J. of Eng. Mat. and Tech., pp 198-305, 1977.
- /15/ S. TAIRA, R. OHTANI, T. KITAMURA : *"Application of J-Integral to high temperature crack propagation part 1 - Creep crack propagation"*.  
J. of Eng. Mat. and Tech., **101**, pp 154-161, 1979.

- /16/ F.C. MONKMAN, N.J. GRANT : *"An Empirical Relation ship between rupture life and minimum creep rate in creep - rupture tests"*.  
ASTM, 72, 1956.
- /17/ M. GUTTMANN : *"Mécanismes microscopiques de la germination et de la croissance des cavités et des fissures intergranulaires dans les métaux et alliages à haute température sous sollicitation monotone et cyclique"*.  
EDF, Communication EMA n° 97, 1982.
- /18/ H.J. FROST, M.F. ASHBY : *"Deformation - Mechanism Maps"*.  
The plasticity and creep of metals and ceramics, Pergamon Press, 1982.
- /19/ R. RAJ : *"Nucleation of cavities at second phase particles in grain boundaries"*.  
Acta Met., 26, pp 995-1006, 1978.
- /20/ R. RAJ, M.F. ASHBY : *"Intergranular Fracture at elevated temperature"*.  
Acta Met., 23, pp 653-666, 1975.
- /21/ F. LE NAOUR : *"Influence de la précipitation intergranulaire sur le glissement aux joints au cours du fluage des aciers Z2 CND 17-13 entre 550° C et 700° C"*.  
Thèse de Docteur Ingénieur INPG, Grenoble, 1984.
- /22/ Groupe de travail "Matériaux" EDF-CEA - DOCUMENT N° 8, 1977.
- /23/ A.S. ARGON, I.W. CHEN, C.W. LAU : *"Intergranular cavitation in creep : theory and experiments"*.  
Creep-Fatigue Environment Interactions, Edited by R.M. Pelloux and N.Stoloff, the Met. Soc. of AIME, 1980.



- /24/ P. MUSSOT : *"Corrélation entre incompatibilités de déformation de grain à grain et glissement intergranulaire"*.  
Thèse de Docteur 3ème cycle, Université de Paris Nord, Paris, 1983.
- /25/ W. BOLLMANN :  
Crystal defects and crystalline interfaces, Springer Verlag, Berlin, 1970.
- /26/ X. BAILLIN : *"Etude de l'influence des joints de grains sur la déformation plastique de bicristaux de germanium"*.  
Thèse de Docteur Ingénieur, INPG, Grenoble, 1985.
- /27/ D. HULL, D.J. BACON : *"Introduction to Dislocations"*.  
Third edition, Pergamon press, pp 207-209, 1984.
- /28/ A.N. STROH : *"The formation of cracks in plastic flow II"*.  
Royal Society, Proceedings, 232, pp 548-560, 1955.
- /29/ C. ZENER : *"Elasticity and anelasticity of metals"*.  
University of Chicago Press, Chicago, p 158-159, 1948.
- /30/ C.W. CHEN, E.S. MACHLIN : *"On the mechanism of intercrystalline cracking"*.  
Act. Met., 4, pp 655-656, 1956.
- /31/ R.D. GIFKINS : *"A mechanism for the formation of intergranular cracks when boundary sliding occurs"*.  
Act. Met., 4, pp 98-99, 1956.
- /32/ E. SMITH, J.T. BARNBY : *"Nucleation of Grain - Boundary cavities during high-temperature creep"*.  
Metal Sci. Journal, 1, pp 1-4, 1967.

- /33/ R.G. FLECK, D.M.R. TAPLIN, C.J. BEEVERS : *"An investigation of the nucleation of creep cavities by 1 MV electron microscopy"*.  
Acta Met., 23, pp 415-524, 1975.
- /34/ M. KIKUCHI, K. SHIOZAWA, J.R. WEERTMAN : *"Void nucleation in astroloy : theory and experiments"*.  
Acta Met., 29, pp 1747-1758, 1981.
- /35/ A.E.B. PRESLAND, R.I. HUTCHINSON : *"The effect of substructure on the nucleation of grain-boundary cavities in magnesium"*.  
J. of the Inst. Met., 92, pp 264-269, 1963-64.
- /36/ G. SAINFORT : *"La rupture à chaud"*.  
Compte-rendu DMG n° 05/73 , CEA/DMECN, CEN Grenoble, 1973.
- /37/ D. HULL, D.E. RIMMER : *"The growth of grain-boundary voids under stress"*.  
Phil. Mag., 4, pp 673-687, 1959.
- /38/ T.J. CHUANG, K.I. KAGAWA, J.R. RICE, L.B. SILLS : *"Non equilibrium models for diffusive cavitation of grain interfaces"*.  
Acta Met., 27, pp 265-284, 1979.
- /39/ W. BEERE, M.V. SPEIGHT : *"Vacancy potential and void growth on grain boundaries"*.  
Metal Sci., 9, 190, 1975.
- /40/ M.V. SPEIGHT, W.B. BEERE, G. ROBERTS : *"Growth of intergranular cracks by diffusion"*.  
Matériel Sci. and Eng., 36, pp 155-163, 1978.

- /41/ A. NEEDLEMAN, J.R. RICE : *"Plastic creep flow effects in the diffusive cavitation of grain-boundaries"*.  
Acta Met., 28, pp 1315-1332, 1980.
- /42/ I.W. CHEN, A.S. ARGON : *"Diffusive growth of grain-boundary cavities"*.  
Acta Met., 29, pp 1759-1768, 1981.
- /43/ J.W. HANCOCK : *"Creep Cavitation without a vacancy flux"*.  
Met. Sci., 10, p 319-325, 1976.
- /44/ M.F. ASHBY, B.F. DYSON : *"Creep damage mechanics and micromechanism"*.  
Advances in fracture research (fracture 84), Editors : S.R. Valluri, D.M.R. Taplin, P. Rama rao, J.F. Knott, R. Dubey, 1, pp 3-30, 1984.
- /45/ D.S. WILKINSON, V. VITEK : *The propagation of cracks by cavitation : a general theory"*.  
Acta Met., 30, pp 1723-1732, 1982.
- /46/ J.W. HUTCHINSON : *"Singular behaviour at the end of a tensile crack in a hardening material"*.  
J. Mechanics and Phys. Solids, 16, pp 13-31, 1968.
- /47/ P. SPITERI : *"Etude de l'alliage Fer-Nickel-Chrome type Incoloy 800 en vue de son utilisation dans les générateurs de vapeur de réacteurs nucléaires à neutrons rapides. 2ème partie : Essais de vieillissement et de fluage jusqu'à 30 000 heures de l'alliage dans deux états de traitement thermique"*.  
EDF, communication EMA : HC/PV D. 372 MAT/T. 41, 1977

- /48/ Ph. BERGE, J.R. DONATI, D. GUTTMANN, P. SPITERI, L. VALIBUS : *"L'évolution structurale en température des alliages du type Incoloy 800 et son influence sur les caractéristiques mécaniques"*.  
Mém. Sci. Rev. Metallurgie, 11, pp 837-858, 1975.
- /49/ F. POZARNIK : *"Evolutions structurales développées au cours du vieillissement de l'alliage type 800 et leurs conséquences sur les propriétés mécaniques du matériau"*.  
Rapport CEA - R - 5249, CEA/IRDI/DMECN/CEN Saclay, 1984.
- /50/ E. OROWAN :  
Symposium on Internal Stress in Metals, Institute of Metals, London, pp 451-453, 1948.
- /51/ J.C. ARNAUD, J. DESSUS, G. NOMBALAI, G. ROBERT : *"Influence des traitements thermomécaniques sur la microstructure et le comportement en fluage à 550° C de l'alliage 800"*.  
Compte-rendu DMG N° 03/85, CEA/IRDI/DMECN/CEN Grenoble, 1985.
- /52/ J.L. STRUDEL : *"Intéactions des dislocations avec les impuretés mobiles"*.  
Dislocations et déformations plastiques, Ecole d'Eté d'Yrivals, les Editions de Physiques, pp 199-222, 1979.
- /53/ J.C. ARNAUD, J.E. MAZILLE : *"Caractérisation et mesure par analyse d'image de l'endommagement en fluage à 650° C de l'Alliage 800 (grade II)"*.  
Mémoires et Etudes Scientifiques, Revue de Métallurgie, septembre 1987.
- /54/ M. COSTER, J.L. CHERMANT : Précis d'Analyse d'Images, Edition du CNRS, 1986.

- /55/ C. LEVAILLANT : *"Approche métallographique de l'endommagement d'aciers inoxydables austéniques sollicités en fatigue ou en fluage : description et interprétation physique des interactions fatigue-fluage-oxydation"*.  
Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris, Thèse d'état présentée à l'UTC, Compiègne, 1984.
- /56/ A. DIBOINE : *"Influence de la triaxialité des contraintes sur la cavitation intergranulaire induite par fluage dans un acier inoxydable austénitique"*.  
Rapport de DEA - GRECO (EMP), Orsay, 1982.
- /57/ M. YOSHIDA : *"Endommagement intergranulaire de fluage dans un acier inoxydable 17 Cr - 12 Ni : étude quantitative - Rôle de la multiaxialité des contraintes"*.  
Thèse de Docteur 3ème cycle, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, Paris, 1985.
- /58/ A. MATHIOT, G. ROBERT : *"Etude de la précipitation de la phase  $\gamma$  dans l'Alliage 800 par diffusion des neutrons aux petits angles, II : résultats expérimentaux"*.  
Compte rendu DMG n° 14/84, CEA/IRDI/DMECN/CEN Grenoble, 1984.
- /59/ G. ROBERT : *"Alliage 800 - Données de dimensionnement. Synthèse des résultats en fin d'APD"*.  
Compte rendu DMG N° 36/87, CEA/IRDI/DMECN/CEN Grenoble, 1987.
- /60/ M.P. SOLIGNAC : *"Etude du comportement à la fissuration en fluage et en fatigue d'aciers inoxydables austéniques Z2 CND 17-12 (316 L) à 550° C"*.  
Rapport CEA - R - 5380, CEA/IRDI/DMECN/CEN Saclay, 1987.
- /61/ M. AUBERT, M. MOTTOT, M.P. SOLIGNAC : *"Creep crack growth round robin on 316 L SPH Stainless steel"*.  
Final report n° 13/09, CEA/IRDI/DMECN/CEN Saclay, 1986.

## ANNEXE 1

**A.1.1. Facteur d'intensité de contrainte K (MPa  $\sqrt{m}$ )**

En mode I et pour une éprouvette axisymétrique fissurée : /10/

$$K = (P / 2 \pi R^2) (\pi a R / b)^{1/2} (1 - 0,5 (R / b) + 0,375 (R / b)^2 - 0,363 (R / b)^3 + 0,731 (R / b)^4)$$

**A.1.2. Intégrale J (N m<sup>-1</sup>)**

(/10/ ; /11/ ; RICE, PARIS, MERKLE /13/ ; KOTERAZAWA, MORI /14/ ; TAIRA, OHTANI, KITAMURA /15/).

J est définie par :

$$J = (-1 / 2 \pi R) \int_0^P (\partial \delta / \partial R) dP.$$

$$\text{et } \delta = L_{\text{réf}} f t (\sigma_{\text{réf}}) = R f t (P / \pi R b)$$

$$\text{d'ou } (d\delta / dP) = R [f t (P / \pi R b)]' (1 / \pi R b)$$

$$\text{Par conséquent } J = (-1 / 2 \pi R) \int_0^P (\partial / \partial R) (R f t (P / \pi R b)) dP$$

$$\Leftrightarrow -2 \pi R J = \int_0^P f t (P / \pi R b) dP + \int_0^P R [f t (P / \pi R b)]' (-P / \pi R^2 b) dP$$

$$\Leftrightarrow -2 \pi R J = \int_0^P (\delta / R) dP + \int_0^P (-P / R) (d\delta / dP) dP$$

Dans le cas où le comportement du matériau se ramène à un comportement élastique non linéaire de la forme  $\varepsilon = B_0 \sigma^n$  alors  $\delta a$  pour expression :

$$\delta = L_{\text{réf}} B_0 \sigma_{\text{réf}}^n = R B_0 (P / \pi R b)^n$$

$$\text{et donc } (d\delta / dP) = n R B_0 (P / \pi R b)^{n-1} (1 / \pi R b) = n \delta / P.$$

$$\text{et alors : } -2 \pi R^2 J = \int_0^P \delta dP - \int_0^P P (n\delta / P) dP$$

$$-2 \pi R^2 J = \int_0^P \delta dP (1 - n)$$

$$-2 \pi R^2 J = (1 - n) \int_0^P RB_0 (P / \pi Rb)^n dP$$

$$-2 \pi R^2 J = (1 - n) [RB_0 (P / \pi Rb)^{n+1} (\pi Rb / n + 1)]$$

$$-2 \pi R^2 J = (1 - n) [RB_0 (P / \pi Rb)^n (P / \pi Rb) (\pi Rb / n + 1)]$$

$$-2 \pi R^2 J = (1 - n) (\delta P / n + 1)$$

$$\Leftrightarrow J = (n - 1 / n + 1) (P\delta / 2 \pi R^2)$$

### A.1.3. Validité du paramètre $C^*_{ex}$ en propagation de fissure.

PIQUES et PINEAU /10/ pour simuler le fluage en phase de propagation développent une approche "en déplacement". Ils considèrent que le déplacement  $\delta(t)$  de la base de mesure d'une éprouvette fissurée en propagation à l'instant  $t$  s'exprime de la façon suivante :

$$\delta(t) = L_{ref} B'^1 \sigma_{ref}^{n'^1} t^{p'^1} \quad (\text{A 1.3.1})$$

$B'^1$ ,  $n'^1$ ,  $p'^1$  sont les coefficients de la loi de fluage primaire écrite sous la forme "time-hardening" :

$$\dot{\epsilon} = B'^1 p'^1 \sigma^{n'^1} t^{-(1-p'^1)}$$

La relation (A 1.3.1) appliquée aux éprouvettes axisymétriques permet une détermination analytique de  $\delta_{ex}$ .

$$\text{on a } \delta_{ex}(t) = R(t) B'^1 (P / \pi R(t) b)^{n'^1} t^{p'^1}$$

$$\text{avec } R(t) = b - a(t)$$

Par conséquent :

$$(d \delta_{ex}(t) / dt) = R(t) B^{\prime 1} (P / \pi R(t) b)^{n^{\prime 1}} p^{\prime 1} t^{-1+p^{\prime 1}}$$

$$+ B^{\prime 1} t^{p^{\prime 1}} (P / \pi b)^{n^{\prime 1}} (1 - n^{\prime 1}) R(t)^{-n^{\prime 1}} R'(t)$$

$$(d \delta_{ex}(t) / dt) = \delta_{ex}(p^{\prime 1} / t) + (1 - n^{\prime 1}) \delta_{ex}(R'(t) / R)$$

on obtient donc :

$$\dot{\delta}_{ex}(t) = \delta_{ex}(p^{\prime 1} / t) + (n^{\prime 1} - 1) \delta_{ex}(\dot{a} / R)$$



## ANNEXE 2

## A. 2. 1. Ensemble des données pour l'acier 316 à 650° C (923 K) :

b	= distance interatomique = $2,58 \cdot 10^{-10}$ m.	
$\Omega$	= volume atomique = $1,21 \cdot 10^{-29}$ m <sup>3</sup>	/18/
p	= taille du précipité intergranulaire = $0,6 \cdot 10^{-6}$ m, selon LE NAOUR	/21/
l	= distance interprécipité définie à la figure 11 = $0,75 \cdot 10^{-6}$ m	/21/
L	= autre distance interprécipité = $l + p = 1,35 \cdot 10^{-6}$ m	/21/
c	= $p / L = 0,444$	
d	= taille du grain = $250 \cdot 10^{-6}$ m	/21/
$\delta D_b$	= épaisseur du joint multipliée par le coefficient de diffusion du joint de grains = $2 \cdot 10^{-13} \exp(-167 \text{ kJ mole}^{-1} / RT)$	/18/
à T	= 923 K, on a $\delta D_b = 7,076 \cdot 10^{-23} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$	/18/
$\delta$	= épaisseur du joint = $5 \cdot 10^{-10}$ m	/38/
$D_v$	= coefficient de diffusion en volume = $3,7 \cdot 10^{-5} \exp(-280 \text{ kJ mole}^{-1} / RT)$	
à T	= 923 K, on a $D_v = 5,27 \cdot 10^{-21} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$	/18/
$\delta_s$	= $\Omega^{1/3} = 2,3 \cdot 10^{-10}$ m	/38/
$D_s$	= coefficient de diffusion en surface = $2,4 \exp(-243 \text{ kJ} / RT)$	
à T	= 923 K, on a $D_s = 4,24 \cdot 10^{-14} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$	/40/

$$\gamma_s = 1,95 \text{ Jm}^{-2} \quad /38/$$

$$A = \text{coefficient du fluage visco-plastique, (constante de DORN)} = 1 \cdot 10^{10} \quad /18/$$

$$G = 57\,302 \text{ MPa à } 923 \text{ K} \quad /18/$$

$$\nu = 0,28 \quad /38/$$

$$n_2 = \text{exposant de contrainte de la loi de fluage visco-plastique} = 7,9 \quad /18/$$

$$\beta(c) = \beta(p/L) = \text{fonction définie par /23/} = \cos^{-1} [1 / \cos \pi/2 (1 - (p/L))] \sim 1$$

$$\beta(1/4) \sim 1,6$$

$$B = \text{coefficient défini par /23/} = (1/\pi) (kT/G \delta D_b) \beta(c) \sim 1 \cdot 10^{-9} \text{ s}$$

$$\lambda_I = \text{exposant de longueur dans la singularité à l'apex du précipité} = 0,087 \text{ (extrapolé à partir des données de /23/).}$$

$$\lambda_{II} = \text{exposant de longueur dans la singularité au point triple} = 0,099 \text{ (extrapolé à partir des données de /23/ )}$$

#### A. 2.2. Calcul de la vitesse de nucléation selon RAJ /19/ pour l'ACIER 316 à 923 K :

Pour résoudre l'équation (15) nous devons calculer :

\*  $\rho_{\max}$  = nombre maximum de sites de nucléation par unité d'aire du joint (selon RAJ et ASHBY /20/) :

$$\rho_{\max} = p^2 \rho_p / b^2 \text{ et}$$

$$\rho_p = \text{densité des précipités dans le joint} = 1 / L^2.$$

On peut calculer  $\rho_{\max}$  pour l'ACIER 316 d'après les valeurs de LE NAOUR /21/ :

$$p = 0,6 \cdot 10^{-6} \text{ m}$$

$$l = 0,75 \cdot 10^{-6} \text{ m}$$

$$L = l + p = 1,35 \cdot 10^{-6} \text{ m}$$

$$\text{d'où } \rho_{\max} \sim 3 \cdot 10^8 \text{ m}^{-2}$$

\* $F_v$  = facteur de forme (voir la figure 11), il s'exprime par :

$$F_v = (4\pi/3) (2 - 3 \cos \theta + \cos^3 \theta)$$

avec  $\theta = (\alpha + \beta - \lambda) / 2$  (d'après /20/) et pour  $\theta \sim 15^\circ$

on obtient une valeur de  $F_v \sim 10^{-2}$

### A.2.3. Calcul des paramètres définis par ARGON, CHEN et LAU /23/ pour l'acier 316 à 923 K :

#### A. 2. 3. 1 Calcul du temps initial $\tau_{BR}$ :

$$\tau_{BR} = B (L/b) = 5,23 \cdot 10^{-6} \text{ s} \sim 5 \mu \text{ secondes}$$

#### A. 2.3.2. Calcul de la période $\Delta \tau_{DF}$ :

$$\Delta \tau_{DF} = (B/8) (p^3 / \Omega) = 2,23 \text{ s} \sim 2 \text{ secondes.}$$

A.2.3.3. Calcul de la période  $\Delta\tau_{PL}$  :

$$\Delta\tau_{PL} = (B/A) (\delta D_b / b D_v) (c / (\sigma/G))^{n2-1}$$

. pour  $c = 0,44$  on a  $\Delta\tau_{PL} = 1,93 \cdot 10^{-14} (\sigma/G)^{1-n2}$

. pour  $\sigma/G = 1,75 \cdot 10^{-3}$  (correspondant à  $\sigma = 100$  MPa) on a :

$$\Delta\tau_{PL} = 5,5 \cdot 10^7 (c)^{n2-1}$$

. et pour  $c = 0,44$  et  $\sigma/G = 1,75 \cdot 10^{-3}$  :  $\Delta\tau_{PL} \sim 2 \cdot 10^5$  s  $\sim 56,5$  h.

A. 2.3.4. Calcul des périodes  $\Delta\tau'_{DF}$  et  $\Delta\tau'_{PL}$

$$\Delta\tau'_{DF} = \Delta\tau_{DF} (d/L) (\beta (1/4) / \beta (c)) = 661 \text{ s} \sim 11 \text{ mn.}$$

$$\Delta\tau'_{PL} = \Delta\tau_{PL} (d/L) (\beta (1/4) / \beta (c)) \sim 6 \cdot 10^7 \text{ s} \sim 700 \text{ jours}$$

A. 2.3.5. Calcul de la longueur caractéristique de diffusion  $\Lambda$  à partir de l'apex du précipité.

$$\Lambda = [ (\Omega/A) (\delta D_b / b D_v) (c / (\sigma/G))^{n2-1} ]^{1/3}$$

. pour  $c = 0,44$  on a  $\Lambda = 6,16 \cdot 10^{-12} (\sigma/G)^{(1-n2)/3}$

. pour  $\sigma/G = 1,75 \cdot 10^{-3}$  on a  $\Lambda = 8,72 \cdot 10^{-5} (c)^{(n2-1)/3}$

. et pour  $c = 0,44$  et  $\sigma/G = 1,75 \cdot 10^{-3}$  on a  $\Lambda = 1,35 \cdot 10^{-5} \sim 13,5 \mu\text{m.}$

A. 2.3.6. Facteur de concentration de contrainte maximum  $q_I$  à la distance  $\Lambda$  de l'apex du précipité : ( $\omega = 60^\circ$  voir figure 18)

$$q_I = ((L/p) / \tan \omega) \left( (1 - \lambda_I) / ((4 \Lambda \cos \omega) / p) \right)^{\lambda_I} \left( 1 - ((4 \Lambda \cos \omega) / p) \right)^{1-\lambda_I}$$

Ce facteur n'existe que pour  $p / \Lambda > 2$ , ce qui n'est pas le cas ici.

A. 2.3.7. Calcul de la longueur caractéristique de diffusion à partir du point triple.

$$\Lambda l = (d/2\sqrt{3}) \left[ A^{-1} (\delta D_b / b D_v) (\Omega / (d/2\sqrt{3}))^3 (2/3 (1 - \lambda_{II}) (\sigma/G))^{n_2-1} \right]^m$$

$$\text{avec } m = 1 / (3 - \lambda_{II} (n_2 - 1))$$

$$\text{Pour } d = 250 \cdot 10^{-6} \text{ m on a } \Lambda l = 2,3167 \cdot 10^{-13} (\sigma/G)^{m'}$$

$$\text{avec } m' = (1 - n_2) / (3 - \lambda_{II} (n_2 - 1))$$

$$\text{et pour } \sigma/G = 1,75 \cdot 10^{-3}, \text{ alors } \Lambda l = 2,3 \cdot 10^{-13} (\sigma/G)^{-2,98} \sim 3,8 \cdot 10^{-5} \text{ m} \sim 38 \mu\text{m}.$$

A. 2.3.8. Facteur de concentration maximum  $q_{II}$  à la distance  $\Lambda l$  du point triple : ( $\omega = 120^\circ$  voir figure 19)

$$q_{II} = (3/2) (1 - \lambda_{II}) / (2\sqrt{3} \Lambda l / d)^{\lambda_{II}} \left( 1 - (2\sqrt{3} \Lambda l / d) \right)^{1-\lambda_{II}}$$

$$\text{avec } d = 250 \cdot 10^{-6} \text{ m et } \Lambda l = 3,8 \cdot 10^{-5} \text{ m on a } q_{II} = 3,28 \sim 3,3.$$

A. 2.4. Calcul des paramètres définis par CHEN et ARGON /42/

A. 2.4.1. Distance de diffusion  $L$  /41/, /42/.

$$L = (\delta D_b \Omega \sigma / kT \dot{\epsilon})^{1/3} = 6,95 \cdot 10^{-6} \text{ m}.$$

$$\text{avec } \sigma = 100 \text{ MPa}$$

et  $\dot{\epsilon} = \dot{\gamma} / \sqrt{3} = ((\sqrt{3})^{n2} A \text{ Deff } Gb / kT) (\sigma / \sqrt{3} G)^{n2} \sim 2 \cdot 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ , (équations (1.5) et (2.21) de FROST et ASHBY /18/).

et  $\text{Deff} = D_v [1 + (10 a_c / b^2) (\sigma_s / G)^2 (D_c / D_v)] \sim 2050 D_v$ , (équations (2.20) de /18/).

où :  $a_c = 2 \delta^2$ ,  $\delta = 5 \cdot 10^{-10} \text{ m}$  /39/

$$D_c = D_b$$

$$\sigma_s = \sigma / \sqrt{3}$$

#### A. 2.4.2. Calcul du facteur $\alpha$ :

$$\alpha = (4 \pi h (\alpha) / (4 \sin (\alpha / 2))^{3/2} (\sigma_L / \Delta \gamma_s)^{1/2}$$

avec :  $\alpha = \cos^{-1} (\gamma_b / 2 \gamma_s)$

pour le fer :  $\gamma_b = 0,78 \text{ Jm}^2$  et  $\gamma_s = 1,95 \text{ Jm}^2$  et alors  $\alpha \sim 1,37 \text{ rd}$ . /38/

$$h (\alpha) = [1 / (1 + \cos \alpha) - (\cos \alpha) / 2] / \sin \alpha \quad /38/$$

avec  $\alpha \sim 1,37 \text{ rd}$  alors  $h (\alpha) \sim 0,75$

$$\Delta = (\delta_s D_s / \delta D_b) \quad /38/$$

avec  $\delta_s = \Omega^{1/3} = 2,3 \cdot 10^{-10} \text{ m}$  /38/

et  $D_s = 2,4 \exp (-243 \text{ kJ} / RT) = 4,24 \cdot 10^{-14} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$  /40/

on obtient  $\Delta \sim 0,138$

et par conséquent  $\alpha \sim 119$ .

## ANNEXE 3

### A. 3.1 Utilisation d'une résine électrosensible pour le marquage des éprouvettes :

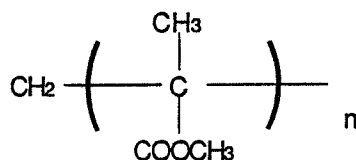
Les techniques utilisées pour marquer les éprouvettes afin d'étudier leur déformation étaient jusqu'à présent essentiellement mécaniques (gravage par diamant...).

Nous avons opté pour une autre solution, empruntée à l'industrie des composants électroniques et déjà utilisée par LE NAOUR [21].

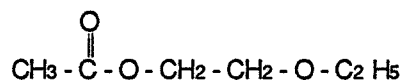
Les différentes étapes de la méthode, adaptées à notre matériau d'étude, sont les suivantes :

1- Préparation de la surface par polissage mécanique jusqu'à la suspension diamantée de granulométrie 1  $\mu\text{m}$ .

2- La résine utilisée est le PMMA : le polyméthylméthacrylate,



Elle est dissoute dans le solvant suivant, avant dépôt : l'éthermonoéthylique de l'éthyléneglycolacétate,



(40 à 60 g de PMMA par litre de solvant, à agiter pendant 48 h).

Quelques gouttes de cette solution sont alors étalées de façon homogène par centrifugation à 3000 tours  $\text{mn}^{-1}$  pendant 15 s.

3- Evaporation du solvant par séchage à l'étuve à 130° C pendant une demi-heure.

4- Irradiation de la surface utile de la résine (réseaux de traits). Nous avons utilisé pour cela une sonde électronique (CAMEBAX).

Les conditions de travail sont les suivantes :

- le diamètre de la sonde = 5000 Å
- la tension d'accélération = 10 kV
- l'intensité du courant de faisceau ~ 50 nA
- l'échantillon se déplace sous le faisceau à la vitesse de  $1,1 - 1,4 \cdot 10^{-4} \text{ ms}^{-1}$

5- Dissolution de la résine non irradiée (la plus grande partie du dépôt) dans le bain suivant pendant 60 s :

- |   |      |
|---|------|
| - propanol -2 ( $\text{CH}_3 \text{CHOHCH}_3$ )           | 70 % |
| - méthylacétone ( $\text{CH}_3 \text{COC}_2 \text{H}_5$ ) | 30 % |

6- Polissage électrolytique de la partie non irradiée, (le maillage se trouvant ainsi en relief). Le bain de polissage utilisé est le suivant :

- |   |      |
|---|------|
| - acide perchlorique ( $\text{HClO}_4$ )                  | 10 % |
| - glycérol ( $\text{HOCH}_2 \text{CHOH CH}_2 \text{OH}$ ) | 10 % |
| - éthanol ( $\text{CH}_3 \text{CH}_2 \text{OH}$ )         | 80 % |

sous 40 V à  $10^\circ \text{C}$  pendant quelques secondes.

7- Révélation des joints de grains par une attaque chimique de 3 mn à  $12^\circ \text{C}$  dans un bain composé de :

- |  |      |
|--|------|
| - acide nitrique ( $\text{HNO}_3$ )    | 13 % |
| - acide chlorhydrique ( $\text{HCl}$ ) | 47 % |
| - glycérol                             | 40 % |

8- Dissolution de la résine irradiée pendant 24 h dans le chloroforme ( $\text{CHCl}_3$ ).



### A 3.2 - Mesures de l'endommagement intergranulaire

#### *A 321 - Technique expérimentale de préparation des échantillons*

Les éprouvettes sont découpées longitudinalement à l'aide d'une tronçonneuse BUEHLER ISOMET. Les coupes sont réalisées à 1 mm environ de la surface, (au coeur de l'éprouvette). Après polissage de la face interne jusqu'à la suspension diamantée de granulométrie de 1  $\mu\text{m}$ , un polissage électrolytique est effectué sous 40 V à - 25° C pendant 20 s. Le bain de polissage utilisé est le suivant :

- acide perchlorique	10 %
- glycérol	10 %
- éthanol	80 %

Les éprouvettes sont alors repolies mécaniquement au diamant 1  $\mu\text{m}$  uniquement, puis à nouveau polies électrolytiquement pendant 5 s et enfin un dernier polissage au diamant 1  $\mu\text{m}$  est réalisé.

Au cours des polissages mécaniques finaux, qui permettent de réduire les défauts de surface (principalement des précipités de carbure trop attaqués) dus au polissage électrolytique, l'échantillon est soumis à une rotation continue pour ne pas créer de sens préférentiel de polissage.

L'ensemble de l'éprouvette est alors photographiée à faible grandissement x 50, et quelques plages à grandissement plus élevé sont également mémorisées.

Les micrographies de cet état poli où seuls les joints de grains fissurés sont visibles nous servent de référence. Cela nous permet de ne pas confondre un joint de grains fissuré avec un joint seulement révélé par l'attaque électrolytique suivante.

Cette attaque très fine à l'acide nitrique ( $\text{HNO}_3$ ) 20 % sous 2 V à la température de 0-5° C pendant 1 seconde permet de révéler les joints sans trop les marquer.

L'on peut donc à la fois observer les joints ouverts, plus sombres, et les joints non endommagés plus clairs d'une même zone.

*A 322 - Caractérisation et mesure par analyse d'images de l'endommagement*

Chaque échantillon des différents états étudiés est examiné directement à l'aide d'un microscope optique ZEISS couplé à un analyseur d'images KONTRON SEM - IPS.

Des plages de dimension 1 x 0,7 mm environ sont successivement repérées acquises et traitées avec un facteur de grossissement de 250.

Une série de filtrages en niveaux de gris permet d'accentuer les contrastes, d'améliorer la définition des contours des joints de grains et d'homogénéiser le niveau de gris de la matrice.

L'image obtenue comprend trois zones de niveaux de gris : la plus claire correspond à la matrice, l'intermédiaire aux joints non endommagés et la plus sombre aux joints ouverts et aux inclusions. Après sélection des deux zones les plus sombres, les inclusions sont éliminées par une squelettisation avec ébarbulage (COSTER, CHERMANT /54/), qui réduit chaque structure à une ligne centrale et ne conserve que les structures de type réseau.

Le seuil de détection des décohésions a été déterminé expérimentalement : il est de 2/3 du niveau de gris moyen des joints.

Le paramètre d'endommagement  $D = l_c / l_t$  (LEVAILLANT /55/), s'obtient en mesurant la longueur cumulée de chaque type de joint sur le squelette.

Parallèlement à cette mesure de longueur, on recherche l'orientation de la trace des joints ouverts dans le plan d'observation par rapport à la direction de la contrainte. Il suffit pour cela de retirer du squelette tous les points triples et de mesurer la direction moyenne de chacun des tronçons ouverts restants.

On a éliminé les tronçons les plus courts qui ne donnent pas d'information significative sur l'orientation.

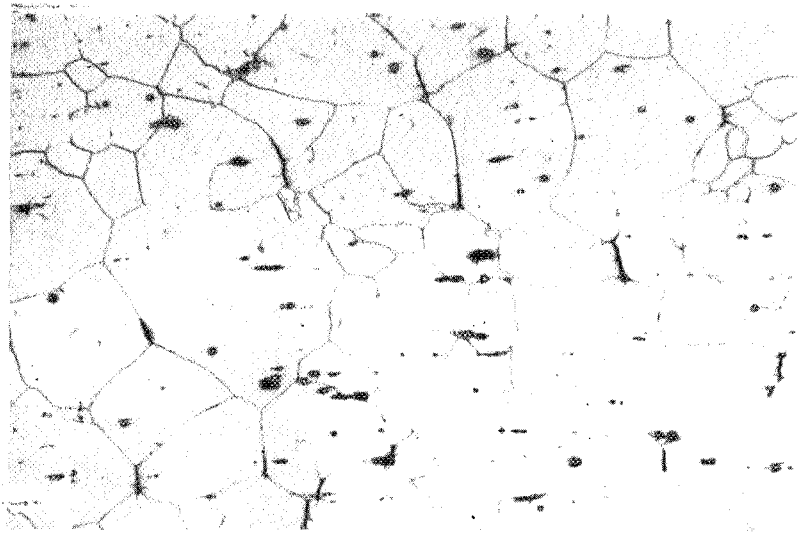


image initiale.

1

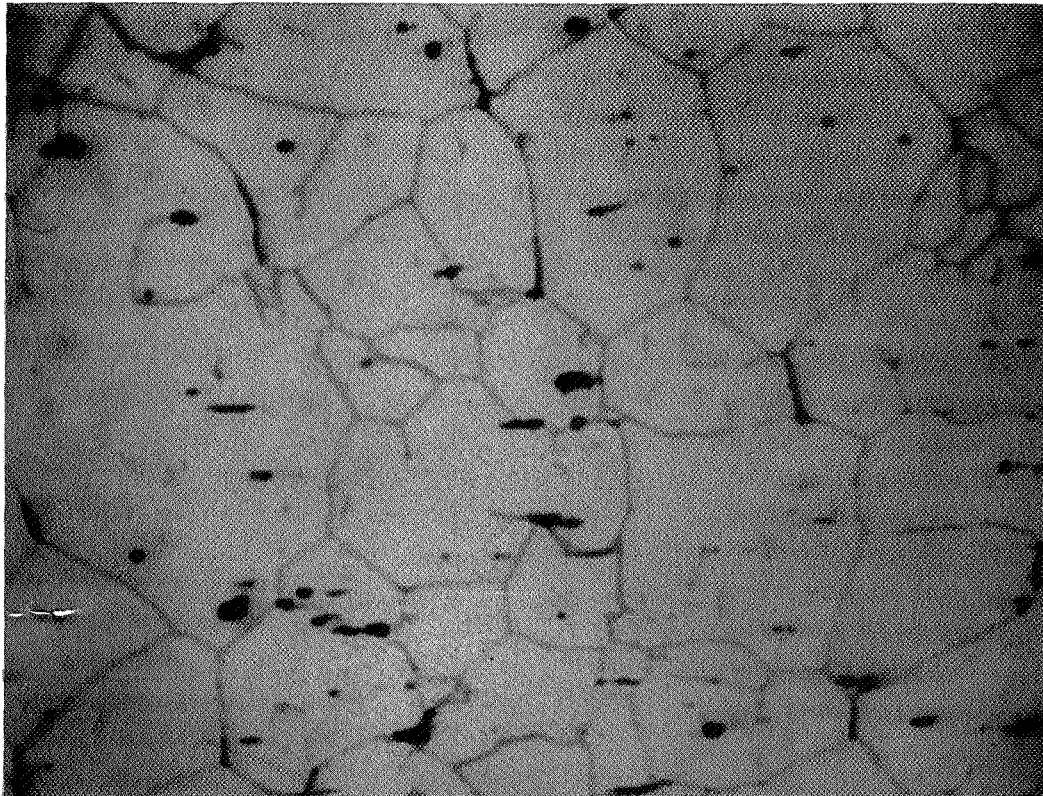


image obtenue après filtrage.

2

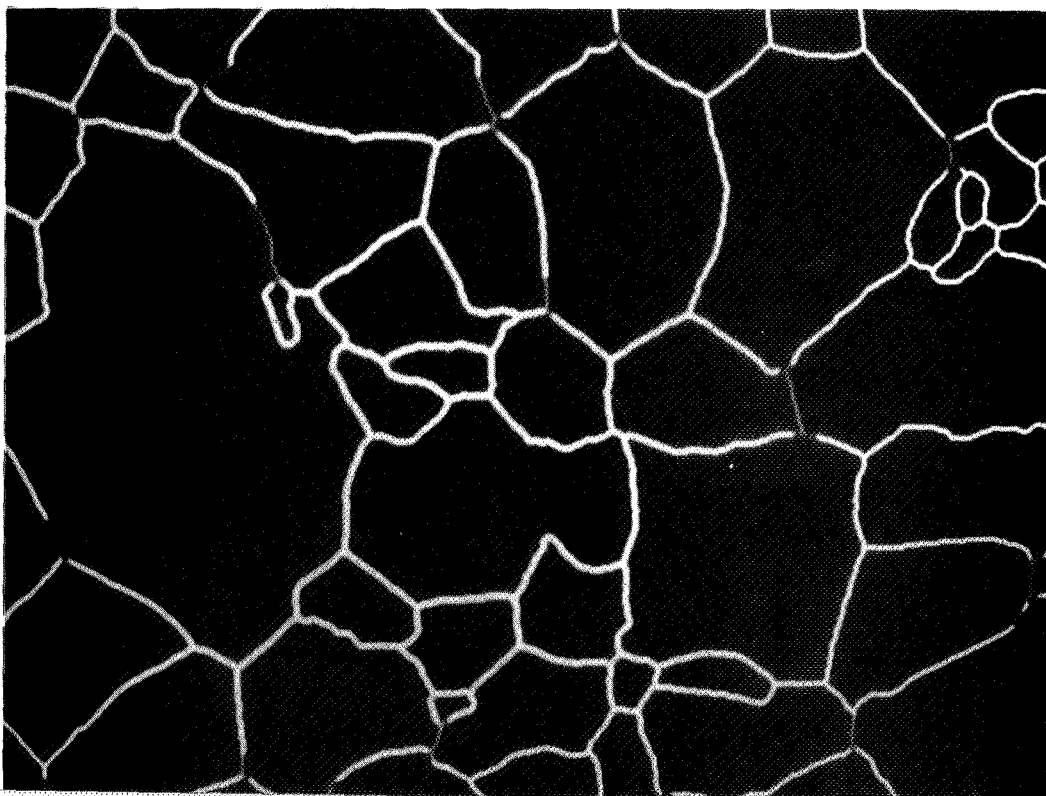
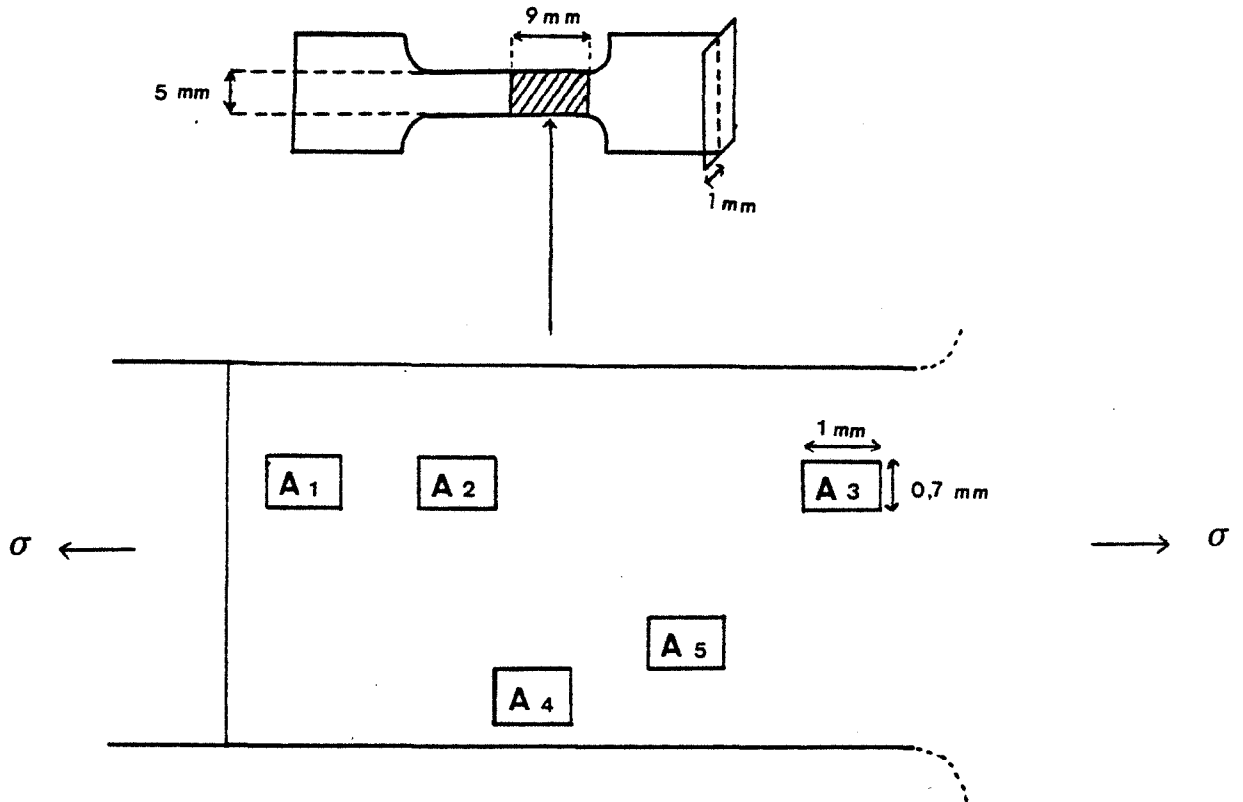


image finale.

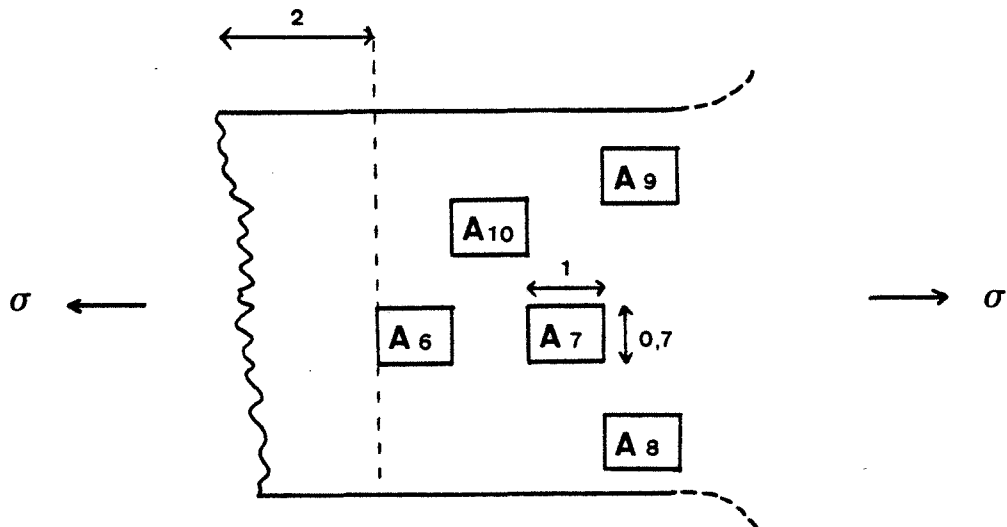
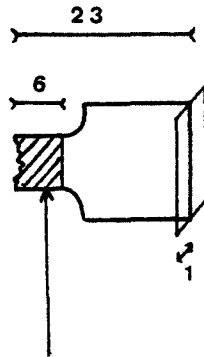
3

## A 323 - Localisation des plages étudiées et résultats

a - Etat A (matrice "douce" - joint "chargé")

a1) essai interrompu,  $\varepsilon \sim 1\%$  : pas d'endommagement micrométrique visible :  $D = 0\%$ a2) essai interrompu,  $\varepsilon \sim 3,5\%$ 

Plage	lt (pixell)	lc (pixell)	$D = lc / L_t / lt$
A 1	10 704	387	3,6 %
A 2	9 943	184	1,85 %
A 3	10 542	369	3,5 %
A 4	8 834	149	1,7 %
A 5	9 524	112	1,2 %
A (3,5 %)			
longueurs cumulées (en pixell)	49 557	1 201	2,4 %
longueurs cumulées ( en $\mu\text{m}$ , 1 pixel = 1,375 $\mu\text{m}$ dans nos études	68 140	1 651	2,4 %

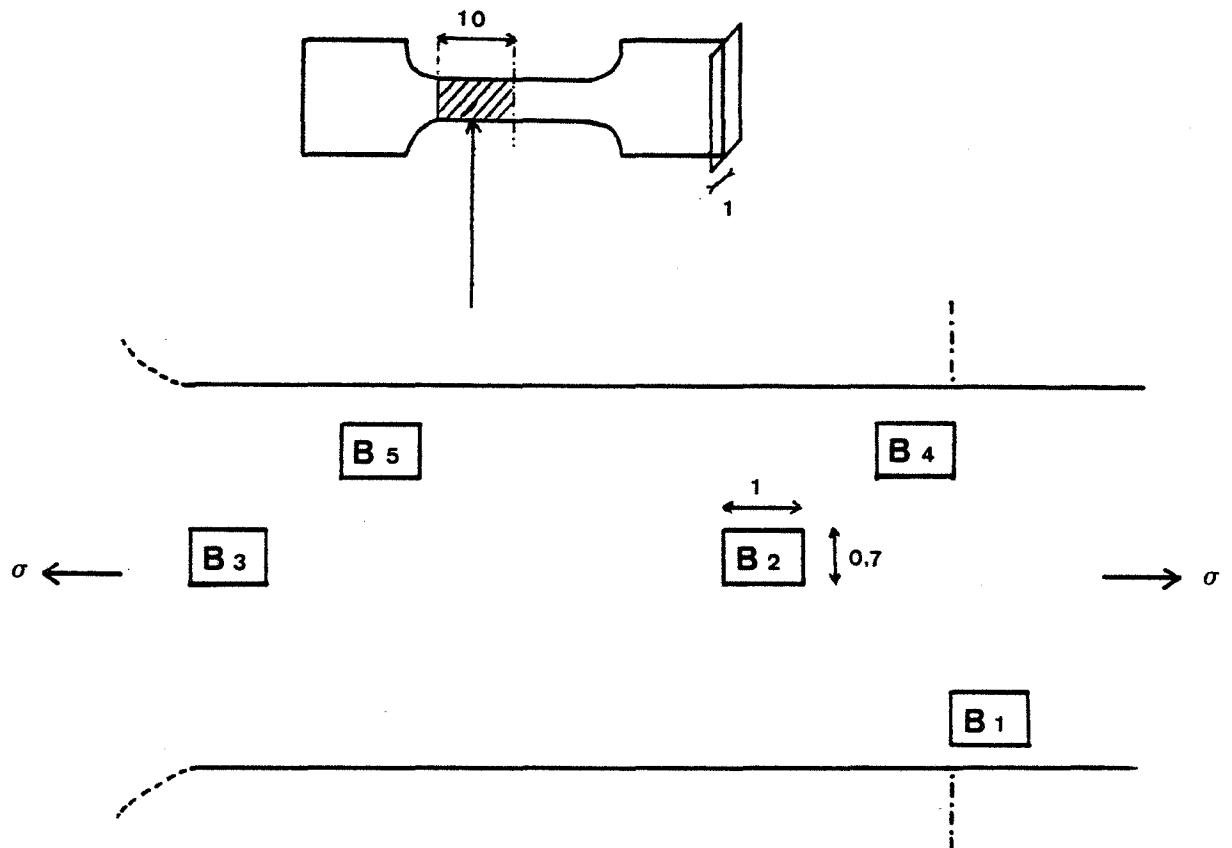
3) essai à rupture,  $\varepsilon \sim 8\%$ 

Plage	lt (pixel)	lc (pixel)	D = lc / lt
A 6	10 210	1 515	14,8 %
A 7	10 240	896	8,75 %
A 8	9 666	1 095	11,3 %
A 9	9 960	666	6,7 %
A 10	10 868	992	9,1 %
A (8 %)			
longueurs cumulées (en pixel)	50 944	5 164	10,1 %
longueurs cumulées (en $\mu\text{m}$ )	70 048	7 100	10,1 %

b - Etat B (matrice "dure", joint "chargé").

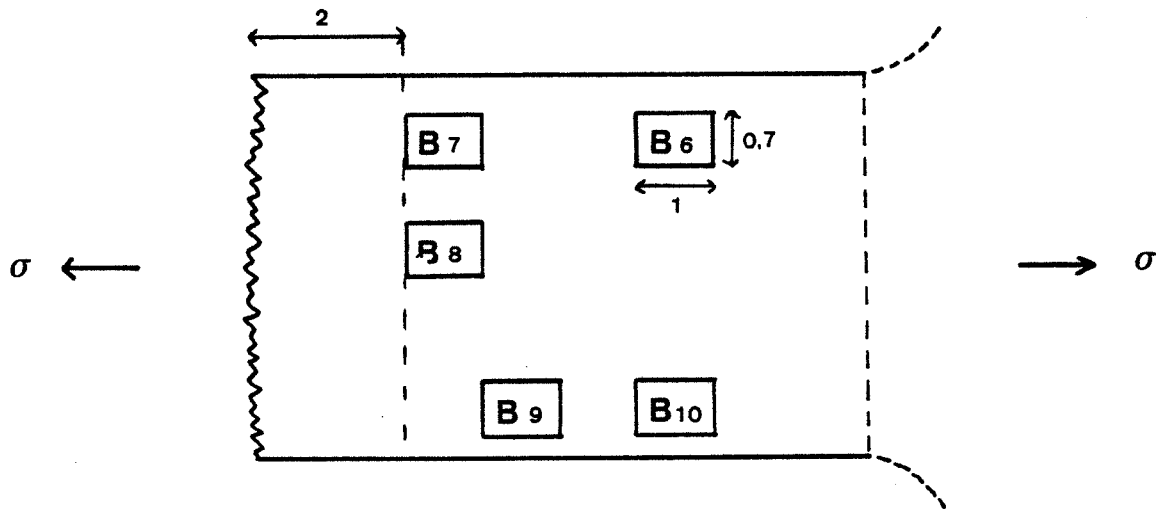
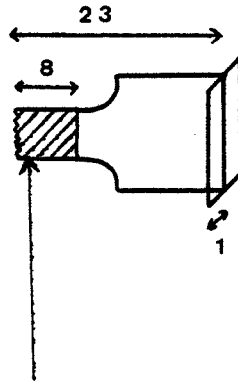
b1) essai interrompu,  $\varepsilon \sim 0,6\%$  : pas d'endommagement micrométrique visible :  $D = 0\%$

b2) essai interrompu,  $\varepsilon \sim 1\%$ ...



Plage	lt (pixel)	lc (pixel)	$D = lc / lt$
B 1	8 393	333	4 %
B 2	8 928	61	0,7 %
B 3	11 230	160	1,4 %
B 4	10 460	233	2,2 %
B 5	9 524	185	1,9 %
B (1 %)			
longueurs cumulées (en pixel)	48 535	972	2 %
longueurs cumulées (en $\mu\text{m}$ ) (1 pixel = 1,375 $\mu\text{m}$ )	66 736	1 336	2 %

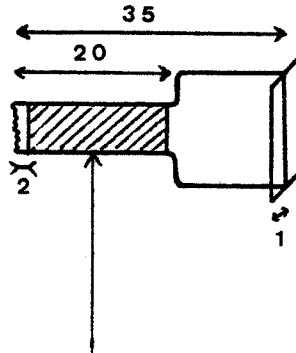
b3) essai à rupture,  $\varepsilon \sim 1,5\%$



Plage	lt (pixel)	lc (pixel)	D = lc / lt
B 6	10 010	291	2,9 %
B 7	12 240	856	7 %
B 8	9 482	447	4,7 %
B 9	10 352	383	3,7 %
B 10	8 807	195	2,2 %
B (1,5 %)			
longueurs cumulées (en pixel)	50 891	2 172	4,3 %
longueurs cumulées (en $\mu\text{m}$ ) ( 1 pixel = 1,375 $\mu\text{m}$ )	69 975	2 986	4,3 %

c - Etat C (matrice "dure", joint "libre").

essai à rupture,  $\varepsilon \sim 1\%$



← à 2 mm de la rupture

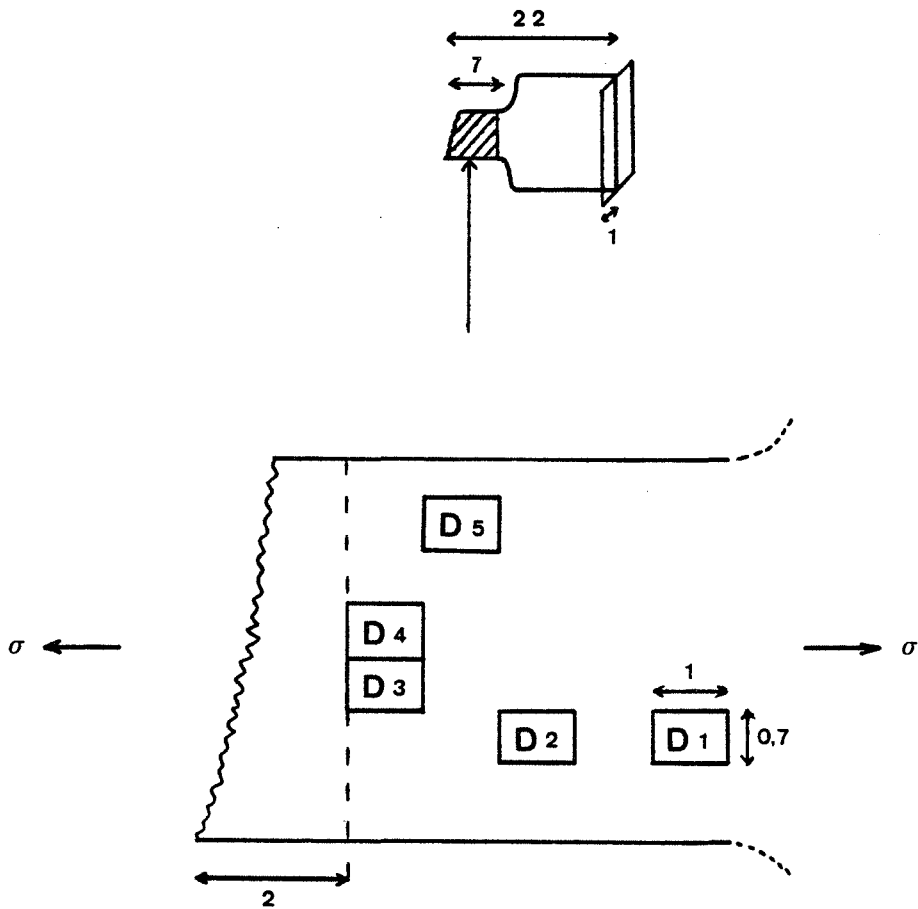


Plage	lt (pixel)	lc (pixel)	$D = lc / lt$
C 1	7 831	480	6,1 %
C 2	7 435	105	1,4 %
C 3	8 143	354	4,3 %
C 4	7 195	200	2,8 %
C 5	8 812	664	7,5 %
C (1 %)			
longueurs cumulées (en pixel)	39 416	1 803	4,6 %
longueurs cumulées (en $\mu\text{m}$ ) ( 1 pixel = 1,375 $\mu\text{m}$ )	54 197	2 479	4,6 %



d - Etat D (matrice "douce", joint "libre").

essai à rupture,  $\varepsilon \sim 3\%$



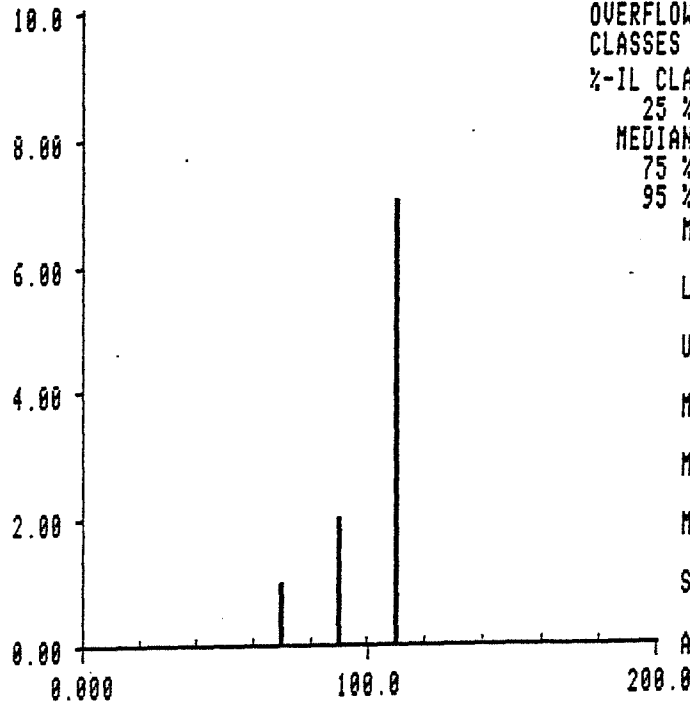
Plage	lt (pixel)	lc (pixel)	D = lc / lt
D 1	8 775	383	4,4 %
D 2	8 316	283	3,4 %
D 3	7 960	302	3,8 %
D 4	7 007	378	5,4 %
D 5	7 903	495	6,3 %
D (3 %) longueurs cumulées (en pixel)	39 961	1 841	4,6 %
longueurs cumulées (en $\mu\text{m}$ ) ( 1 pixel = 1,375 $\mu\text{m}$ )	54 946	2 531	4,6 %

***A 324. Histogrammes d'orientation : nombre de joints ouverts en fonction de l'angle entre la trace du joint dans le plan d'observation et la direction de la contrainte.***

A1 (D ≈ 3,6%)

IDENT.NO RIEN ESSAI UNIT PIX LAST MEASURE  
HISTOGRAM OF ANGLEDM

ABS.FREQUENCY

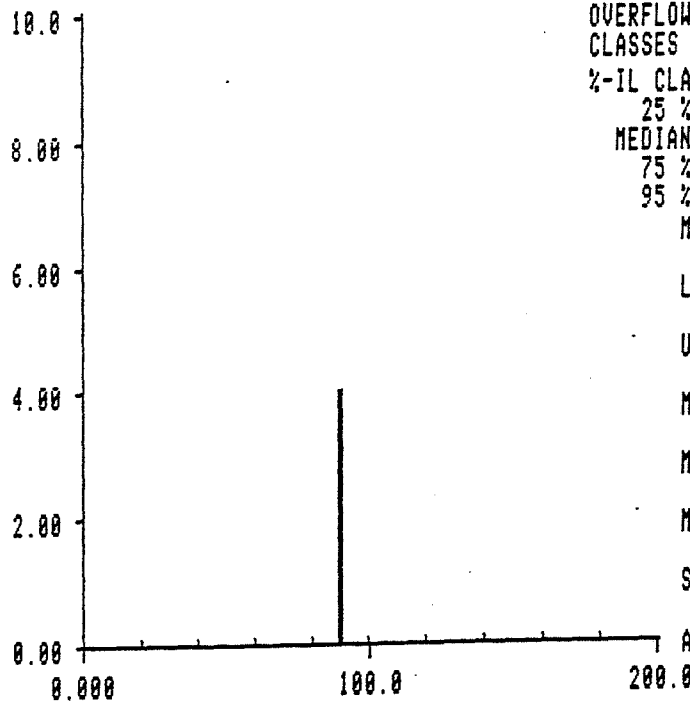


COUNTS 10  
UND.FLOW 0  
OVERFLOW 0  
CLASSES 9  
%-IL CLASSES  
25 % 5  
MEDIAN 6  
75 % 6  
95 % 6  
MODUL 20.00  
L. BOUND 0.000  
U. BOUND 180.0  
MINIMUM 69.44  
MAXIMUM 116.6  
MEAN 101.0  
SD 13.31  
ANGLEDM

A2 (D ≈ 1,85%)

IDENT.NO RIEN ESSAI UNIT PIX LAST MEASURE  
HISTOGRAM OF ANGLEDM

ABS.FREQUENCY



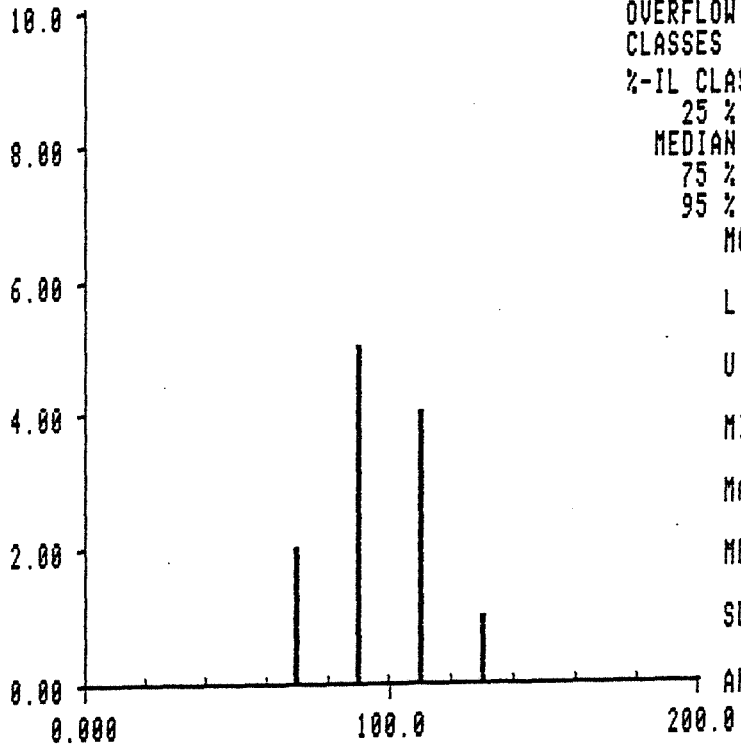
COUNTS 4  
UND.FLOW 0  
OVERFLOW 0  
CLASSES 9  
%-IL CLASSES  
25 % 5  
MEDIAN 5  
75 % 5  
95 % 5  
MODUL 20.00  
L. BOUND 0.000  
U. BOUND 180.0  
MINIMUM 82.87  
MAXIMUM 97.12  
MEAN 91.78  
SD 6.822  
ANGLEDM

A 3 (D = 3,5%)

IDENT.NO RIEN ESSAI UNIT PIX LAST MEASURE

### HISTOGRAM OF ANGLEDM

ABS.FREQUENCY



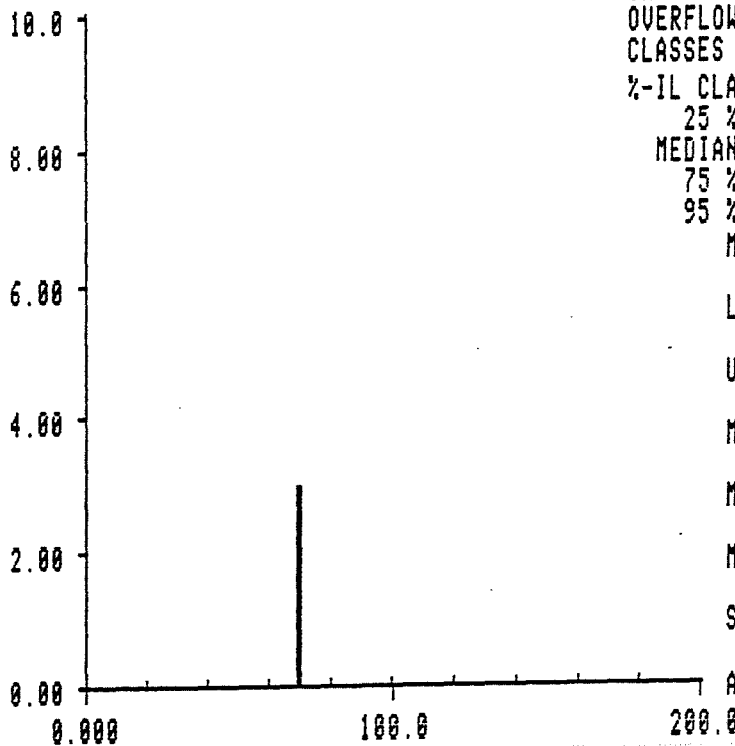
COUNTS 12  
 UND.FLOW 0  
 OVERFLOW 0  
 CLASSES 9  
 %-IL CLASSES  
 25 % 5  
 MEDIAN 5  
 75 % 6  
 95 % 7  
 MODUL 20.00  
 L. BOUND 0.000  
 U. BOUND 180.0  
 MINIMUM 75.96  
 MAXIMUM 122.0  
 MEAN 96.54  
 SD 15.97  
 ANGLEDM

A 4 (D = 1,7%)

IDENT.NO RIEN ESSAI UNIT PIX LAST MEASURE

### HISTOGRAM OF ANGLEDM

ABS.FREQUENCY



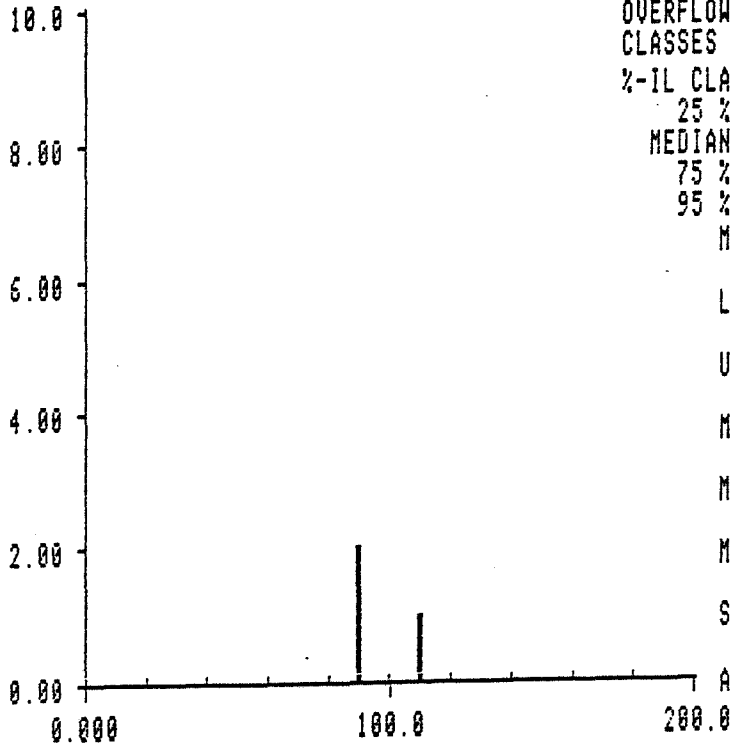
COUNTS 3  
 UND.FLOW 0  
 OVERFLOW 0  
 CLASSES 9  
 %-IL CLASSES  
 25 % 4  
 MEDIAN 4  
 75 % 4  
 95 % 4  
 MODUL 20.00  
 L. BOUND 0.000  
 U. BOUND 180.0  
 MINIMUM 75.96  
 MAXIMUM 75.96  
 MEAN 75.96  
 SD 0.000  
 ANGLEDM

A 5 (D = 1,2 %)

IDENT.NO ID NEXT UNIT PIX LAST MEASURE

HISTOGRAM OF ANGLEDM

ABS.FREQUENCY



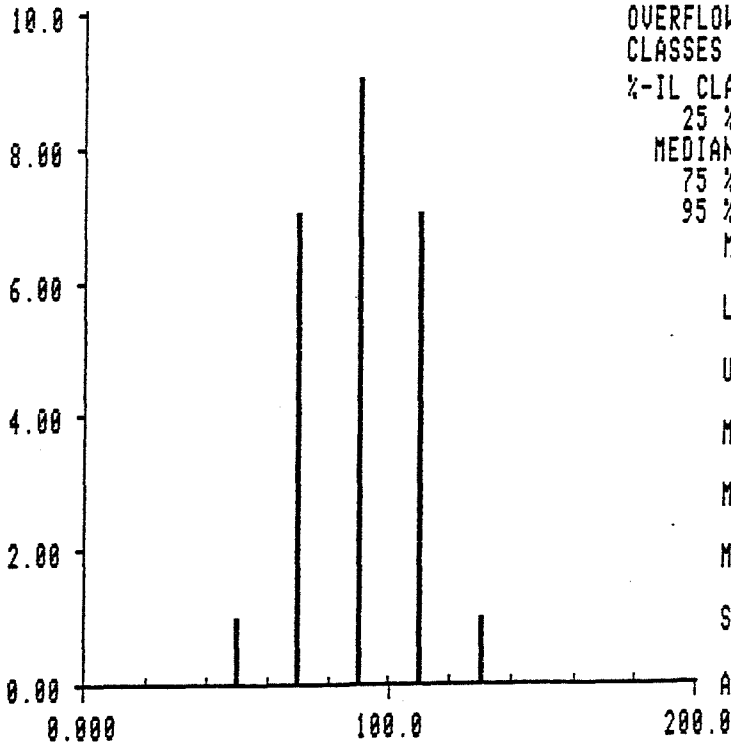
COUNTS 3  
 UND.FLOW 0  
 OVERFLOW 0  
 CLASSES 9  
 %-IL CLASSES  
 25 % 5  
 MEDIAN 5  
 75 % 6  
 95 % 6  
 MODUL 20.00  
 L. BOUND 0.000  
 U. BOUND 180.0  
 MINIMUM 82.87  
 MAXIMUM 110.6  
 MEAN 92.10  
 SD 15.98  
 ANGLEDM

A 6 (D = 14,8 %)

IDENT.NO RIEN ESSAI UNIT PIX LAST MEASURE

HISTOGRAM OF ANGLEDM

ABS.FREQUENCY



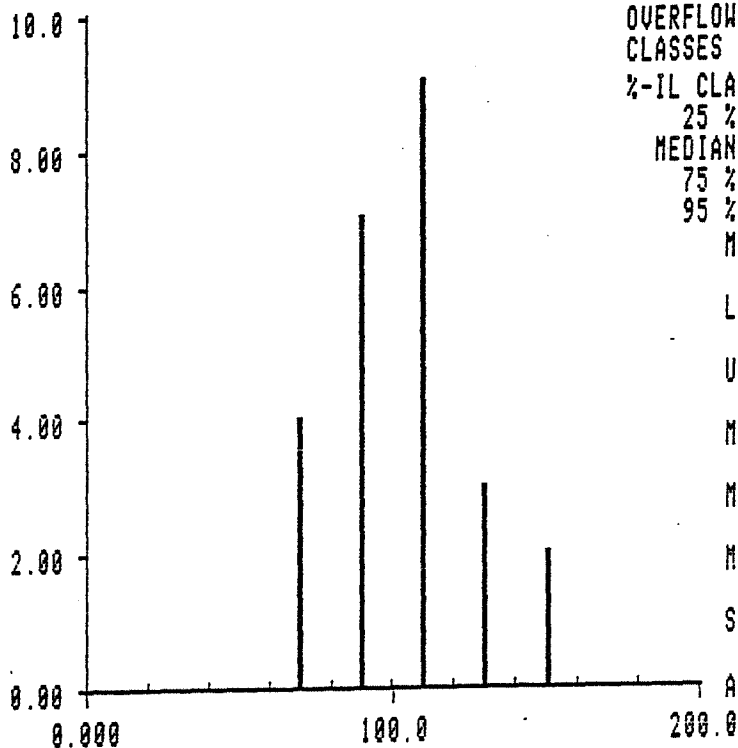
COUNTS 25  
 UND.FLOW 0  
 OVERFLOW 0  
 CLASSES 9  
 %-IL CLASSES  
 25 % 4  
 MEDIAN 5  
 75 % 6  
 95 % 6  
 MODUL 20.00  
 L. BOUND 0.000  
 U. BOUND 180.0  
 MINIMUM 53.13  
 MAXIMUM 122.0  
 MEAN 88.10  
 SD 17.53  
 ANGLEDM

A 7 (D=8.75%)

IDENT.NO RIEN ESSAI UNIT PIX LAST MEASURE

### HISTOGRAM OF ANGLEDM

ABS. FREQUENCY



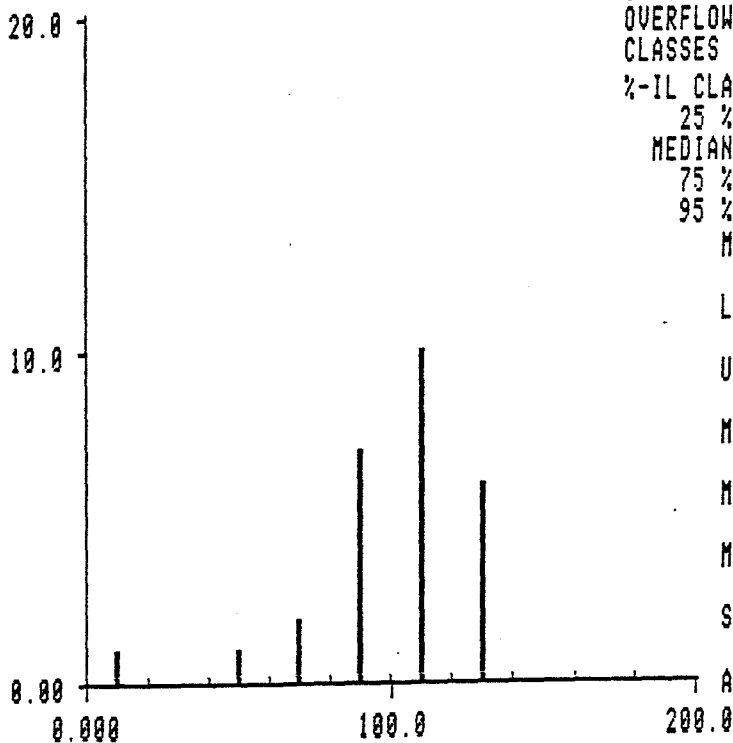
COUNTS 25  
 UND. FLOW 0  
 OVERFLOW 0  
 CLASSES 9  
 %-IL CLASSES  
 25 % 5  
 MEDIAN 6  
 75 % 6  
 95 % 8  
 MODUL 20.00  
 L. BOUND 0.000  
 U. BOUND 180.0  
 MINIMUM 63.43  
 MAXIMUM 153.4  
 MEAN 102.2  
 SD 23.30  
 ANGLEDM

A 8 (D=11.3%)

IDENT.NO RIEN ESSAI UNIT PIX LAST MEASURE

### HISTOGRAM OF ANGLEDM

ABS. FREQUENCY

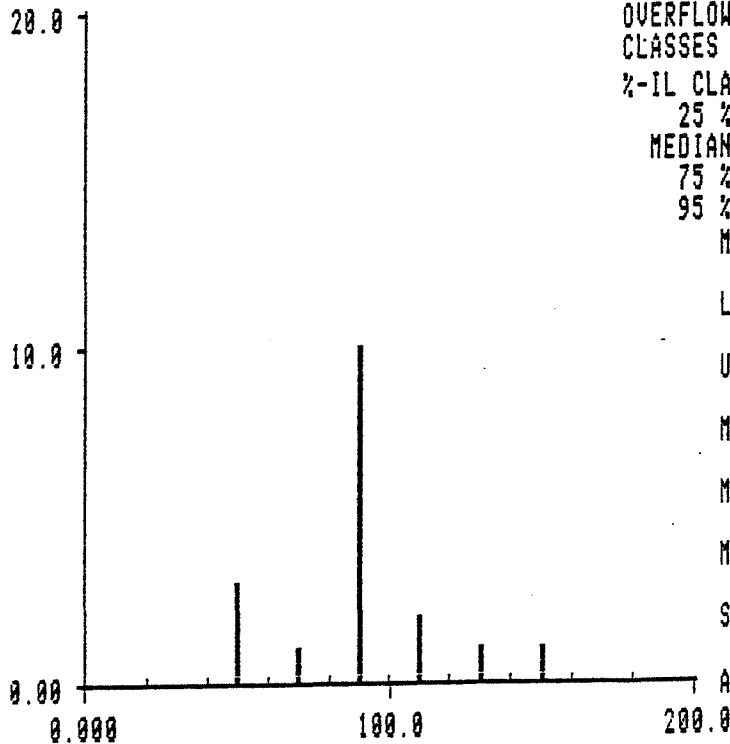


COUNTS 27  
 UND. FLOW 0  
 OVERFLOW 0  
 CLASSES 9  
 %-IL CLASSES  
 25 % 5  
 MEDIAN 6  
 75 % 6  
 95 % 7  
 MODUL 20.00  
 L. BOUND 0.000  
 U. BOUND 180.0  
 MINIMUM 7.120  
 MAXIMUM 138.8  
 MEAN 99.83  
 SD 27.42  
 ANGLEDM

A 9 (D ≈ 6.7 %)

IDENT.NO RIEN ESSAI UNIT PIX LAST MEASURE  
**HISTOGRAM OF ANGLEDM**

ABS.FREQUENCY

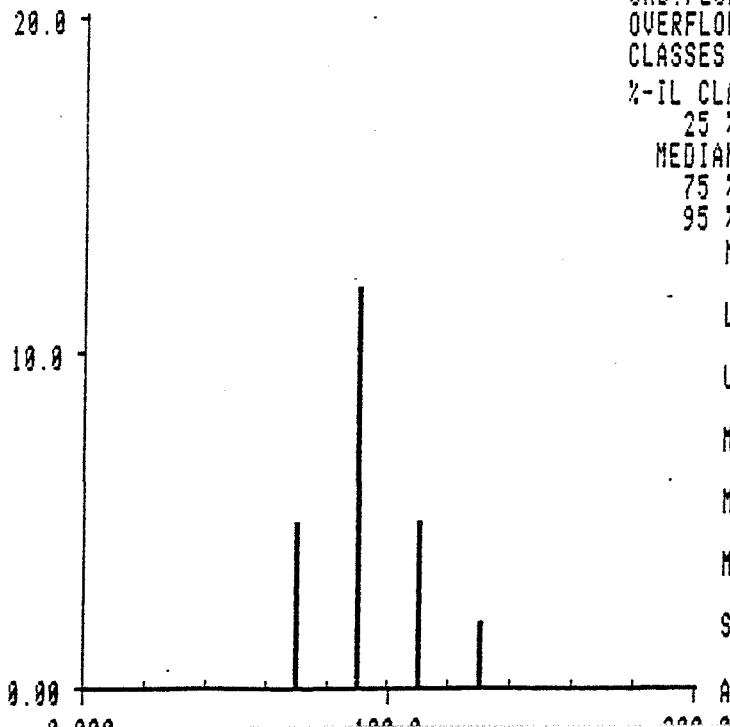


COUNTS 18  
 UND.FLOW 0  
 OVERFLOW 0  
 CLASSES 9  
 %-IL CLASSES  
 25 % 5  
 MEDIAN 5  
 75 % 5  
 95 % 8  
 MODUL 20.00  
 L. BOUND 0.000  
 U. BOUND 180.0  
 MINIMUM 45.00  
 MAXIMUM 143.1  
 MEAN 87.69  
 SD 24.87  
 ANGLEDM

A 10 (D ≈ 9,1 %)

IDENT.NO ID NEXT UNIT PIX LAST MEASURE  
**HISTOGRAM OF ANGLEDM**

ABS.FREQUENCY



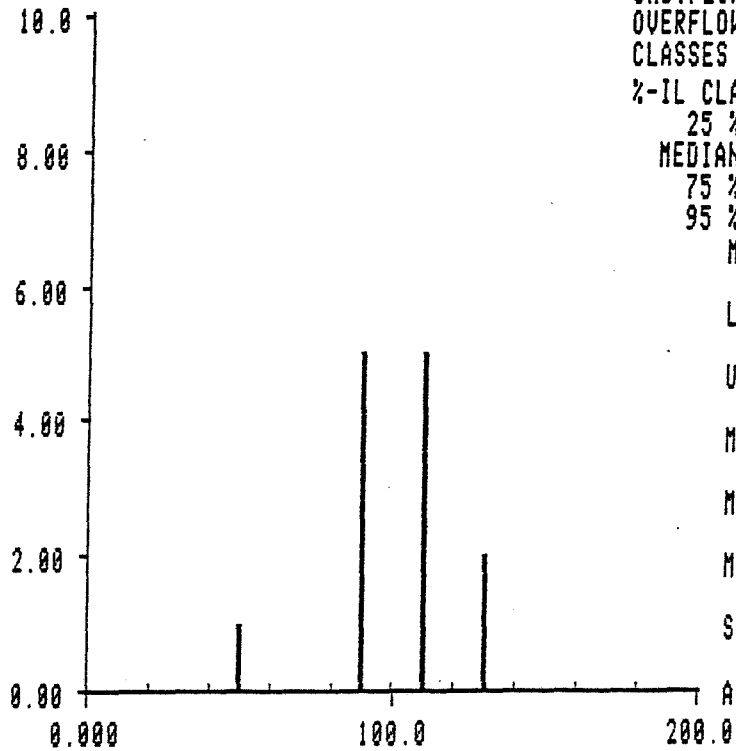
COUNTS 24  
 UND.FLOW 0  
 OVERFLOW 0  
 CLASSES 9  
 %-IL CLASSES  
 25 % 5  
 MEDIAN 5  
 75 % 6  
 95 % 7  
 MODUL 20.00  
 L. BOUND 0.000  
 U. BOUND 180.0  
 MINIMUM 63.43  
 MAXIMUM 138.8  
 MEAN 93.43  
 SD 19.40  
 ANGLEDM

B1 (D = 4 %)

IDENT.NO RIEN ESSAI UNIT PIX LAST MEASURE

### HISTOGRAM OF ANGLEDM

ABS.FREQUENCY



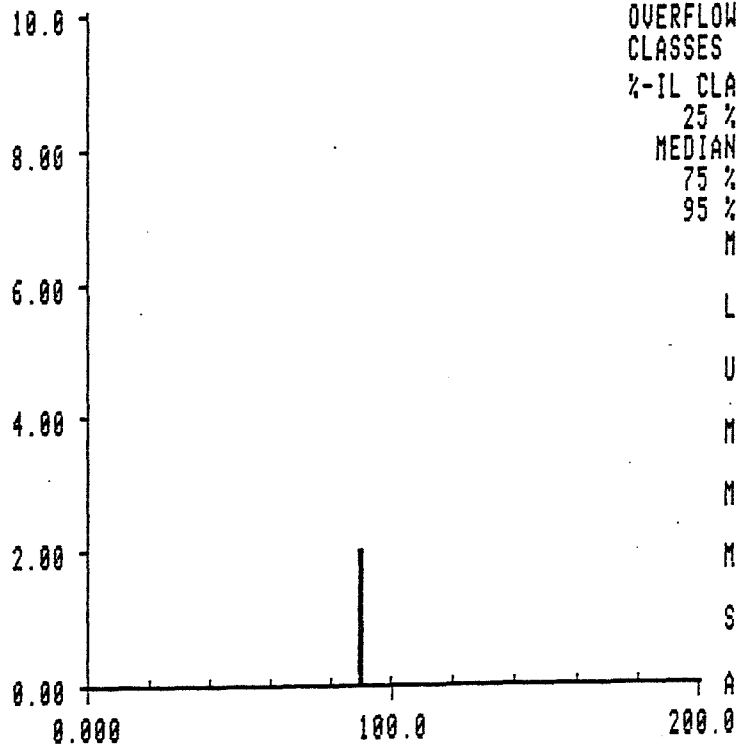
COUNTS 13  
UND.FLOW 0  
OVERFLOW 0  
CLASSES 9  
%-IL CLASSES  
25 % 5  
MEDIAN 6  
75 % 6  
95 % 7  
MODUL 20.00  
L. BOUND 0.000  
U. BOUND 180.0  
MINIMUM 53.13  
MAXIMUM 126.9  
MEAN 101.5  
SD 18.55  
ANGLEDM

B2 (D = 0.7 %)

IDENT.NO RIEN ESSAI UNIT PIX LAST MEASURE

### HISTOGRAM OF ANGLEDM

ABS.FREQUENCY



COUNTS 2  
UND.FLOW 0  
OVERFLOW 0  
CLASSES 9  
%-IL CLASSES  
25 % 5  
MEDIAN 5  
75 % 5  
95 % 5  
MODUL 20.00  
L. BOUND 0.000  
U. BOUND 180.0  
MINIMUM 90.00  
MAXIMUM 97.12  
MEAN 93.56  
SD 5.038  
ANGLEDM

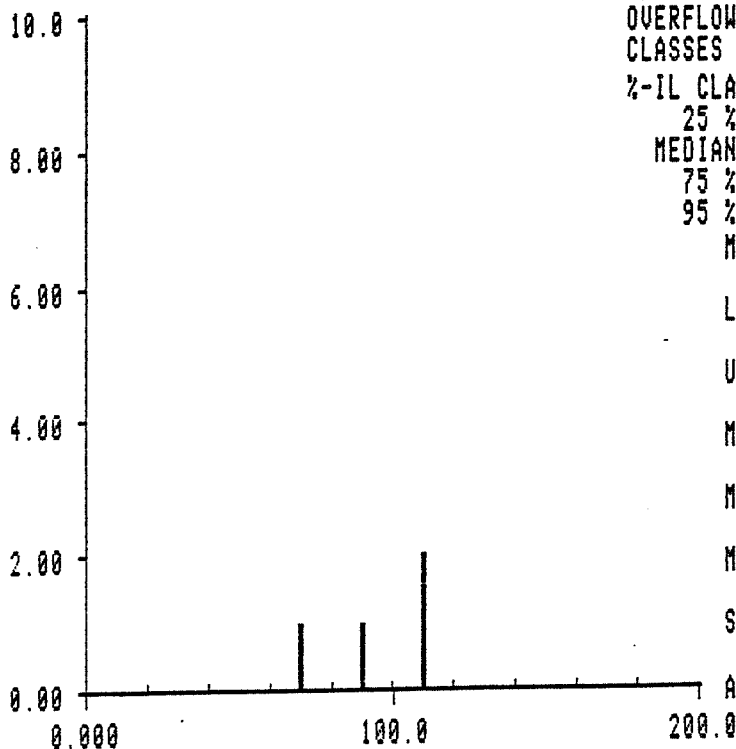


B 3 (D = 1.4 %)

IDENT.NO RIEN ESSAI UNIT PIX LAST MEASURE

HISTOGRAM OF ANGLEDM

ABS.FREQUENCY



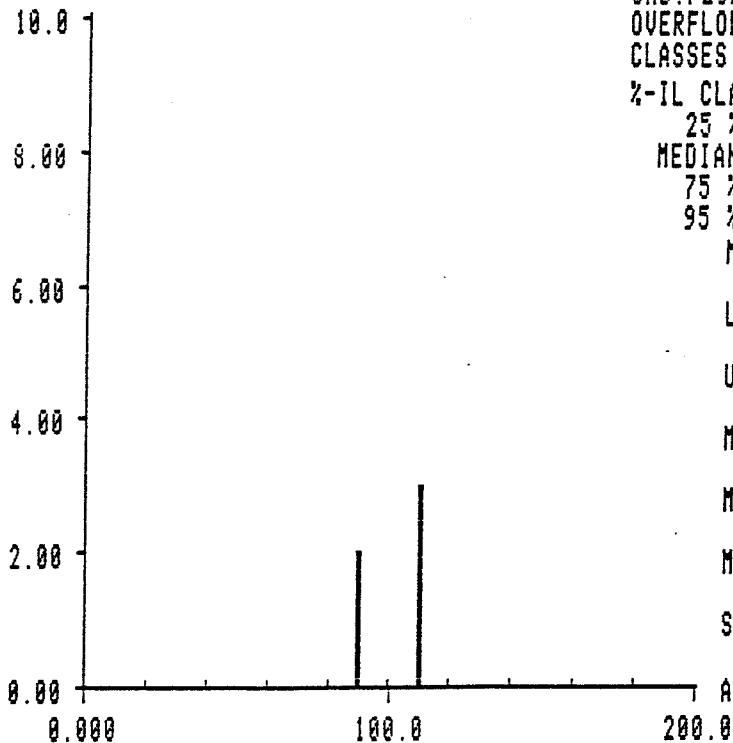
COUNTS 4  
 UND.FLOW 0  
 OVERFLOW 0  
 CLASSES 9  
 %-IL CLASSES  
 25 % 4  
 MEDIAN 5  
 75 % 6  
 95 % 6  
 MODUL 20.00  
 L. BOUND 0.000  
 U. BOUND 180.0  
 MINIMUM 75.96  
 MAXIMUM 116.6  
 MEAN 98.42  
 SD 17.00  
 ANGLEDM

B 4 (D = 2,2 %)

IDENT.NO ID NEXT UNIT PIX LAST MEASURE

HISTOGRAM OF ANGLEDM

ABS.FREQUENCY



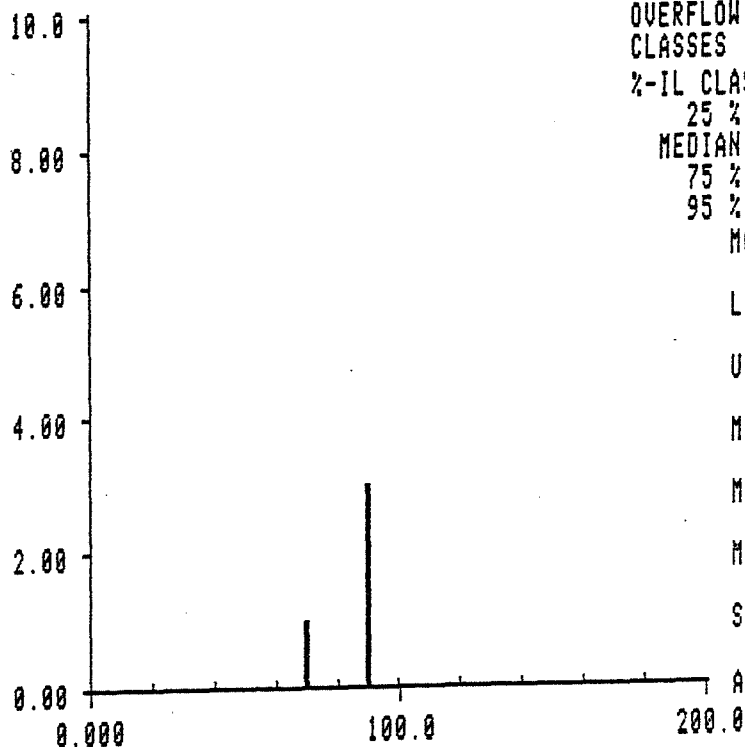
COUNTS 5  
 UND.FLOW 0  
 OVERFLOW 0  
 CLASSES 9  
 %-IL CLASSES  
 25 % 5  
 MEDIAN 6  
 75 % 6  
 95 % 6  
 MODUL 20.00  
 L. BOUND 0.000  
 U. BOUND 180.0  
 MINIMUM 82.87  
 MAXIMUM 116.6  
 MEAN 100.8  
 SD 14.07  
 ANGLEDM

B 5 (D = 1,9 %)

IDENT.NO ID NEXT UNIT PIX LAST MEASURE

### HISTOGRAM OF ANGLEDM

ABS.FREQUENCY



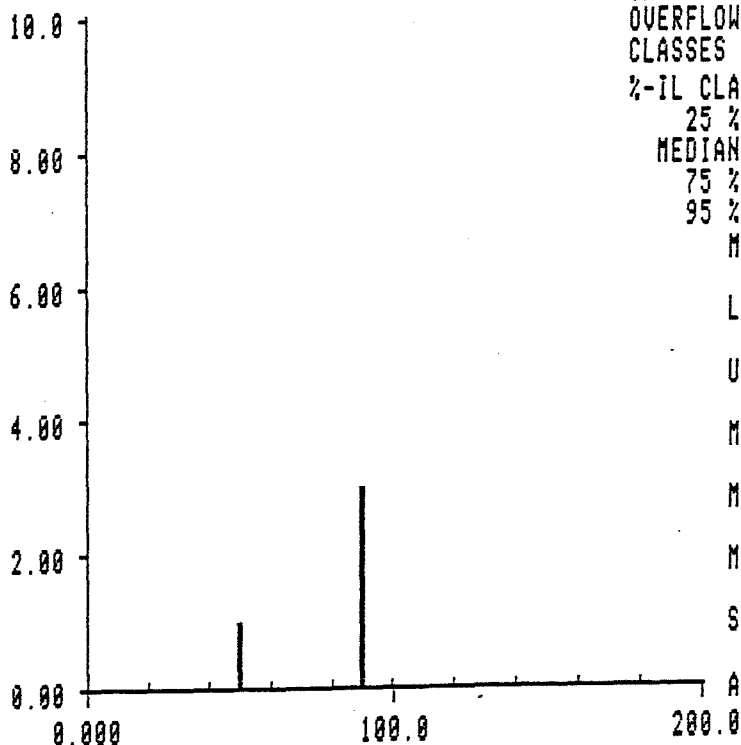
COUNTS 4  
UND.FLOW 0  
OVERFLOW 0  
CLASSES 9  
%-IL CLASSES  
25 % 4  
MEDIAN 5  
75 % 5  
95 % 5  
MODUL 20.00  
L. BOUND 0.000  
U. BOUND 100.0  
MINIMUM 63.43  
MAXIMUM 97.12  
MEAN 83.36  
SD 14.50  
ANGLEDM

B 6 (D = 2,9 %)

IDENT.NO RIEN ESSAI UNIT PIX LAST MEASURE

### HISTOGRAM OF ANGLEDM

ABS.FREQUENCY



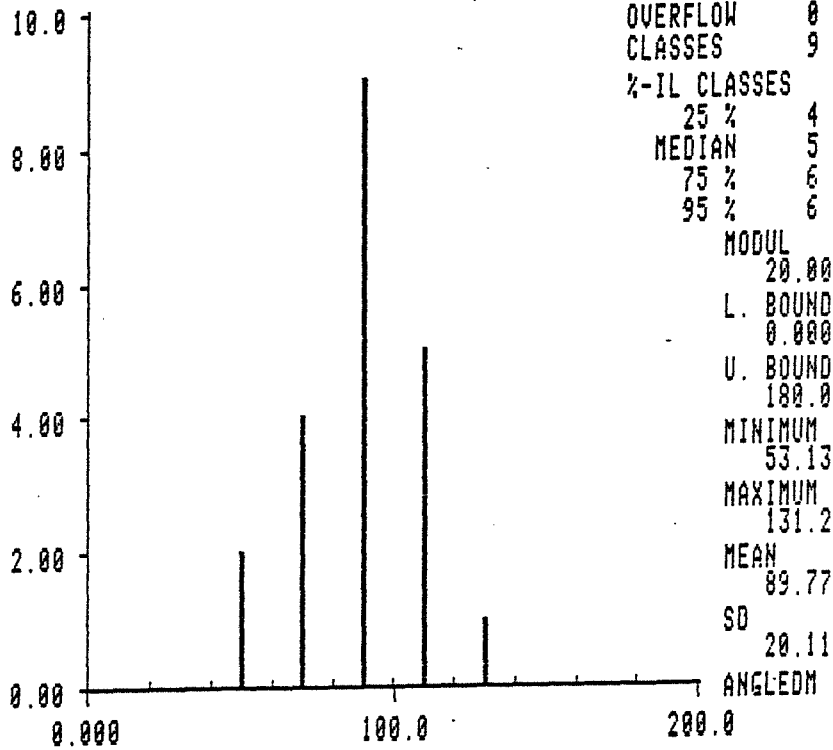
COUNTS 4  
UND.FLOW 0  
OVERFLOW 0  
CLASSES 9  
%-IL CLASSES  
25 % 3  
MEDIAN 5  
75 % 5  
95 % 5  
MODUL 20.00  
L. BOUND 0.000  
U. BOUND 100.0  
MINIMUM 57.99  
MAXIMUM 97.12  
MEAN 82.00  
SD 17.03  
ANGLEDM

B7 (D = 7 %)

IDENT. NO RIEN ESSAI UNIT PIX LAST MEASURE

### HISTOGRAM OF ANGLEDM

ABS. FREQUENCY



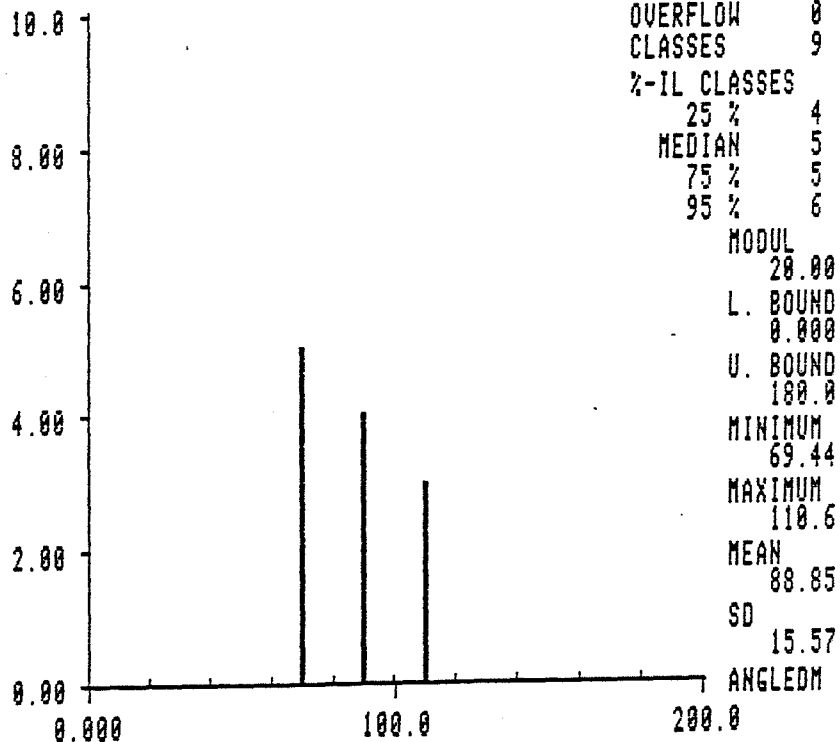
COUNTS 21  
UND. FLOW 0  
OVERFLOW 0  
CLASSES 9  
%-IL CLASSES  
25 % 4  
MEDIAN 5  
75 % 6  
95 % 6  
MODUL 20.00  
L. BOUND 0.000  
U. BOUND 180.0  
MINIMUM 53.13  
MAXIMUM 131.2  
MEAN 89.77  
SD 20.11  
ANGLEDM

B8 (D = 4.7 %)

IDENT. NO ID NEXT UNIT PIX LAST MEASURE

### HISTOGRAM OF ANGLEDM

ABS. FREQUENCY



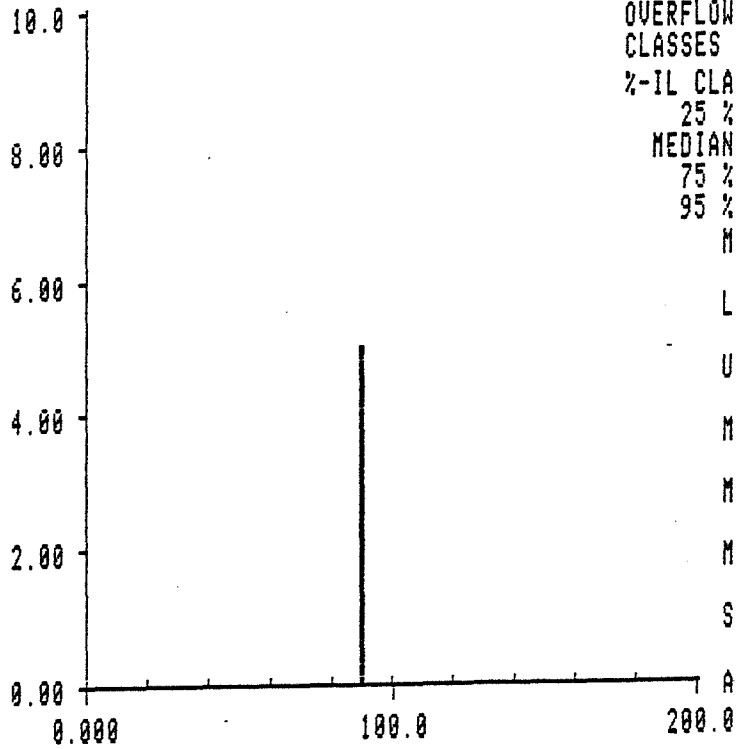
COUNTS 12  
UND. FLOW 0  
OVERFLOW 0  
CLASSES 9  
%-IL CLASSES  
25 % 4  
MEDIAN 5  
75 % 5  
95 % 6  
MODUL 20.00  
L. BOUND 0.000  
U. BOUND 180.0  
MINIMUM 69.44  
MAXIMUM 110.6  
MEAN 88.85  
SD 15.57  
ANGLEDM

B10 (D ≈ 2,2 %)

IDENT.NO RIEN    ESSAI    UNIT PIX    LAST MEASURE

# HISTOGRAM OF ANGLEDM

ABS.FREQUENCY



COUNTS    5  
UND.FLOW    0  
OVERFLOW    0  
CLASSES    9

%-IL CLASSES  
25 %    5  
MEDIAN    5  
75 %    5  
95 %    5

MODUL  
20.00

L. BOUND  
0.000

U. BOUND  
100.0

MINIMUM  
82.87

MAXIMUM  
97.12

MEAN  
92.85

SD  
6.373

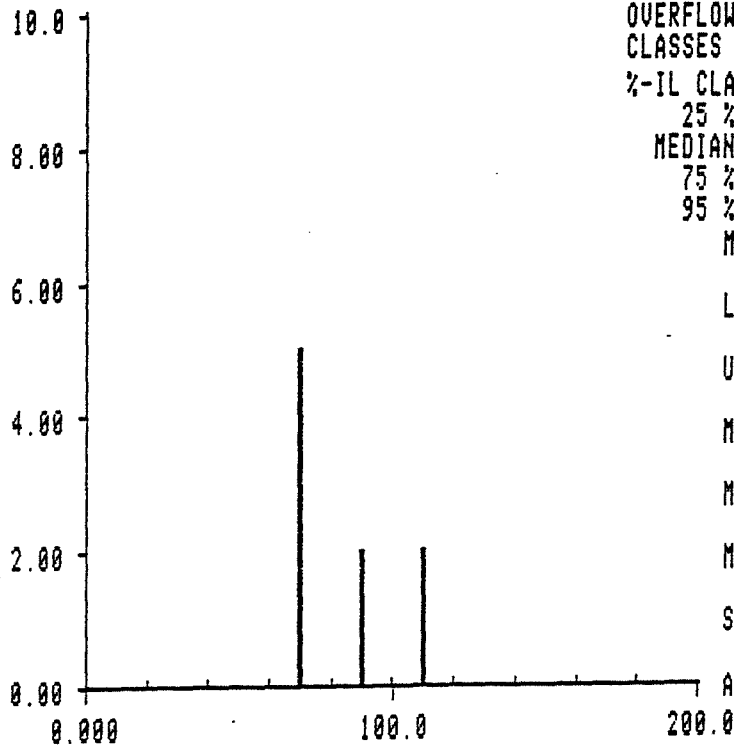
ANGLEDM

C 1 (D = 6,1%)

IDENT.NO RIEN ESSAI UNIT PIX LAST MEASURE

### HISTOGRAM OF ANGLEDM

ABS.FREQUENCY



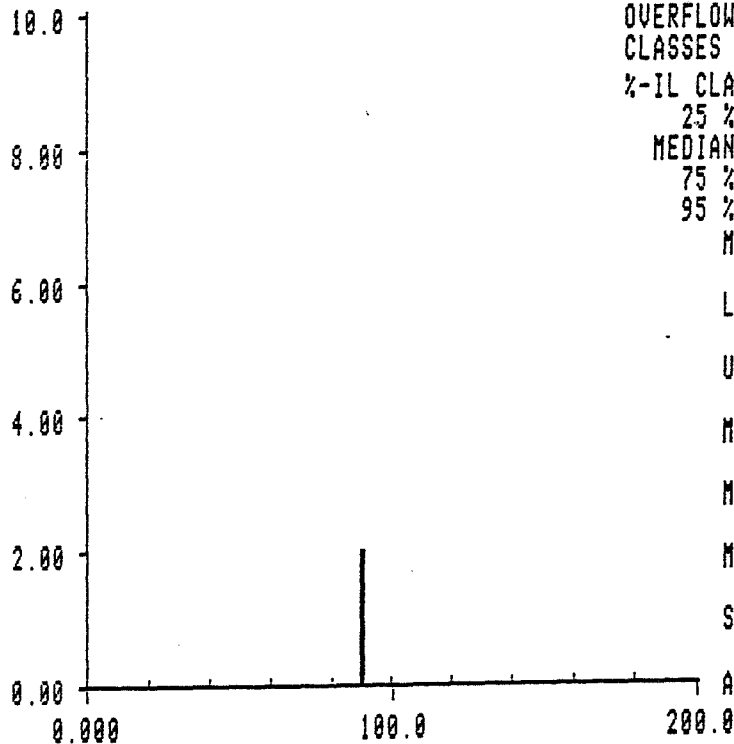
COUNTS 9  
UND.FLOW 0  
OVERFLOW 0  
CLASSES 9  
%-IL CLASSES  
25 % 4  
MEDIAN 4  
75 % 5  
95 % 6  
MODUL 20.00  
L. BOUND 0.000  
U. BOUND 180.0  
MINIMUM 63.43  
MAXIMUM 116.6  
MEAN 84.59  
SD 19.08  
ANGLEDM

C 2 (D = 1,4%)

IDENT.NO RIEN ESSAI UNIT PIX LAST MEASURE

### HISTOGRAM OF ANGLEDM

ABS.FREQUENCY



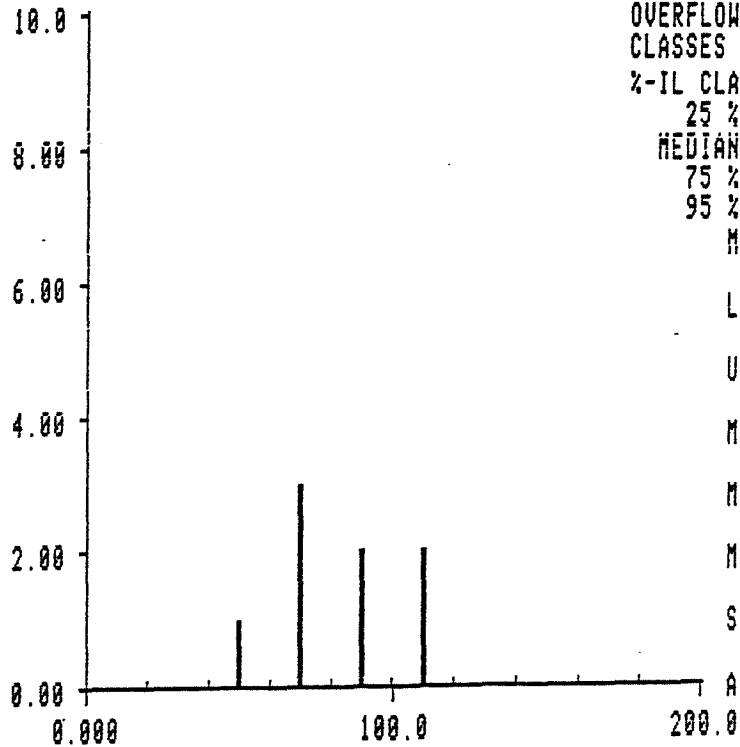
COUNTS 2  
UND.FLOW 0  
OVERFLOW 0  
CLASSES 9  
%-IL CLASSES  
25 % 5  
MEDIAN 5  
75 % 5  
95 % 5  
MODUL 20.00  
L. BOUND 0.000  
U. BOUND 180.0  
MINIMUM 82.87  
MAXIMUM 90.00  
MEAN 86.44  
SD 5.038  
ANGLEDM

C 3 (D = 4,3%)

IDENT.NO RIEN ESSAI UNIT PIX LAST MEASURE

### HISTOGRAM OF ANGLEDM

ABS.FREQUENCY



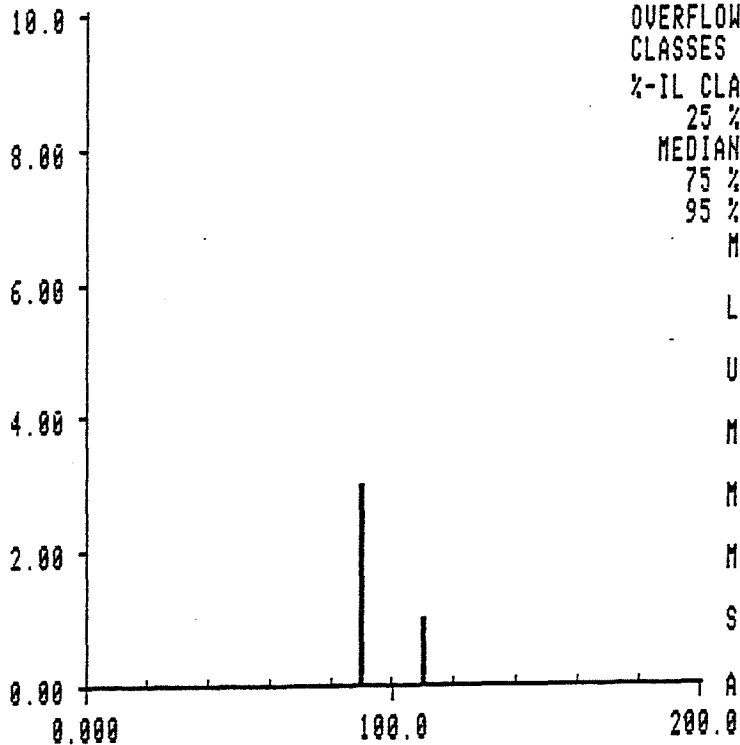
COUNTS 8  
 UND.FLOW 0  
 OVERFLOW 0  
 CLASSES 9  
 %-IL CLASSES  
 25 % 4  
 MEDIAN 4  
 75 % 5  
 95 % 6  
 MODUL 20.00  
 L. BOUND 0.000  
 U. BOUND 180.0  
 MINIMUM 48.81  
 MAXIMUM 110.6  
 MEAN 80.64  
 SD 20.67  
 ANGLEDM

C 4 (D = 2,8%)

IDENT.NO RIEN ESSAI UNIT PIX LAST MEASURE

### HISTOGRAM OF ANGLEDM

ABS.FREQUENCY



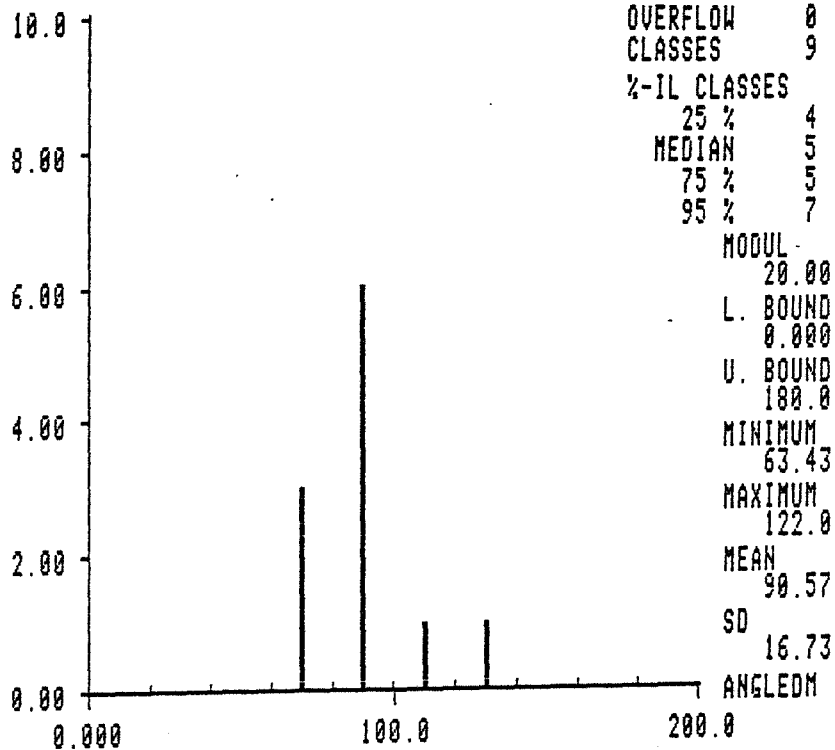
COUNTS 4  
 UND.FLOW 0  
 OVERFLOW 0  
 CLASSES 9  
 %-IL CLASSES  
 25 % 5  
 MEDIAN 5  
 75 % 5  
 95 % 6  
 MODUL 20.00  
 L. BOUND 0.000  
 U. BOUND 180.0  
 MINIMUM 82.87  
 MAXIMUM 116.6  
 MEAN 94.86  
 SD 14.85  
 ANGLEDM

C 5 (D = 7,5 %)

IDENT.NO RIEN ESSAI UNIT PIX LAST MEASURE

# HISTOGRAM OF ANGLEDM

ABS. FREQUENCY



COUNTS 11  
UND.FLOW 0  
OVERFLOW 0  
CLASSES 9  
%-IL CLASSES  
25 % 4  
MEDIAN 5  
75 % 5  
95 % 7

MODUL 20.00  
L. BOUND 0.000  
U. BOUND 100.0  
MINIMUM 63.43  
MAXIMUM 122.0  
MEAN 90.57  
SD 16.73

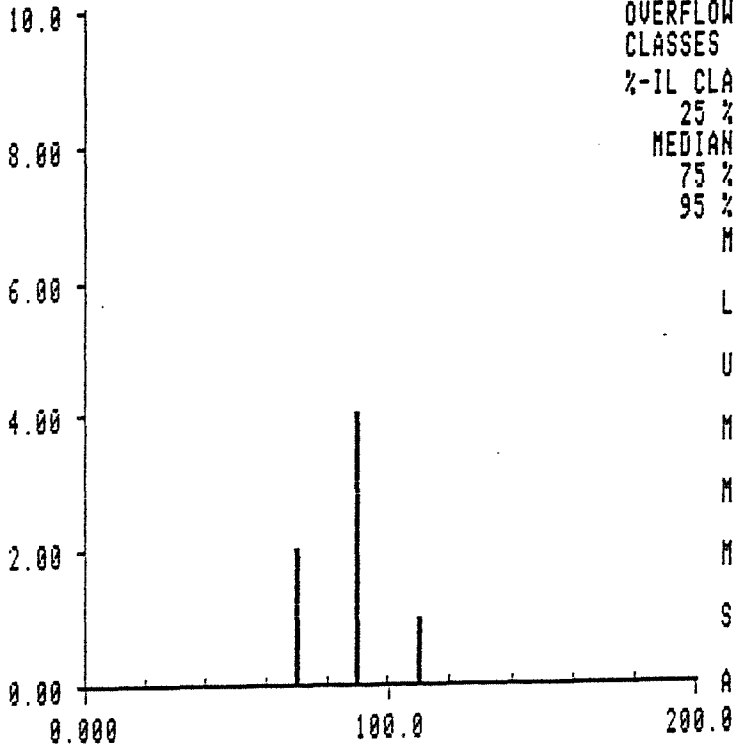
ANGLEDM

D1 (D = 4,4 %)

IDENT.NO RIEN ESSAI UNIT PIX LAST MEASURE

HISTOGRAM OF ANGLEDM

ABS.FREQUENCY



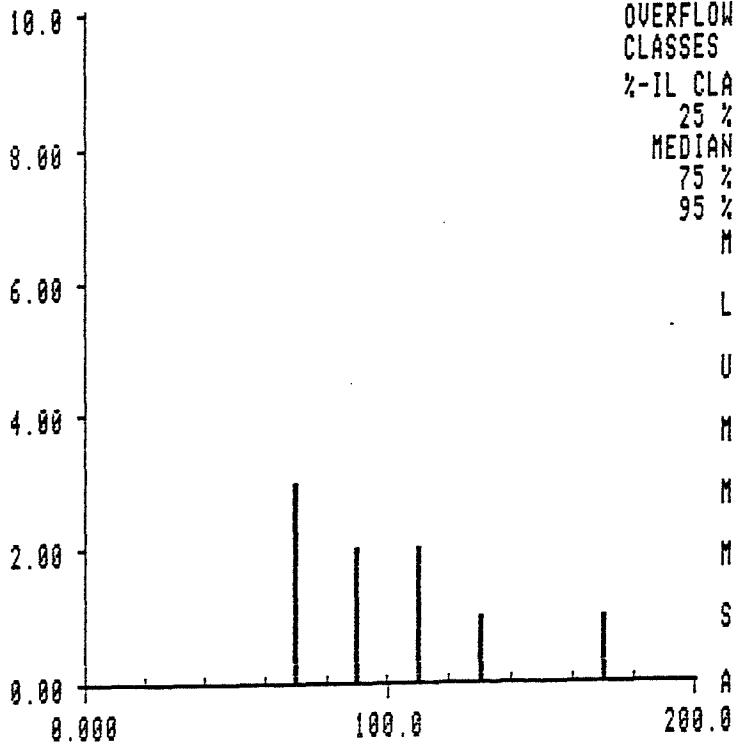
COUNTS 7  
 UND.FLOW 0  
 OVERFLOW 0  
 CLASSES 9  
 %-IL CLASSES  
 25 % 4  
 MEDIAN 5  
 75 % 5  
 95 % 6  
 MODUL 20.00  
 L. BOUND 0.000  
 U. BOUND 180.0  
 MINIMUM 63.43  
 MAXIMUM 104.0  
 MEAN 85.27  
 SD 14.55  
 ANGLEDM

D2 (D = 3,4 %)

IDENT.NO RIEN ESSAI UNIT PIX LAST MEASURE

HISTOGRAM OF ANGLEDM

ABS.FREQUENCY



COUNTS 9  
 UND.FLOW 0  
 OVERFLOW 0  
 CLASSES 9  
 %-IL CLASSES  
 25 % 4  
 MEDIAN 5  
 75 % 6  
 95 % 9  
 MODUL 20.00  
 L. BOUND 0.000  
 U. BOUND 180.0  
 MINIMUM 63.43  
 MAXIMUM 172.9  
 MEAN 101.3  
 SD 34.51  
 ANGLEDM

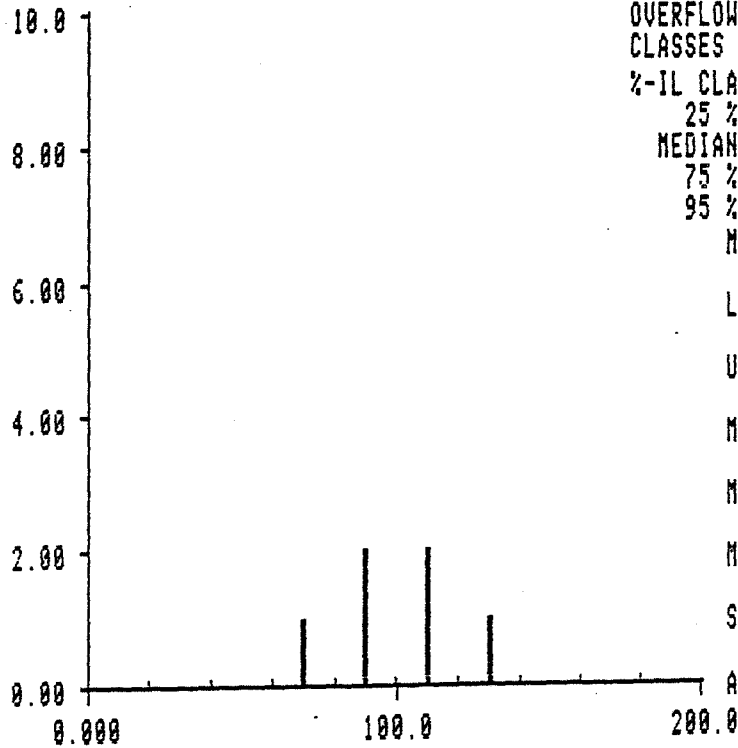


D3 (D = 3,8 %)

IDENT.NO RIEN ESSAI UNIT PIX LAST MEASURE

### HISTOGRAM OF ANGLEDM

ABS.FREQUENCY



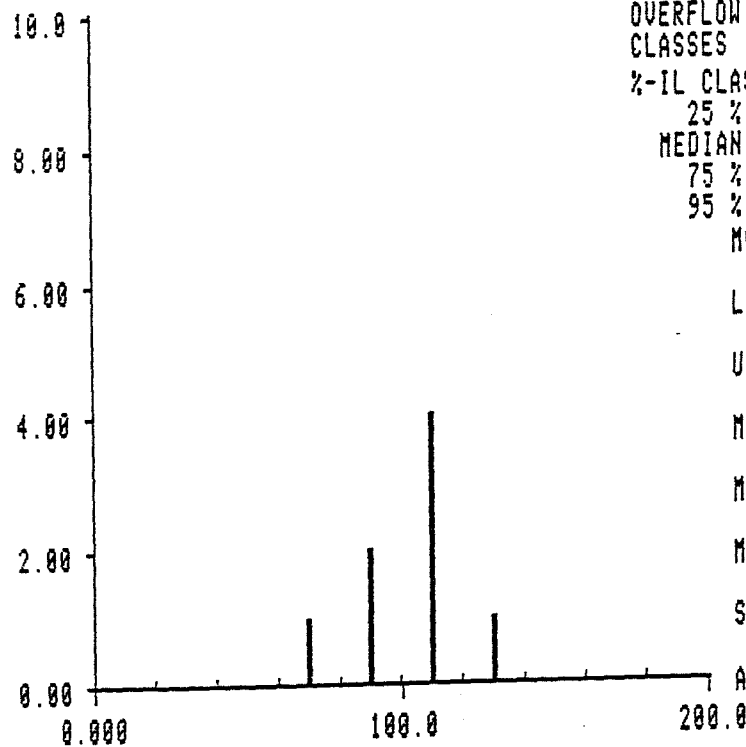
COUNTS 6  
 UND.FLOW 0  
 OVERFLOW 0  
 CLASSES 9  
 %-IL CLASSES  
 25 % 5  
 MEDIAN 5  
 75 % 6  
 95 % 7  
 MODUL 20.00  
 L. BOUND 0.000  
 U. BOUND 180.0  
 MINIMUM 75.96  
 MAXIMUM 131.2  
 MEAN 102.4  
 SD 20.99  
 ANGLEDM

D4 (D = 5,4 %)

IDENT.NO ID NEXT UNIT PIX LAST MEASURE

### HISTOGRAM OF ANGLEDM

ABS.FREQUENCY



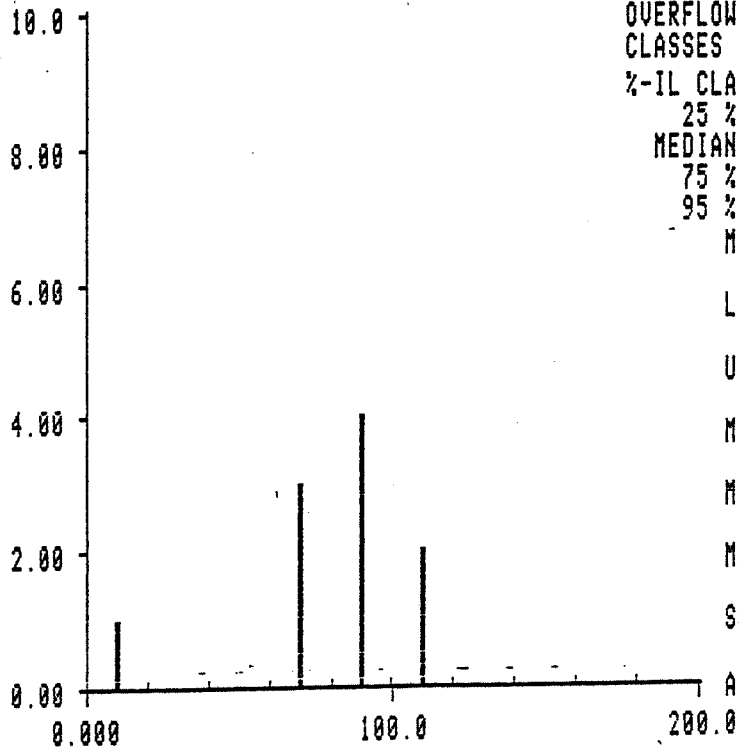
COUNTS 8  
 UND.FLOW 0  
 OVERFLOW 0  
 CLASSES 9  
 %-IL CLASSES  
 25 % 5  
 MEDIAN 6  
 75 % 6  
 95 % 7  
 MODUL 20.00  
 L. BOUND 0.000  
 U. BOUND 180.0  
 MINIMUM 75.96  
 MAXIMUM 131.2  
 MEAN 104.6  
 SD 16.12  
 ANGLEDM

D5 (D = 6,3%)

IDENT.NO RIEN ESSAI UNIT PIX LAST MEASURE

# HISTOGRAM OF ANGLEDM

ABS. FREQUENCY



COUNTS 10  
UND. FLOW 0  
OVERFLOW 0  
CLASSES 9  
%-IL CLASSES  
25 % 4  
MEDIAN 5  
75 % 5  
95 % 6  
MODUL 20.00  
L. BOUND 0.000  
U. BOUND 100.0  
MINIMUM 14.04  
MAXIMUM 116.6  
MEAN 81.72  
SD 28.79  
ANGLEDM

**ANNEXE 4****A. 4.1 Condition d'utilisation du sulveur électrique de fissures A.N.S. (licence ONERA)**

Arrivée de courant : fil de cuivre de section  $2,5 \text{ mm}^2$ , par cosses vissées sur la ligne d'amarrage, en haut et en bas.

Prise de potentiel : "pinoches" et fils d'acier inoxydable ( $\varnothing = 0,4 \text{ mm}$ ) du type AISI 316 sertis sur l'éprouvette (voir la figure 60 ).

L'isolation du tirant du bas est réalisé avec de la "Permalite PB 100", (voir la figure A41 suivante qui montre les modifications réalisées sur une machine MAYES de fluage).

Intensité :  $I = 5 \text{ A}$

Gain :  $G = 1000$

Bruit de fond : 1 à 2 mV en sortie.

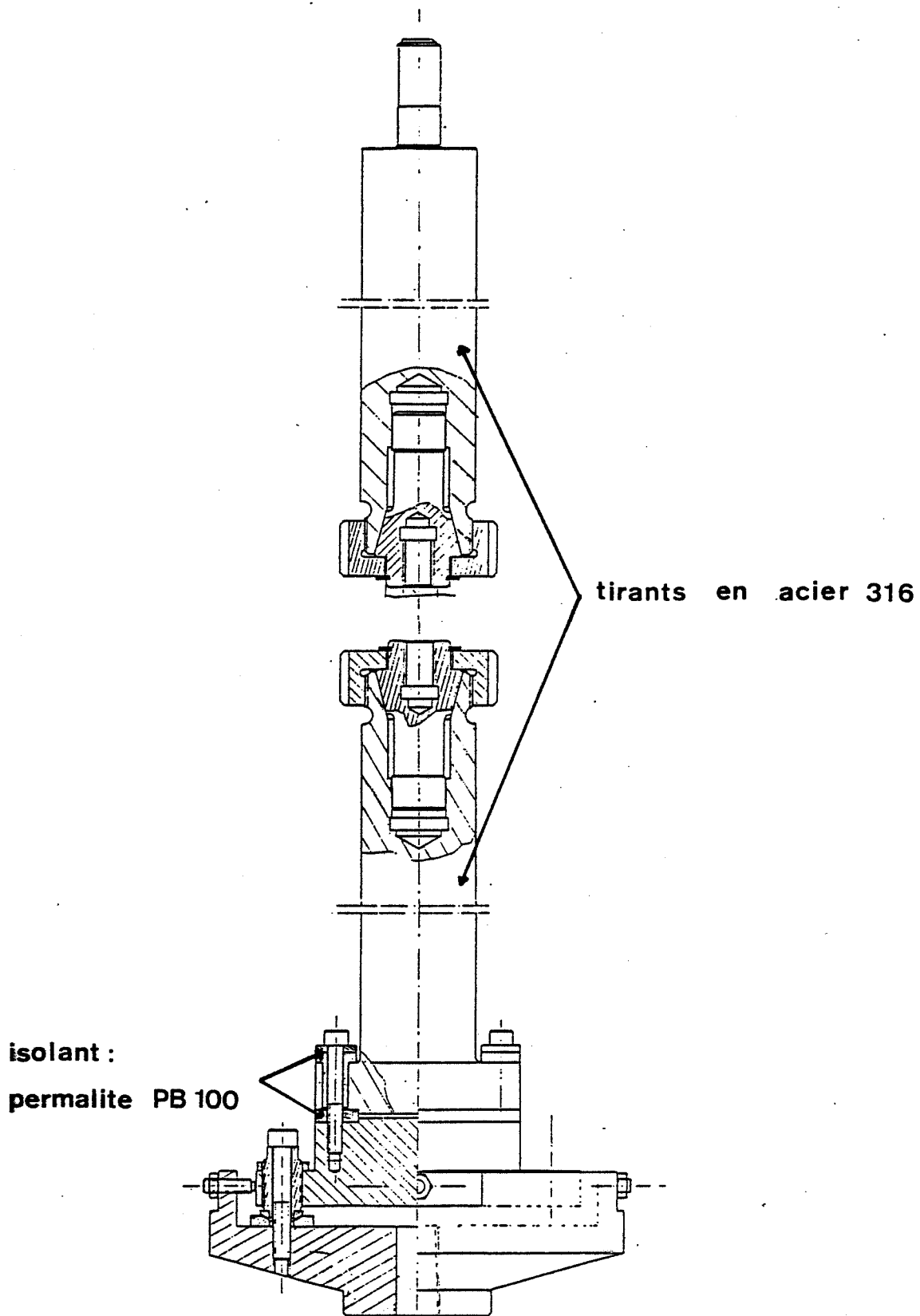
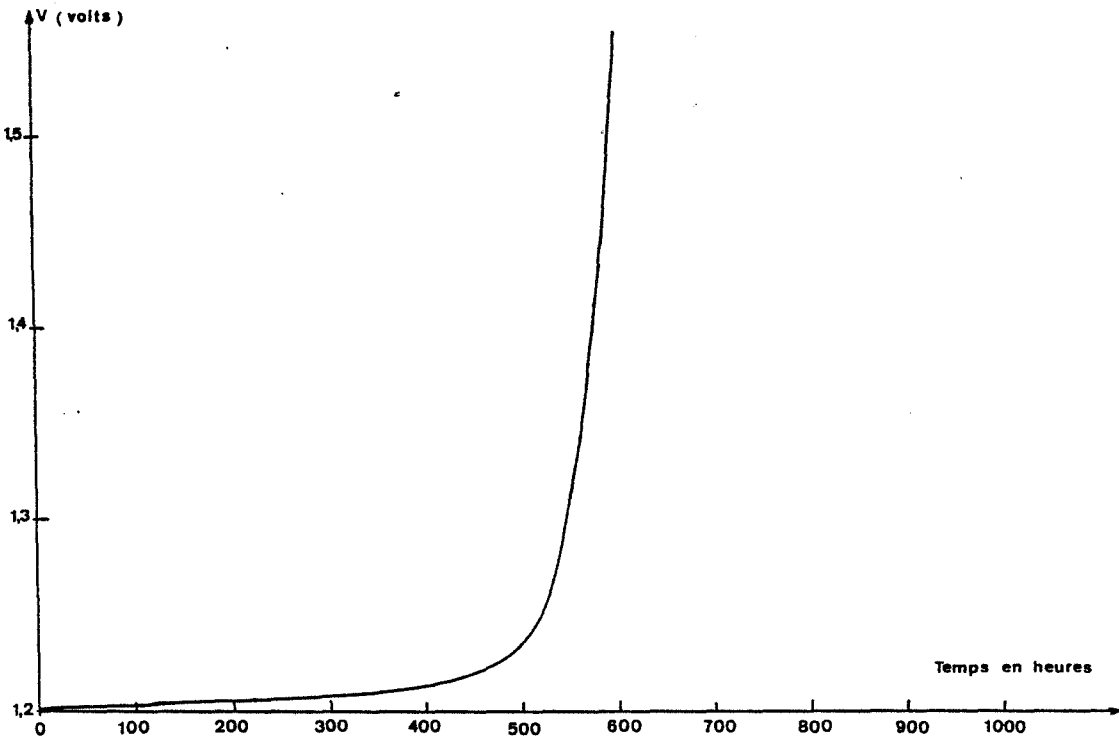


Figure A.4.1 - Modifications apportées à une machine de fluage MAYES.

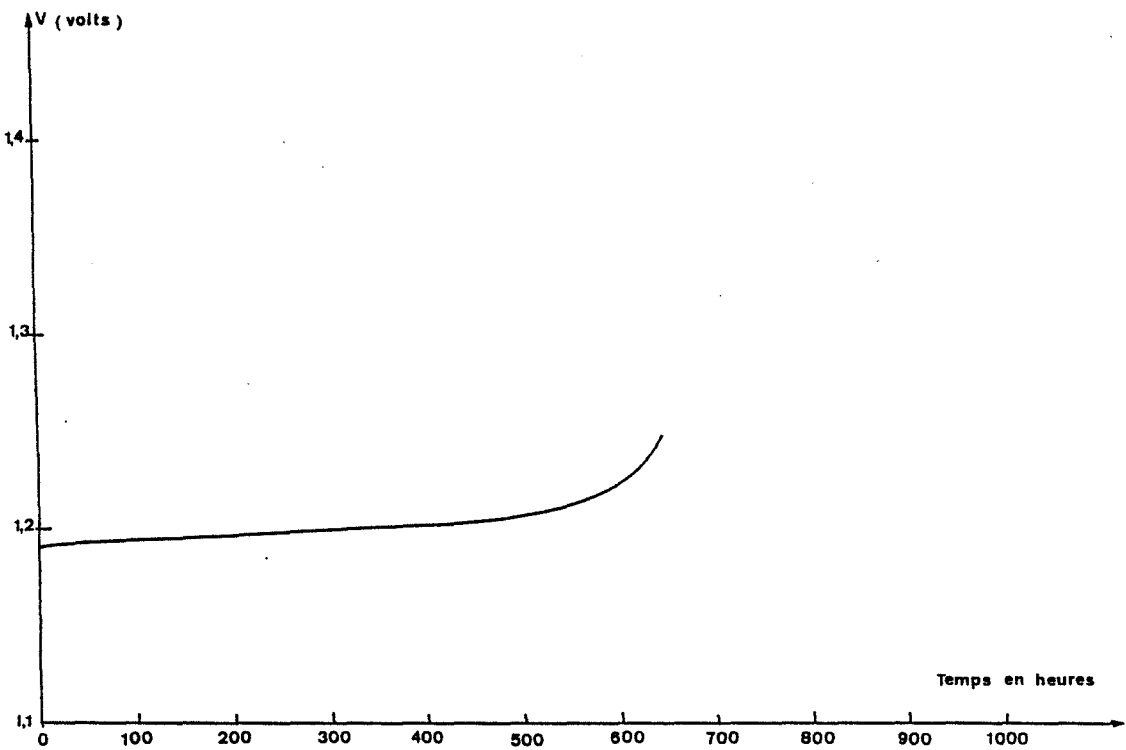
**A 4.2 Courbes expérimentales  $V(t)$ ,  $a(t)$  et  $\delta(t)$  de quelques essais.**

(L'ordonnée à l'origine des courbes  $\delta(t = 0)$  est arbitraire).



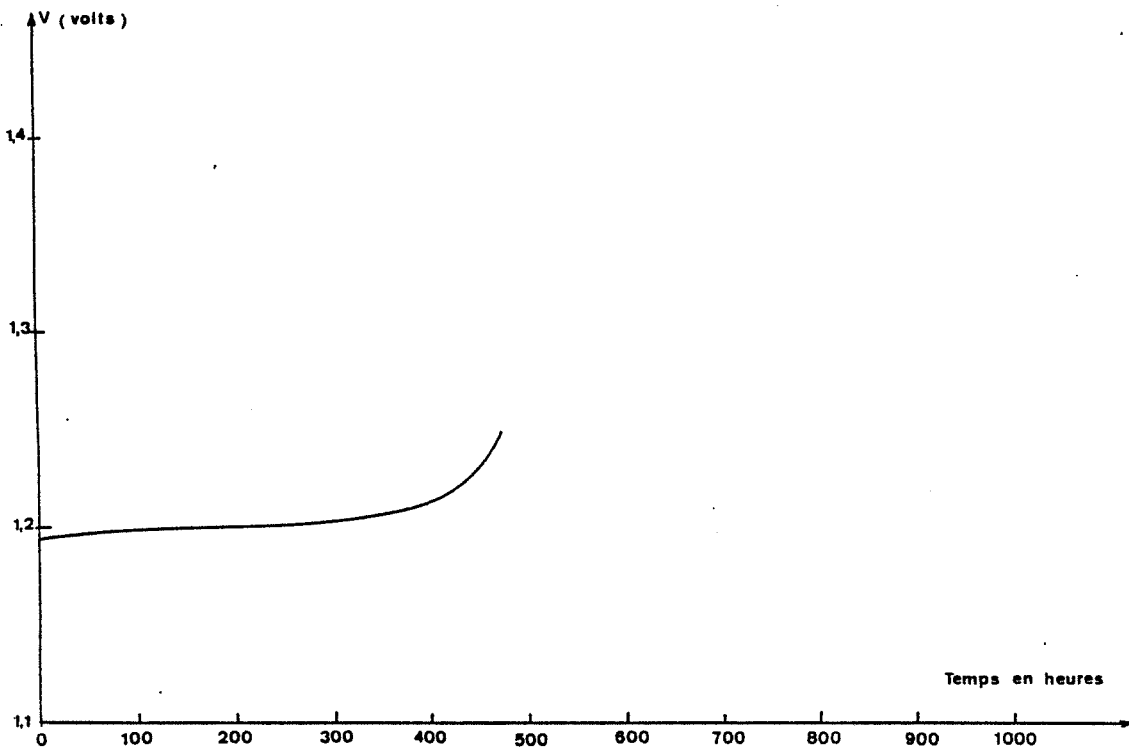
**Courbe  $V(t)$  en fluage : essai n° 1**

( $T = 550^\circ\text{C}$  -  $P = 22000\text{ N}$ )



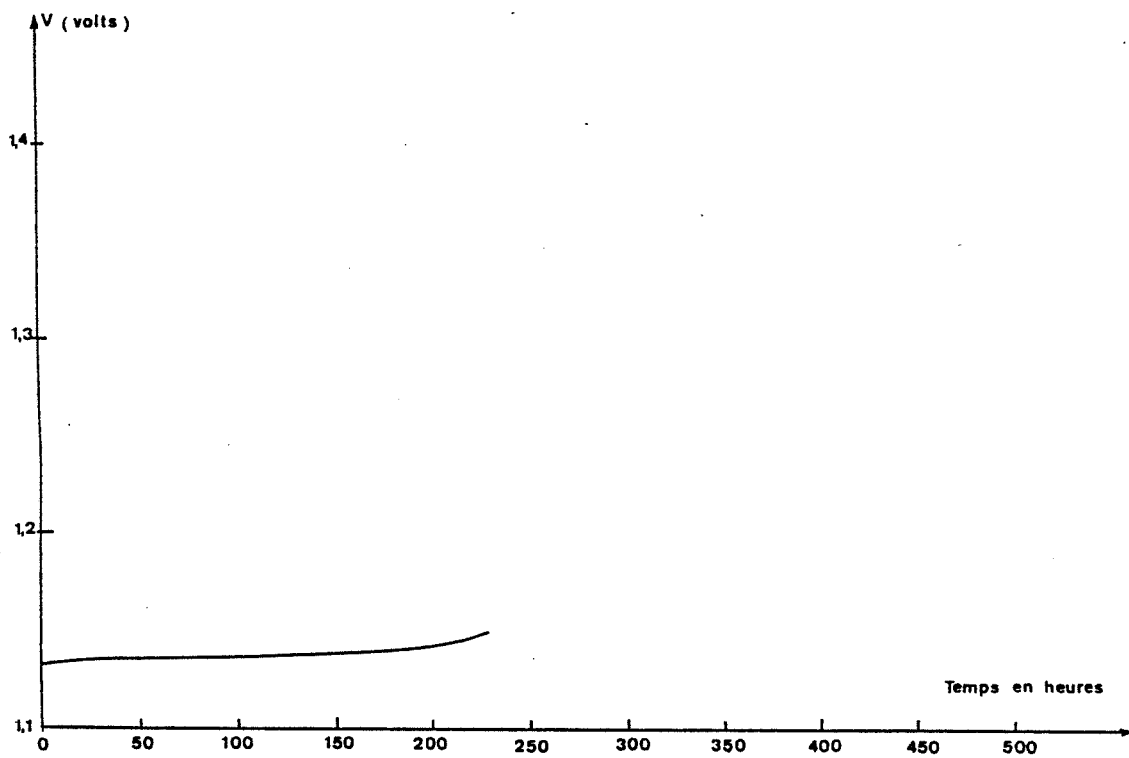
**Courbe  $V(t)$  en fluage : essai n° 2**

( $T = 550^\circ\text{C}$  -  $P = 22000\text{ N}$ )



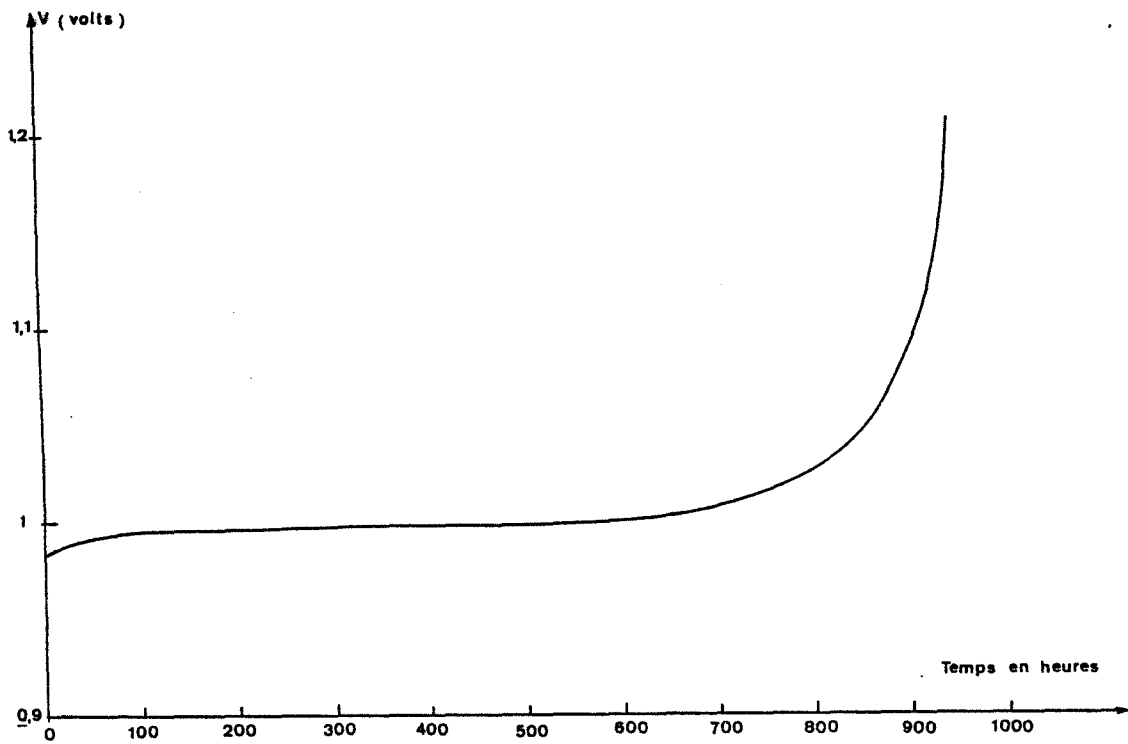
**Courbe V (t) en fluage : essai n° 6**

(T = 550° C - P = 25000 N)



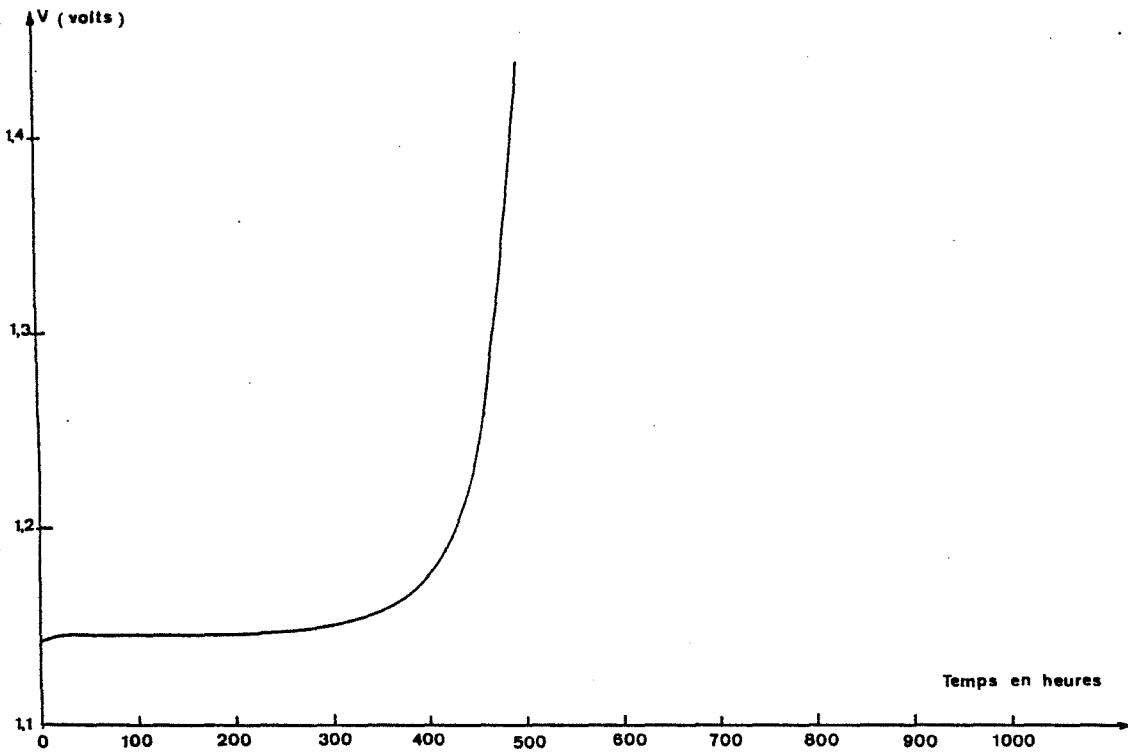
**Courbe V (t) en fluage : essai n° 8**

(T = 550° C - P = 25300 N)



**Courbe  $V(t)$  en fluage : essai n° 9**

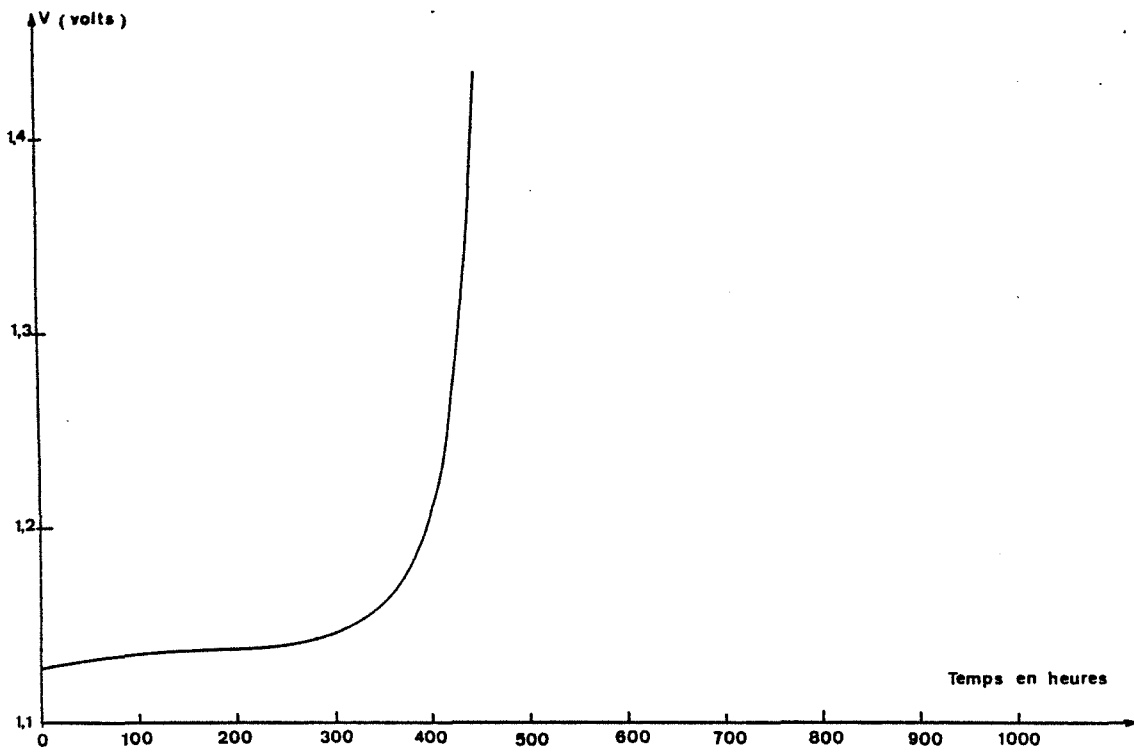
( $T = 550^{\circ}\text{C}$  -  $P = 25320\text{ N}$ )



**Courbe  $V(t)$  en fluage : essai n° 10**

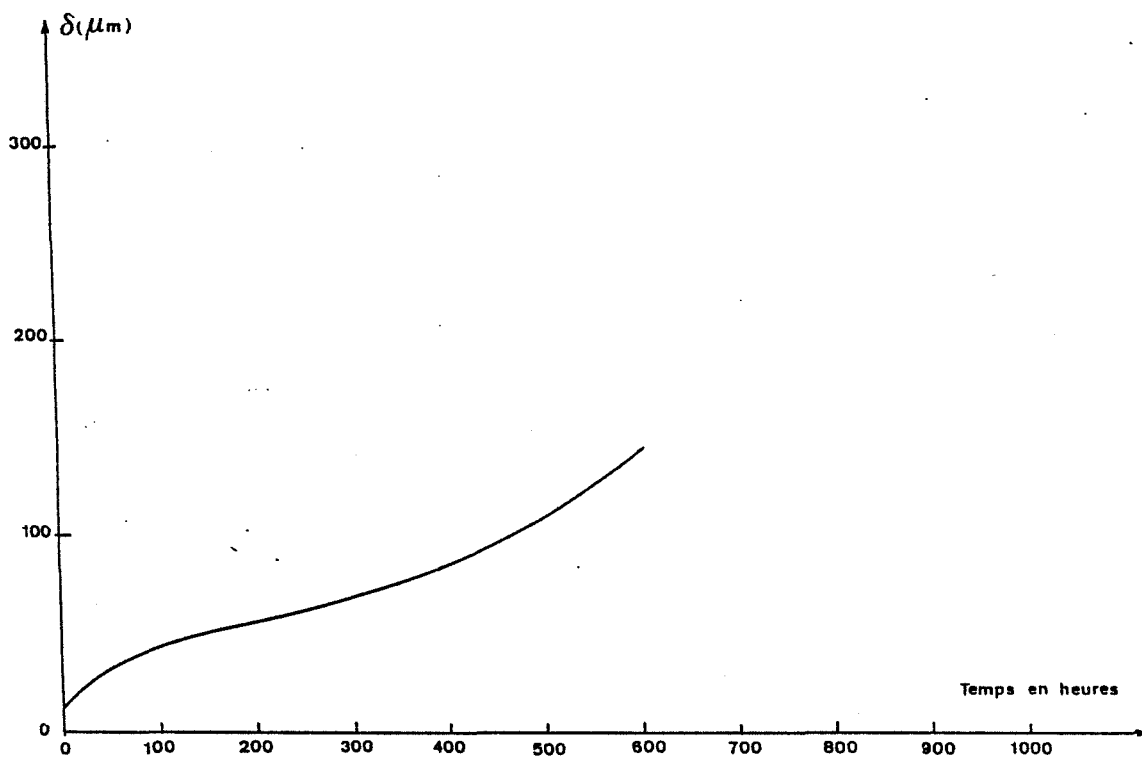
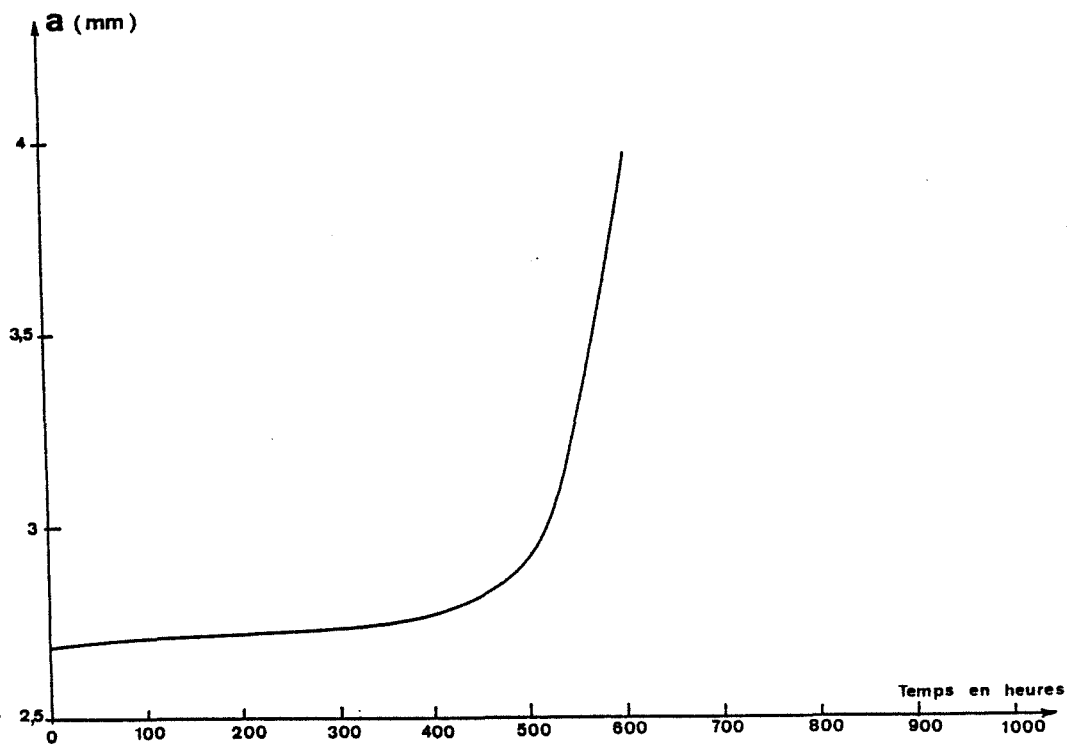
( $T = 550^{\circ}\text{C}$  -  $P = 28620\text{ N}$ )





**Courbe  $V(t)$  en fluage : essai n° 11**

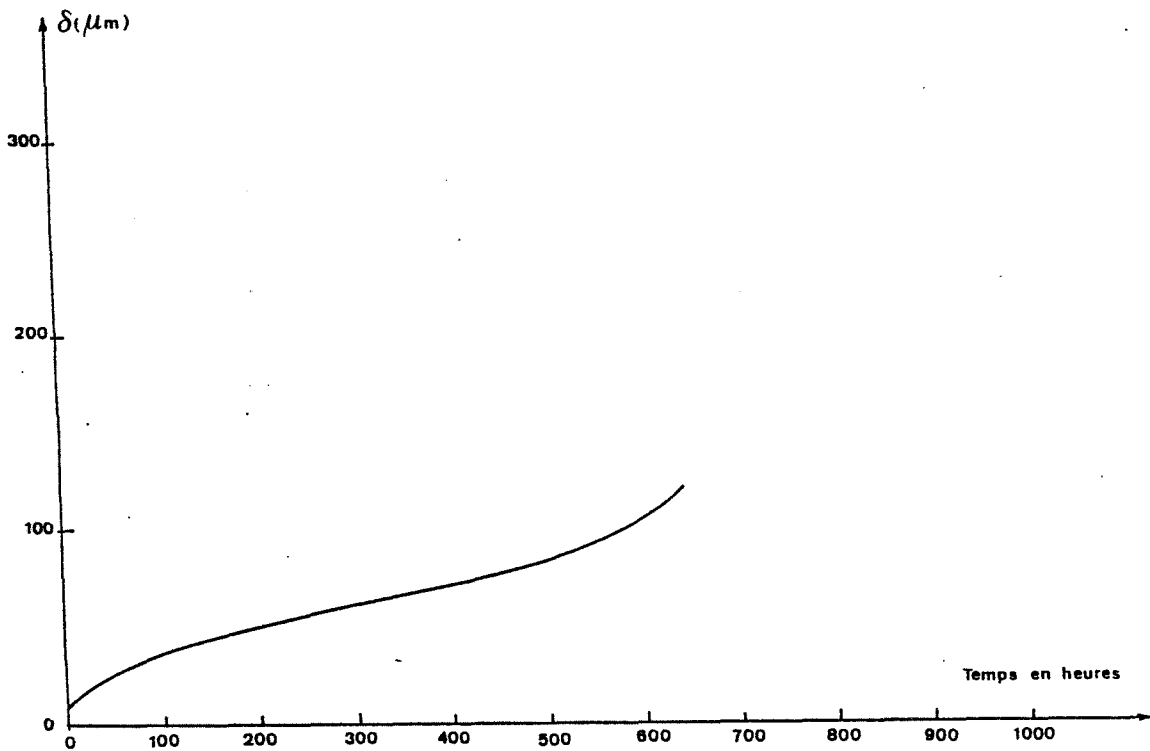
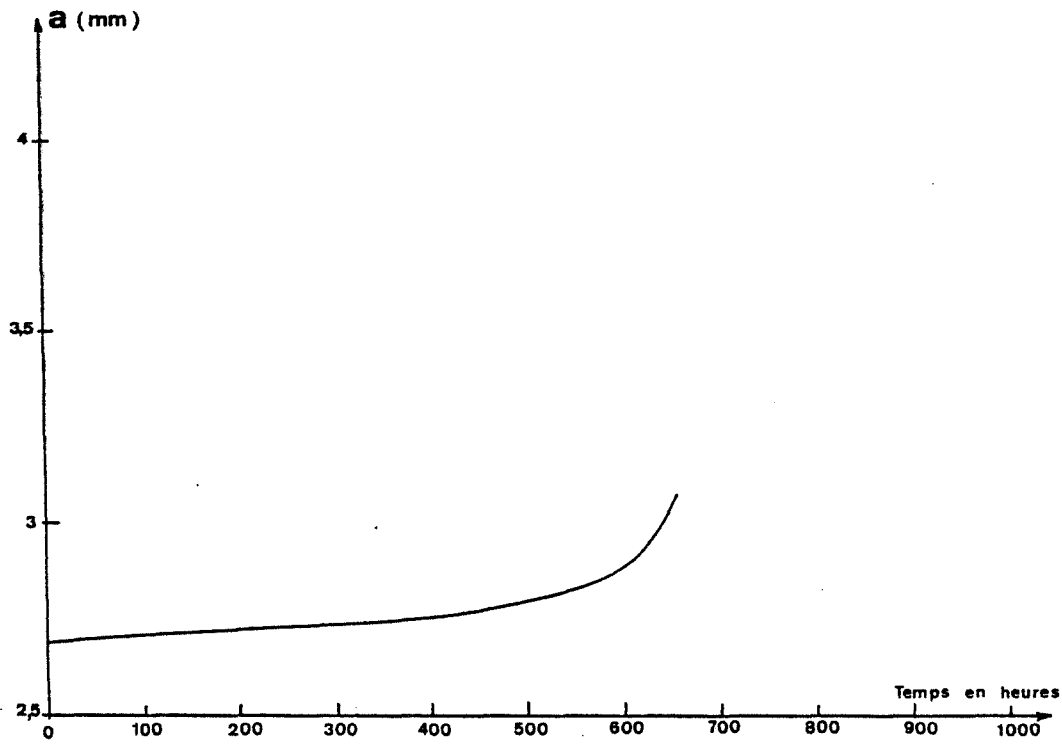
**( $T = 550^{\circ}\text{C}$  -  $P = 28620\text{ N}$ )**



Essai n° 1

a) courbe  $a(t)$   
 b) courbe  $\delta(t)$

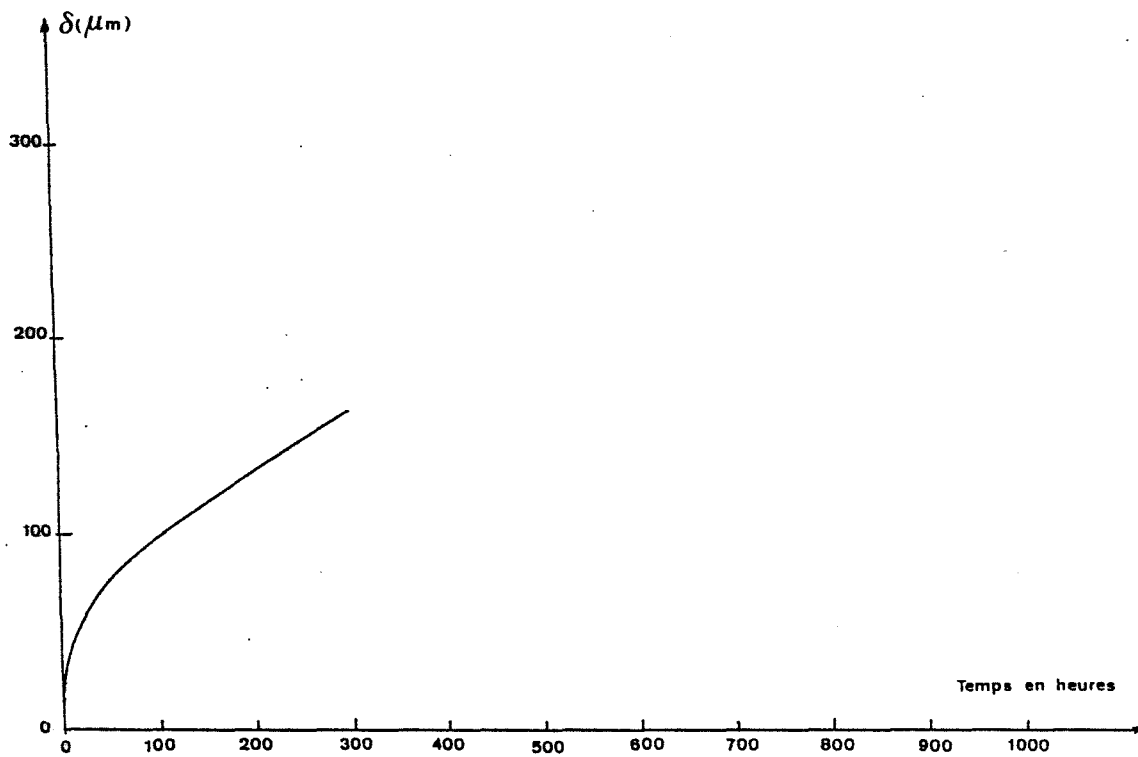
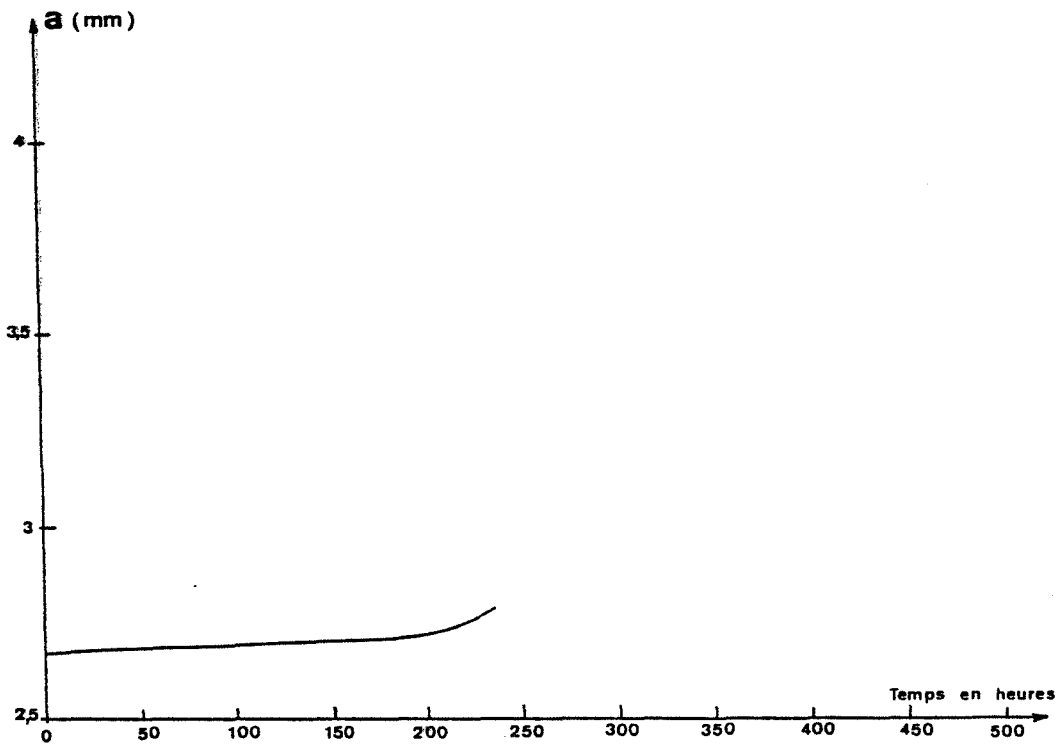
( $T = 550^\circ \text{C}$  -  $P = 22000 \text{ N}$ )



Essai n° 2

- a) courbe  $a(t)$
- b) courbe  $\delta(t)$

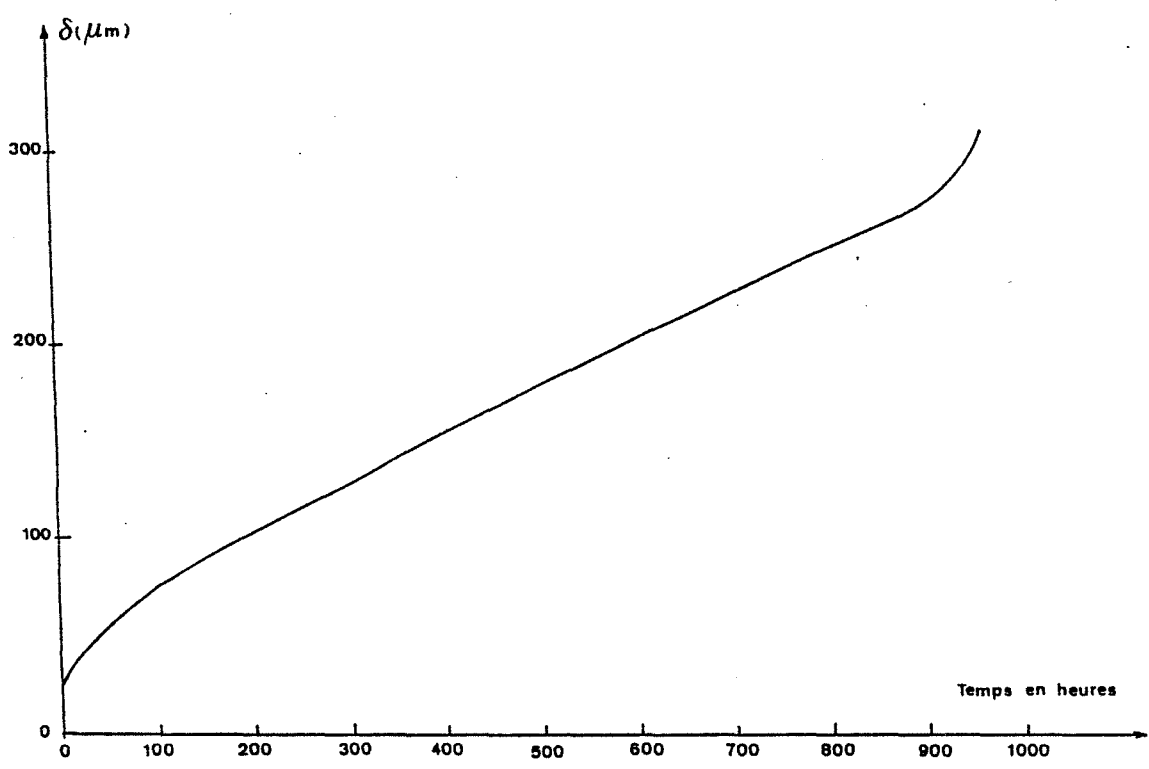
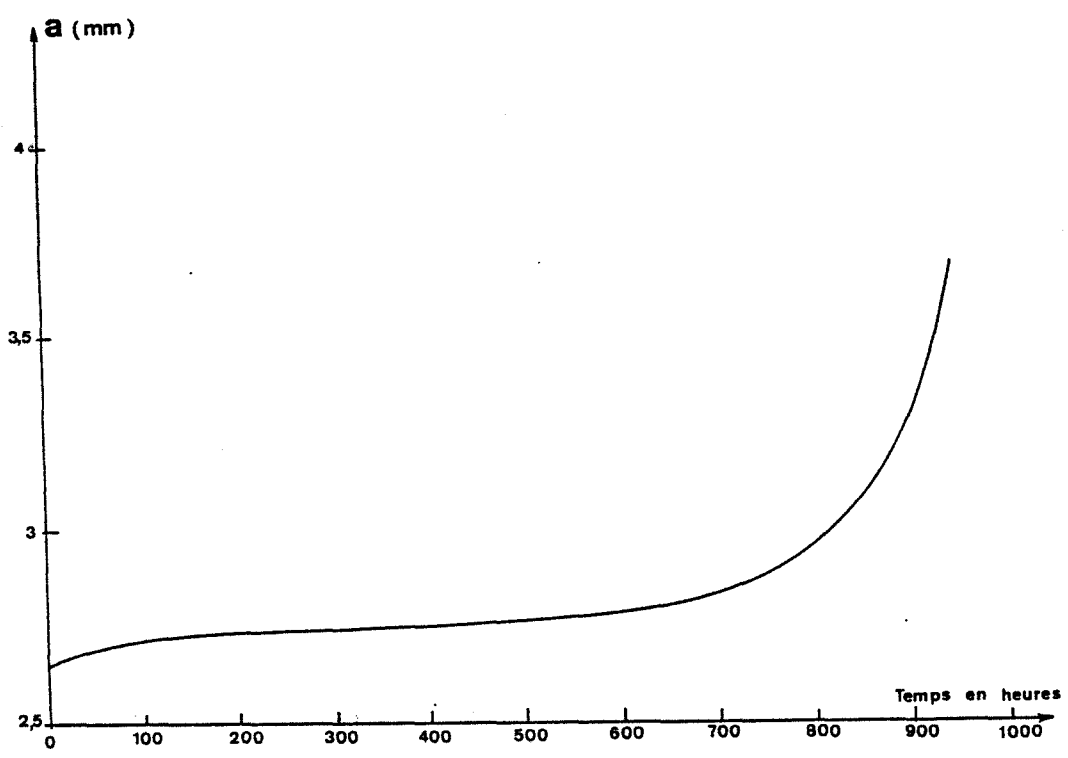
( $T = 550^\circ \text{C}$  -  $P = 22000 \text{ N}$ )



Essai n° 8

a) courbe  $a(t)$   
 b) courbe  $\delta(t)$

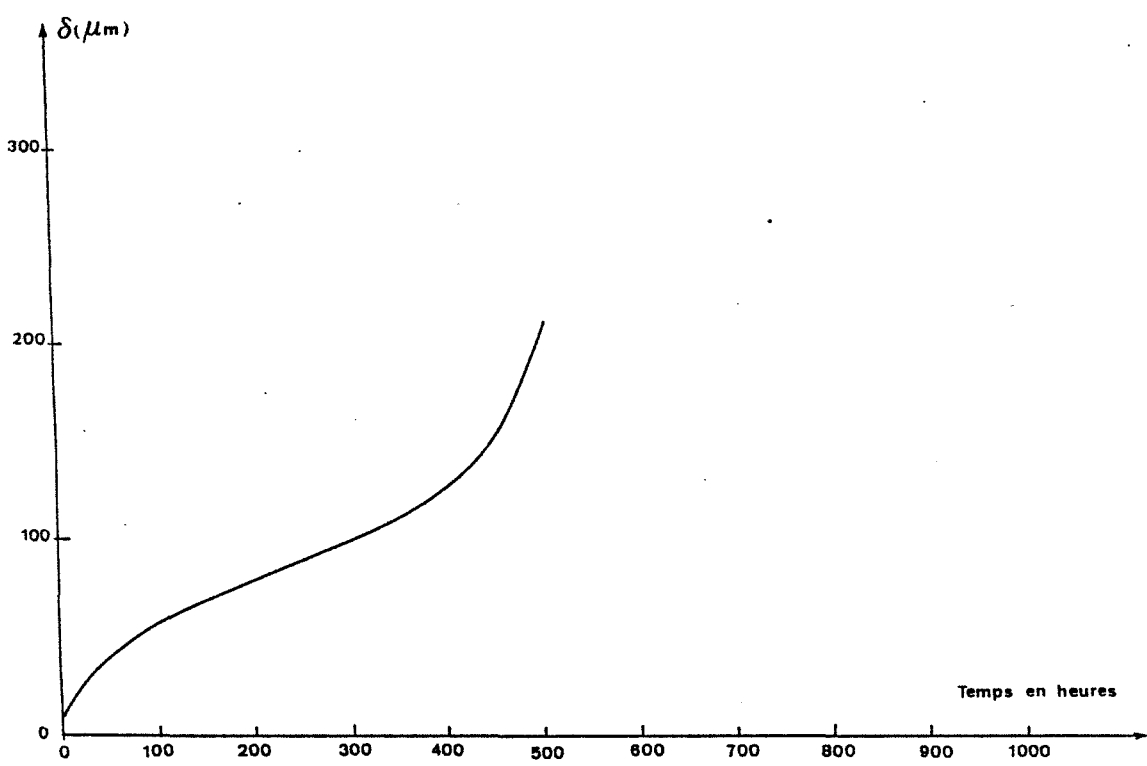
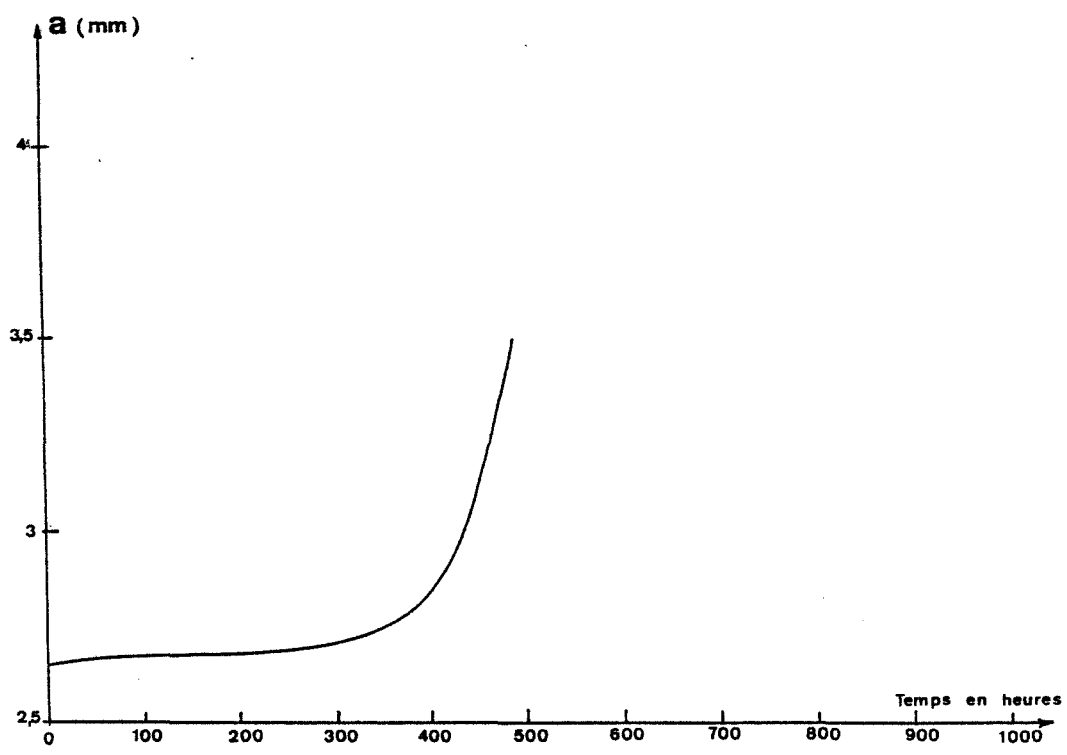
( $T = 550^\circ\text{C}$  -  $P = 25300\text{ N}$ )



Essai n° 9

- a) courbe  $a(t)$
- b) courbe  $\delta(t)$

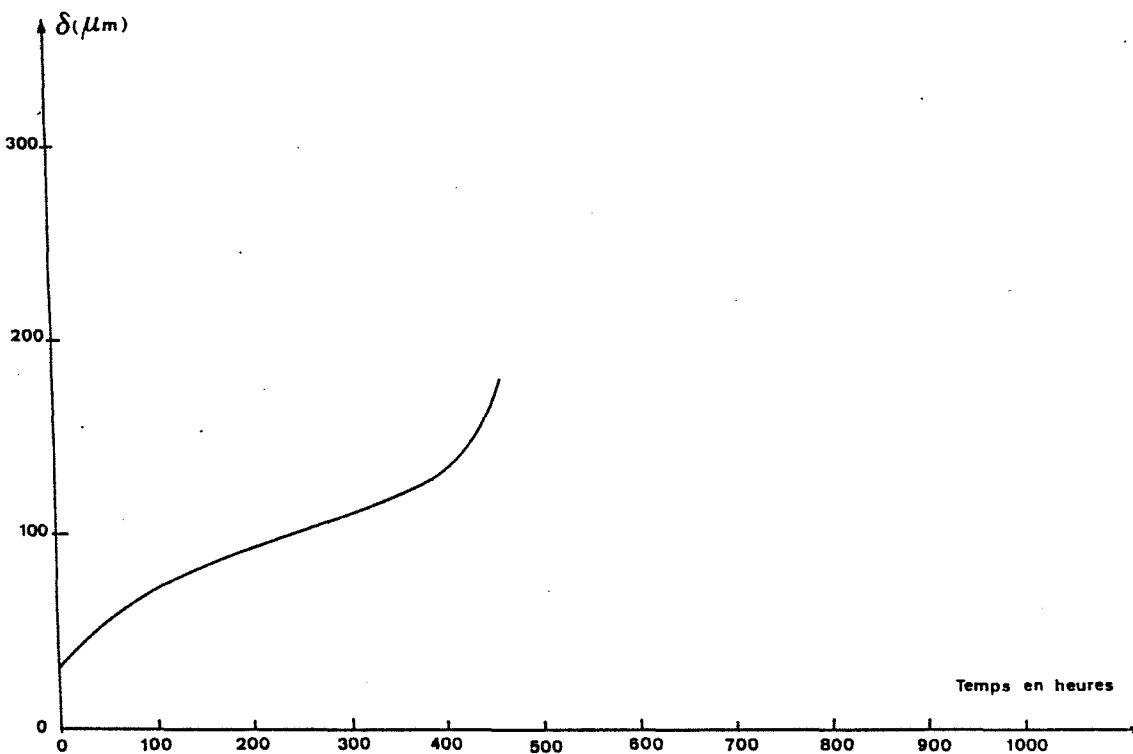
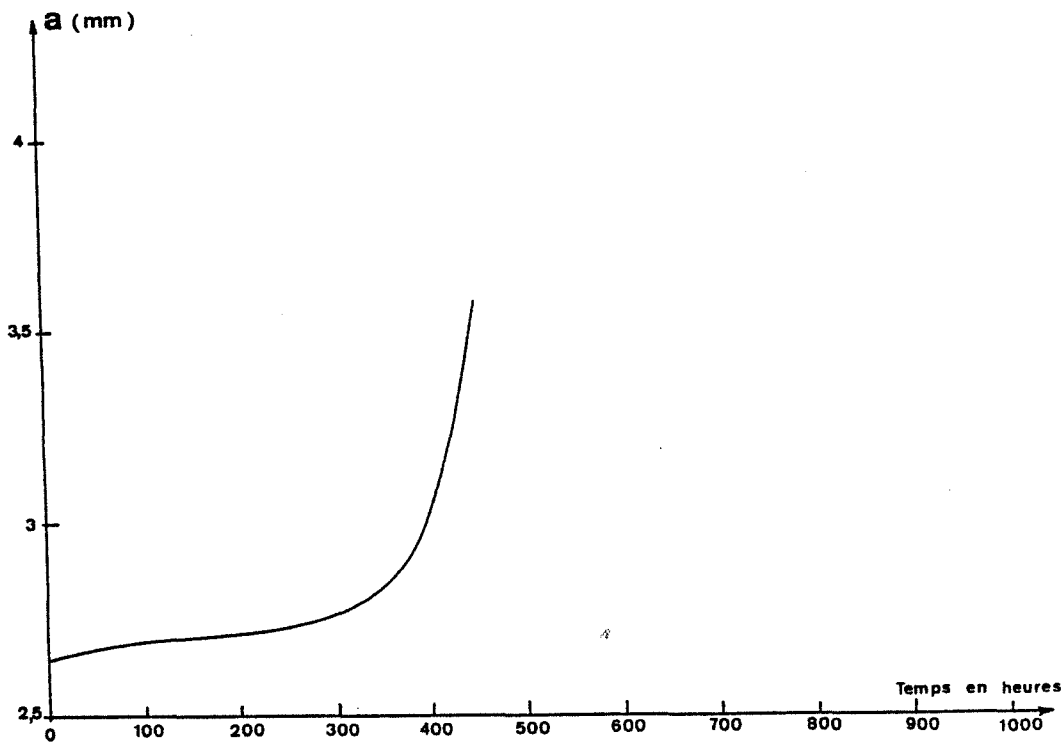
( $T = 550^\circ\text{C}$  -  $P = 25320\text{ N}$ )



Essai n° 10

- a) courbe  $a(t)$
- b) courbe  $\delta(t)$

( $T = 550^\circ\text{C}$  -  $P = 22320\text{ N}$ )



Essai n° 11

- a) courbe  $a(t)$
- b) courbe  $\delta(t)$

( $T = 550^\circ C - P = 28620 N$ )

**Nom :** ARNAUD Jean-Claude

**Titre de la thèse :** ETUDE DE L'ENDOMMAGEMENT PAR FLUAGE DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES ENTRE 550° C ET 650° C

**Spécialité :** Sciences et Génie des Matériaux

**Mots clés :** FLUAGE

GLISSEMENT INTERGRANULAIRE

HAUTES TEMPERATURES

ENDOMMAGEMENT INTERGRANULAIRE

ACIERS AUSTENITIQUES

SCHEMA DE RUINE

JOINTS DE GRAINS

ANALYSE D'IMAGES

**Résumé :**

Ce travail contribue à l'identification et à l'analyse des mécanismes microscopiques essentiels de l'endommagement par fluage des aciers inoxydables austénitiques.

Le rôle des paramètres, renforcement matriciel et glissement au joint, est apprécié par une analyse statistique du glissement intergranulaire et de l'endommagement d'échelle micrométrique.

L'étude microstructurale précise ce rôle et permet la détermination des mécanismes de déformation.

L'expérimentation "in-situ" complète notre démarche expérimentale en accédant à la chronologie des événements. Les différents stades de l'endommagement sont observés et les tailles "critiques" des défauts déterminées.

Enfin, l'ensemble de ces résultats aboutit à un schéma de ruine suffisamment précis pour conduire à un début de modélisation.





Nom : ARNAUD Jean-Claude

Titre de la thèse : ETUDE DE L'ENDOMMAGEMENT PAR FLUAGE DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES ENTRE 550° C ET 650° C

Spécialité : Sciences et Génie des Matériaux

Mots clés : FLUAGE

GLISSEMENT INTERGRANULAIRE

HAUTES TEMPERATURES

ENDOMMAGEMENT INTERGRANULAIRE

ACIERS AUSTENITIQUES

SCHEMA DE RUINE

JOINTS DE GRAINS

ANALYSE D'IMAGES

**Résumé :**

Ce travail contribue à l'identification et à l'analyse des mécanismes microscopiques essentiels de l'endommagement par fluage des aciers inoxydables austénitiques.

Le rôle des paramètres, renforcement matriciel et glissement au joint, est apprécié par une analyse statistique du glissement intergranulaire et de l'endommagement d'échelle micrométrique.

L'étude microstructurale précise ce rôle et permet la détermination des mécanismes de déformation.

L'expérimentation "in-situ" complète notre démarche expérimentale en accordant à la chronologie des événements. Les différents stades de l'endommagement sont observés et les tailles "critiques" des défauts déterminées.

Enfin, l'ensemble de ces résultats aboutit à un schéma de ruine suffisamment précis pour conduire à un début de modélisation.